

# Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

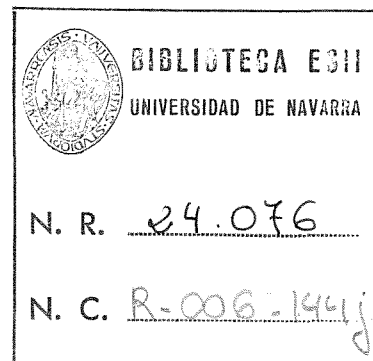
IX ENCUENTRO DEL GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA Y

I ENCUENTRO HISPANO-FRANCES DE FRACTURA

---

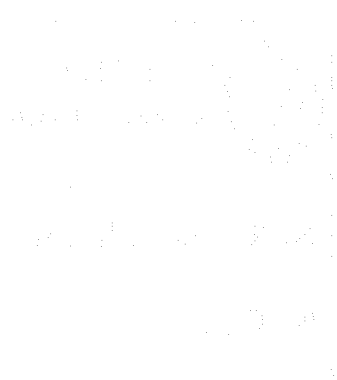
*Aiguablava (Girona)*  
*1, 2 y 3 de Abril de 1992*

# ANALES DE MECANICA DE LA FRACTURA



**N. 9, Año 1992**

# REVISTA DE LA FRACTURA



Editado por la Secretaría del  
Grupo Español de Fractura

Depósito Legal: SS 458/86  
I.S.S.N. 02/ 3-3725

Imprime **cpda-etseib**  
Avda. Diagonal, 647  
08028 Barcelona

## INDICE

### **EDITORIAL**

1

### **CONFERENCIAS INVITADAS**

#### **"High Temperature Crack Growth in Ceramic Materials under Static and Cyclic Loads"**

*S. Suresh*

5

### **MATERIALES NO METALICOS**

#### **APLICACION DE LA INDENTACION AL ESTUDIO DE LA PROPAGACION DE GRIETAS EN MEDIOS AGRESIVOS.**

*R. Torrecillas, K.M. Liang y G. Fantozzi*

12

#### **EVALUACION DE LAS TECNICAS DE INDENTACION PARA LA DETERMINACION DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE CERAMICAS DE HIDROXIAPATITA.**

*O. Bermúdez, J.A. Planell, A. Ravaglioli, S. Guiciardi, A. Krajewski, R. Martinetti y F.C.M. Driessens*

17

#### **UN MODELO PARA EXPLICAR LA CONFIGURACION DE FISURAS GENERADAS MEDIANTE ENSAYOS VICKERS A DIFERENTES CARGAS EN 4Y-PSZ.**

*A. Pajares, F. Guiberteau, F.L. Cumbreira y A. Domínguez-Rodríguez*

22

#### **EVALUACION DEL COMPORTAMIENTO DE CURVA R EN MATERIALES CERAMICOS TENACES.**

*J. Alcalá, L. Iturgoyen y M. Anglada*

30

#### **ESTUDIO DEL METODO DCM PARA LA DETERMINACION DE $K_{Ic}$ EN ALUMINAS COMERCIALES.**

*A. García y D. Gibert*

36

#### **CRECIMIENTO POR FATIGA CICLICA DE GRIETAS DE INDENTACION EN Y-TZP BAJO CONDICIONES DE K CRECIENTES Y DECRECIENTES - EFECTO DEL APANTALLAMIENTO.**

*J. Alcalá, L. Iturgoyen y M. Anglada*

42

#### **COMPORTAMIENTO MECANICO DE MATERIALES DE TITANATO DE ALUMINIO OBTENIDOS POR SINTERIZACION REACTIVA.**

*H. Wohlfromm, J.S. Moya y P. Pena*

48

#### **MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON PLAQUETAS.**

*M. Belmonte, J.S. Moya y P. Miranzo*

53

#### **INICIACION DE GRIETAS POR FATIGA A COMPRESION EN CERAMICAS TENACES.**

*J. Solís, C. Lapetra y J. Domínguez*

58

MEDIDA DE LA TENACIDAD DE FRACTURA EN MATERIALES CERAMICOS. <i>J.Y. Pastor, J. Planas y M. Elices</i>	64
FRACTURE OF ANCHORS IN ROCK. <i>A. Fathy, J. Planas, M. Elices y G.V. Guinea</i>	69
NUMERICAL ANALYSIS OF MIXED-MODE FRACTURE PROCESSES. <i>P. C. Prat, I. Carol y R. Gettu</i>	75
MECANISMOS DE FRACTURA EN LA ALEACION AI 2618 REFORZADA CON SiC. <i>J. Llorca, J. Ruiz y M. Elices</i>	81
APLICACION DE LOS METODOS DE INDENTACION PARA EL ESTUDIO DE LA TENACIDAD A FRACTURA Y LA FATIGA DE HUESO CORTICAL. <i>M. Ontañón y J.A. Planell</i>	87
ESTUDIO NUMERICO-EXPERIMENTAL DE LA FRACTURA DE MATERIALES OSEOS CON IMPLANTES. <i>J.A. García, J.M. Martínez, Ch.K. Lau, C. Navarro, J. Planas y M. Elices</i>	92
ESTUDIO DE LA TENACIDAD DE ALEACIONES DE METAL DURO. <i>J.M. Guilemany, I. Sanchiz, B.G. Mellor y N. Llorca</i>	98
FACTORES INFLUYENTES EN LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE SMCs. <i>C. Rodríguez y F.J. Belzunce</i>	104
PROPAGACION DE GRIETAS POR FATIGA EN CEMENTOS OSEOS ACRILICOS BAJO CONDICIONES FISIOLÓGICAS. <i>M.M. Vila y J.A. Planell</i>	109
INFLUENCIA DE LA MORFOLOGIA SOBRE LA FRACTURA EN MEZCLAS DE PS Y SBS. <i>M.R. Díaz, M. LL. MasPOCH y A.B. Martínez</i>	115
EFFECTO DEL CONTENIDO DE CAUCHO SOBRE LA FRACTURA DEL HIPS. <i>A. Gordillo, M. LL. MasPOCH y A.B. Martínez</i>	121
ESTUDIO DE LA FRACTURA EN TERMOPLASTICOS COMERCIALES, UTILIZANDO LA ESPECTROFOTOMETRIA F.T.-i.r.; APLICACION AL HDPE. <i>P.Pagés y A. Andrés</i>	127

## **MATERIALES METALICOS**

TENACIDAD A LA FRACTURA DE UN ACERO RAPIDO DE HERRAMIENTAS Px30S SINTERIZADO EN GAS Y EN VACIO.

*I. Urrutibeaskoa, V.P. Martinez y J.J. Urcola* 133

RESISTENCIA A LA FRACTURA EN FLEXION DE UN ACERO DE HERRAMIENTAS Px30S SINTERIZADO EN GAS Y EN VACIO.

*I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, V. Martinez y J.J. Urcola* 139

EFFECTO DEL TRATAMIENTO TERMICO SOBRE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE UNA FUNDICION ESFEROIDAL BAINITICA (ADI).

*A.M. Irisarri, J. Arriaran y J.R. Guridi* 145

THE INTERGRANULAR FRACTURE OF LOW ALLOYED FERRITIC STEELS.

*E. Kantidis, B. Marini y P. Soulat* 150

LOIS DE FISSURATION DES ACIERS MARTENSITIQUES A 9-12% DE CHROME.

*A. Vanderschaeghe y J. Lecoq* 154

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO TERMICO SOBRE LA NUCLEACION Y PROPAGACION DE GRIETAS POR DEFORMACION CICLICA EN LA ALEACION Ti-6Al-4V.

*F.J. Gil, M. Marsal y J.A. Planell* 159

ENFOQUE MICROMECHANISTICO A LA ESTIMACION DE VIDA EN CONDICIONES DE FATIGA-FLUENCIA. APLICACION A LA PREDICCIÓN DE VIDA DE UN ACERO INOXIDABLE AISI 316L.

*J.M. Rodríguez Ibabe, A. Martín Meizoso, M. Fuentes Pérez* 165

A FATIGUE CRACK PROPAGATION STUDY IN A515 STEEL.

*C.M. Branco y J.M. Ferreira* 171

CRACK INITIATION AND GROWTH UNDER CREEP AND CREEP-FATIGUE LOADINGS OF 1Cr-1Mo-0,25V STEEL.

*R. Piques, E. Molinie y A. Pineau* 176

APLICACION DE METODOS DE MECANICA DE ROTURA ADHESIVA AL ENSAYO DE UNIONES SOLDADAS POR DIFUSION.

*J.C. Suárez, E. Carrillo y F. Molleda* 183

DYNAMIC FRACTURE ENERGY MEASUREMENTS IN HYDROGENATED AUSTENITIC STAINLESS STEELS AT 300°C.

*M. Habashi* 189

PAUTAS DEL COMPORTAMIENTO DE ACEROS DE BAJA ALEACION EN CORROSION BAJO TENSION.

*M.V. Biezma, F. Gutiérrez-Solana, J.J. González y J.M. Varona* 193

RUPTURE SOUS GRANDE VITESSE DE CHARGEMENT.

*Y. Remilleux* 199

AMORÇAGE ET PROPAGATION DE FISSURES SOUS GRANDES VITESSES DE CHARGEMENT. <i>P. Roudier</i>	206
INFLUENCIA DE LA TENSIÓN HIDROSTÁTICA EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE MUESTRAS ENTALLADAS <i>J. Toribio y M. Elices</i>	214
ESTUDIO COMPARATIVO DE METODOS ELASTO-PLASTICOS DE CALCULO DE ESTRUCTURAS AGRIETADAS. <i>I. Gorrochategui, F. Gutiérrez-Solana y J.M. Varona</i>	220
EFFECT OF SUSTAINED LOAD AND LOW LOADING RATE ON THE TEARING RESISTANCE OF A PRESSURE VESSEL STEEL. <i>P. Soulat</i>	226
PROPAGACION DE GRIETAS POR FATIGA EN LA SOLDADURA Y EN LA ZONA AFECTADA POR EL CALOR EN UN ACERO A 515 G 70 A TEMPERATURA AMBIENTE Y A 180°C. <i>M.A. Linaza, J.M. Rodríguez Ibabe y M. Fuentes</i>	230
TENACIDAD DE ACEROS INOXIDABLES "DUPLEX" CF8M CON CONTENIDO EN FERRITA VARIABLE. <i>L. Sánchez, F. Gutiérrez-Solana, A. Valiente y I. Gorrochategui</i>	236
RELACION ENTRE MECANICA DE LA FRACTURA Y CORROSION BAJO TENSION DE UN ACERO DUPLEX 2205 DESDE EL PUNTO DE VISTA FRACTOGRAFICO. <i>E. Erauzkin y A. M. Irisarri</i>	242
FRACTURA DEL ACERO INOXIDABLE AUSTENO-FERRITICO AISI 329 ENVEJECIDO A 475 °C. <i>L. Iturgoyen, J. Alcalá y M. Anglada</i>	246
DUCTILE FRACTURE OF EMBRITTLED STAINLESS STEEL UNDER MODE I+II LOADING. <i>K.L. Jeon, B. Marini y D. François</i>	252
FISSURATION DES ALLIAGES OBTENUS PAR METALLURGIE DES POUDRES. <i>P. Prigent y S. Kruch</i>	257
CONSTRUCTION D'ABAQUES PERMETTANT DE DETERMINER RAPIDEMENT LES PARAMETRES DU MODELE DE BEREMIN POUR LA RUPTURE PAR CLIVAGE. <i>C. Rerolle y M. Di Fant</i>	262

**TECNICAS EXPERIMENTALES**

APLICACION DEL ENSAYO DE IMPACTO INSTRUMENTADO AL ESTUDIO DE LA FRACTURA DE LOS ACEROS MICROALEADOS PARA FORJA.

*J.M. Prado y A. Herrero* 266

DETERMINATION DU FACTEUR D'INTENSITE DE CONTRAINTE A L'ARRET DE FISSURE DE PIECES FORGEES EN ACIER 16MND5 A PARTIR DE LA PROCEDURE ASTM. COMPARAISON AVEC LES VALEURS ISSUES D'ESSAIS DE CHOC THERMIQUE OU PREVUES PAR LE CODE RCC-M.

*J.M. Frund y M. Bethmont* 273

EMISION ACUSTICA EN CORROSION BAJO TENSION.

*E. Santos y R. López* 279



## **METODOS NUMERICOS**

- EVALUACION DE LA FLEXIBILIDAD DEBIDA A UNA CARGA CASI-PUNTUAL.**  
*J. Planas, G.V. Guinea y M. Elices* 285
- MODELIZACION NUMERICA DE LA FRACTURA POR IMPACTO EN UN BLINDAJE DE CERAMICA.**  
*C. Navarro, R. Cortés, M.A. Martínez, J. Rodríguez y V. Sánchez-Gálvez* 289
- FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSIONES EN PROBETAS DCB.**  
*A. Valiente y J.M. Varona* 295
- FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSION EN TERMOELASTICIDAD ANISOTROPA.**  
*J.M. Martínez-Esnaola y J. Pargada* 301
- SOME RESULTS ON THE USE OF P-SINGULAR FINITE ELEMENTS.**  
*J. Herranz, L. Gavete, J. Alonso y F. de las Heras* 307
- A NEW APPROACH TO THE TREATMENT OF SINGULARITIES WITH APPLICATION TO 3D CRACK PROBLEMS.**  
*J. Alonso, L. Gavete, J. Herranz y J.C. Bellido* 313

## **APLICACIONES**

**TOLERANCIA AL DAÑO EN TENDONES DE ACERO DE ALTA RESISTENCIA.**

*A. Valiente y M. Elices*

318

**FENOMENOS DE ROTURA DEL RECUBRIMIENTO DURANTE EL CONFORMADO DE CHAPAS GALVANIZADAS**

*D. Laverde, J. Fernández, E. Villanueva, J.I. Larburu y J. Gil Sevillano*

324

**INVESTIGACION DE LA ROTURA DE PIEZAS DE ZAMAK-5 PARA LA INDUSTRIA DEL AUTOMOVIL**

*E.J. Herrera, L. Soria y J.M. Gallardo*

331

**DAMAGE TOLERANCE ANALYSIS IN CRITICAL ENGINE COMPONENTS.**

*C.M. Branco*

337

**INFLUENCIA DEL SHOT PEENING SOBRE LA RESISTENCIA EN FATIGA Y CORROSION BAJO TENSION.**

*J. Y. Thieuleux*

342

**TESTSTAR - THE MATERIALS TESTING WORKSTATION. A NEW VERSATILE, HIGH PERFORMANCE, MULTIPROCESSING CONTROLLER FOR SERVOHYDRAULIC SYSTEMS**

*F.W. Neikes y G.C. Smith*

348

**ANEXO**

**"Failure of Concrete: Fracture Mechanics Approach" (Conferencia invitada)** 352  
*S.P. Shah*

**"Fracture and Fatigue Research in France" (Conferencia invitada)** 376  
*D. François*

**FRACTURE MECHANICS ANALYSIS OF ADHESIVE LAP JOINTS.** 377  
*G.K. Hu, F. Schmit, D. François y D. Baptiste*

**AN INDIRECT ESTIMATION OF THE DUCTILITY OF ZIRCONIUM HYDRIDE.** 387  
*J.B. Bai, C. Prioul y D. François*

## EDITORIAL

Este volumen 9 de ANALES DE MECANICA DE LA FRACTURA contiene los trabajos presentados con ocasión del primer Encuentro Hispano-Francés sobre Mecánica de la Fractura y noveno del Grupo Español, junto a las conferencias invitadas de conocidos investigadores extranjeros que en él han participado: F. Guiu (Queen Mary) D. François (U. Paris-Nord), S. Suresh (Brown U.), S. Shah (Northwestern U) y W. Bonfield (Queen Mary).

USA

USA

U.K.

A lo largo de nuestros encuentros precedentes hemos podido ir constatando un indudable crecimiento cualitativo y cuantitativo de la actividad investigadora española en este área. Creemos que con esta nueva conferencia la tendencia se confirma y la entusiasta respuesta de nuestros colegas franceses para celebrar esta reunión conjunta nos indica que gozamos ya de un cierto prestigio internacional.

Los editores desean hacer constar su agradecimiento a todos los autores y, en particular, al equipo de la Escuela de Ingenieros Industriales de Barcelona, sin cuyo esfuerzo y cooperación no hubiera sido posible la publicación de este volumen.

Aiguablava, abril 1992.

Manuel Elices Calafat  
Manuel Fuentes Pérez

Marcos Anglada Gomila

## EDITORIAL

Ce volume 9 d'Annales de Mécanique de la Rupture contient les travaux présentés à l'occasion de la première réunion Franco-Espagnole de Mécanique de la Rupture et la neuvième réunion du Groupe Espagnol. Figurent également dans ce volume les articles relatifs aux conférences invitées données par de célèbres chercheurs étrangers tels que F. Guiu (Queen Mary), D. François (U. Paris-Nord), S. Suresh (Brown U.), S. Shah (Northwestern U.) et W. Bonfield (Queen Mary).

Au cours des réunions précédents, nous avons pu constater un indéniable accroissement des activités de recherche espagnoles dans ce domaine, aussi bien au niveau quantitatif que qualitatif. Nous pensons que cette nouvelle conférence confirmera cette tendance. Les réponses enthousiastes de nos collègues français pour participer à cette réunion, indiquent que nous jouissons d'ores et déjà d'un certain prestige international.

Les éditeurs tiennent à exprimer leur gratitude à tous les auteurs et en particulier aux membres de l'Ecole d'Ingénieurs Industriels de Barcelona, dont les efforts et la coopération ont été indispensables à la publication de ce volume.

Aiguablava, avril 1992

Manuel Elices Calafat  
Manuel Fuentes Pérez

Marcos Anglada Gomila

## HIGH-TEMPERATURE CRACK GROWTH IN CERAMIC MATERIALS SUBJECTED TO STATIC AND CYCLIC LOADS

S. Suresh

Division of Engineering, Brown University  
Providence, Rhode Island 02912, USA

**Abstract.** This paper provides an overview of some recent work on high temperature crack growth in ceramics and ceramic composites subjected to static and cyclic loads. First, general descriptions of mechanical fatigue effects in brittle solids are presented. Then, possible causes for mechanical fatigue effects in alumina-based ceramics and composites in the high temperature environment are discussed in terms of both crack-tip damage processes and crack wake effects. It is seen that crack growth rates under cyclic loads cannot, in general, be predicted solely on the basis of the known creep crack growth rates under static loads. Particular attention is focused on the effects on crack growth rates of the presence of intergranular and interfacial glass films, which either remain from the processing stage or are formed as a result of phase transformations in the high temperature environment.

### 1. INTRODUCTION

The susceptibility of advanced ceramic materials to subcritical crack growth under static/quasi-static and cyclic loading conditions has been the topic of considerable research in the recent past. Studies in this area have revealed the possibility of enhancing the damage tolerance of ceramic materials by recourse to a variety of toughening mechanisms (e.g., [1-4]). In addition, it has become evident that ceramic materials can also be prone to failure by true mechanical fatigue effects (e.g., [5-10]), and that mechanisms which enhance the apparent fracture resistance under quasi-static loading conditions can, in fact, be detrimental to fracture behavior under cyclic loading conditions (e.g., [11]). It is also found that in general, the cyclic crack growth behavior of ceramic materials cannot be determined solely on the basis of information obtained on quasi-static fracture.

The significant majority of available results pertain to the fracture resistance of ceramic materials at room temperature and there is a critical need to understand the high temperature crack growth characteristics of ceramic materials under testing conditions that are representative of potential service environments. This paper presents an overview of recent work [12-15] on the high temperature fatigue crack growth characteristics of polycrystalline alumina and alumina reinforced with SiC whiskers. The discussion is necessarily brief because of space restrictions.

### 2. MATERIALS AND EXPERIMENTS

The materials discussed here are (i) a 90% pure polycrystalline aluminum oxide which is commercially available as Grade AD 90 from Coors Ceramics Co.,

Golden, Colorado, USA, and (ii) an alumina ceramic reinforced with 33 vol.% SiC whiskers which is commercially available as Grade WG 300 from Greenleaf Corporation, Saegertown, PA, USA). In the monolithic alumina, the main impurities present as amorphous grain boundary films are composed of silica, magnesia, and calcia with trace amounts of iron oxide, sodium oxide and potassium oxide. The range of grain sizes found in the alumina is 2–10  $\mu\text{m}$  with an average grain size value of 4  $\mu\text{m}$ . The tensile and compressive strength values at room temperature are 221 and 2482 MPa, respectively, and the corresponding values at 1000°C are 103 and 517 MPa, respectively. In the ceramic composite, the SiC whiskers have diameters largely between 0.1 and 1  $\mu\text{m}$ , and aspect ratios of 10–100; the grain size of the matrix  $\alpha$ -alumina is 1–5  $\mu\text{m}$ . The interface between the matrix and the reinforcement is mechanically bonded with only small amounts of pre-existing glass phase present at the interface as a result of processing. Full details of the microstructure for both materials can be found in [4,12–15].

Crack growth experiments in the high temperature environments were conducted using single-edge-notched and fatigue-precracked four-point bend specimens of approximately 50 mm length, 10 mm width and 5 or 9 mm thickness. Tensile crack growth was induced in the bend specimens in the high temperature air environment under either static loads or cyclic loads (sinusoidal waveform, frequency,  $\nu_c = 0.13$  and 2 Hz, and load ratio,  $R = 0.15$ ). A fixed temperature of 1050°C was used for the alumina specimens, while experiments were conducted at 1300, 1400, and 1500°C for the ceramic composite. (Results for only the 1400°C tests are discussed here for the ceramic composite.) The damage at the tip of the static and cyclic fatigue cracks in the ceramics was studied in detail using transmission electron microscopy. Full details of fatigue precracking, crack growth determination, testing procedures and crack-tip microscopy for the high temperature creep fracture and creep-fatigue tests can be found elsewhere [4,12–15].

### 3. MECHANICAL FATIGUE EFFECTS

Recent work [11,13] on fatigue crack growth in brittle solids has demonstrated the existence of mechanical fatigue effects (attributable to load fluctuations) whereby crack propagation mechanisms and/or crack growth rates under cyclic loads are significantly altered as compared to those under static loads. Available information on the static and cyclic fatigue of ceramic materials clearly shows the possibility of fatigue behavior which conform to one of the following categories:

1. *Mechanical fatigue in which the macroscopic mode of fracture under cyclic loads is distinctly different from that seen under static loads at both room and elevated temperatures.* This type of fatigue occurs

under uniaxial cyclic compressive loads which are imposed on notched plates or cylindrical rods of ceramic materials [8,10,11,14,16].

2. *Differences between the micromechanisms of crack tip deformation subjected to static and cyclic loads.* Such differences are commonly observed during the high temperature fracture of both monolithic ceramics and ceramic composites [12,14].
3. *Micromechanical cyclic fatigue effects induced by the kinematic irreversibility of microscopic deformation, analogous to slip irreversibility in fatigued metals.* This effect can arise from crack-tip deformation processes (such as microcracking, martensitic phase transformation, creep cavitation, viscous deformation of glassy films, or frictional sliding along interfaces) which promote differences in the fracture resistance seen under static and cyclic loads [8–12].
4. *Micromechanical fatigue effect induced by crack-wake contact.* This effect can be promoted by such factors as grain-bridging or fiber-bridging of crack faces, roughness-induced crack closure and the associated locking of crack-face asperities, pumping of the amorphous films within the crack walls by repeated cyclic loading, or bridging of the crack faces by debris particles created by repeated contact [11–15,17].

The results and discussions presented in this paper illustrate the existence of mechanical fatigue effects on the basis of the last three phenomena listed above.

### 4. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 1 shows the fatigue crack growth rates,  $da/dN$ , as a function of the nominal value of stress intensity factor range,  $\Delta K$ , for the alumina ceramic subjected to cyclic loads in 1050°C air. For the particular set of results shown in Fig. 1, the stress intensity factor range provides a reproducible characterization of crack growth response because of the small inelastic (creep) zone at the tip of the crack. In the mid-range of crack growth, a Paris-type relationship is seen where  $da/dN = C(\Delta K)^m$ , where  $C$  is a material constant and  $m$  is the Paris exponent. The values of  $C$  are  $2.8 \times 10^{-10}$  and  $6.3 \times 10^{-11}$  m/cycle·(MPa) $^{-m}$ , respectively, for  $\nu_c = 0.13$  and 2 Hz, (when  $\Delta K$  is in units of MPa $\sqrt{\text{m}}$ ).  $m$  is approximately 10 and 8, respectively, for the two cases. At any given  $\Delta K$  value, a frequency of 2 Hz causes a significantly slower crack growth rate compared to 0.13 Hz, with this difference being up to two orders of magnitude at certain  $\Delta K$  values.

The results of Fig. 1 are re-plotted in Fig. 2 which shows the variation of fatigue crack growth rates  $da/dt$  ( $= da/dN \times \nu_c$ ) with the maximum stress intensity factor range of the fatigue cycle,  $K_{\text{max}}$  ( $= \Delta K/(1 - R)$ ). Fig. 2 also includes the crack velocity  $da/dt$  for

sustained load fracture (static fatigue) plotted against the static stress intensity factor  $K_I$ . It is seen that at the same value of  $K_I$  and  $K_{max}$ , the static crack growth rates are significantly higher than the cyclic crack growth rates, with the difference in growth rates for the two cases increasing with decreasing  $K$  and increasing frequency. Also indicated in Fig. 2 (by dashed line) are the predictions of cyclic crack velocities solely on the basis of static crack growth data by integrating the static crack growth rates over the time period of the fatigue cycle (which assumes that the mechanisms of static and cyclic crack growth rates are identical). A comparison of the predicted crack velocities with experimental data for cyclic fatigue clearly reveals significant differences. It can thus be seen that there is no unique correlation between static and cyclic crack growth behavior for ceramics in the high temperature environment. This inference is in contrast to some earlier conclusions [18,19] based on limited data where it was suggested that high temperature fatigue crack growth rates for ceramics could be predicted solely on the basis of static fracture data because any apparent cyclic fatigue was merely a manifestation of creep crack growth or stress corrosion cracking.

For both static and cyclic loading of the alumina ceramic, fracture occurs predominantly by intergranular separation. However, there are significant mechanistic differences between the two cases which promote apparent differences in the crack velocities seen in Fig. 2 [15]. (i) The 90% pure alumina contains amorphous films along facets which undergo viscous deformation in the high temperature environment. Fig. 3(a) shows the presence of viscous films bridging the faces of the crack in the ceramic. Fig. 3(b) shows a grain facet covered with molten glass phase [15]. Since the glass film is strain-rate sensitive, cyclic loading causes a different deformation response than static loading. Furthermore, the deformation of viscous glass phase is expected to be affected by the frequency of cyclic loading. (ii) The propensity for intergranular fracture causes microscopically tortuous crack paths during both static and cyclic fracture, Fig. 3(c). However, the nature of frictional sliding and contact between the mating asperities of the crack faces subjected to repeated cyclic loading is different from that for static loading. In the former case, repeated loading and unloading, in conjunction with rubbing along crack faces, leads to the formation of debris particles of alumina on the fracture surfaces, Fig. 3(c). Cyclic loading also exerts a pumping action on the viscous glass films present on the crack faces.

These mechanistic differences for fatigue failure responses between static and cyclic loads cause marked variations in the crack propagation rates, as seen in Fig. 2. The principal cause of subcritical crack growth seen in the alumina ceramic has been identified to be the presence of amorphous glassy phases left from the processing of the ceramic [15]. The viscous creep of the glass phase in the high temperature environment

imparts a propensity for inelastic deformation, which is reflected in the extent of subcritical crack growth seen in Figs. 1 and 2. If the extent of glass formation is significantly reduced, as for example in the case of the AD 999 alumina (99.9% pure), the propensity for subcritical crack growth is also drastically diminished. Both static and cyclic fracture tests conducted on the AD 999 alumina reveal a high threshold for the onset of fracture, which occurs catastrophically as  $K_I$  or  $K_{max}$  approaches the fracture toughness,  $K_{Ic}$ . This is in contrast to the behavior seen in the 90% pure alumina where subcritical crack growth commences at  $K_I$  or  $K_{max}$  values that are as low as  $0.25K_{Ic}$ .

The glass phase in the monolithic alumina ceramic was formed during the processing of the ceramic material. While such pre-existing glass films are now known to play a significant role in influencing the fracture behavior of ceramics, it has also become evident that, even in initially glass-free brittle solids, significant levels of the glass phase could be formed as a result of *in situ* phase transformations during the high temperature test [11-14]. A demonstration of this effect is provided here with the aid of data obtained for alumina reinforced with 33 vol.% SiC whiskers.

When the SiC whiskers in the  $Al_2O_3$ -SiC composite are exposed to oxygen at temperatures typically in excess of  $1250^\circ C$ , they form a  $SiO_2$  glass phase initially along the interface with the matrix alumina [11-12]. (Depending on the temperature, environment, loading and microstructures of the constituents of the composite, the SiC whisker and the silica glass can also react with matrix to form alumino-silicate glasses, mullites. For the particular set of experiments reported here, the primary reaction product is silica glass [4,20-22].) In an unnotched, uncracked block of the ceramic composite, such oxidation will be confined to the near-surface regions of the material. However, in plates of the ceramic composite containing through-thickness notches or cracks, phase transformation leading to the formation of glass will occur through the thickness of the material. As the glass phase becomes viscous in the high temperature environment, stress-assisted viscous flow of the glass in the near-tip regions promotes extensive cavitation along the interfaces and grain boundaries. The growth and coalescence of such cavities leads to the formation of a zone of microcracks around the main crack tip. The development of interfacial cavities is evident in the crack tip transmission electron micrograph of the ceramic composite (Fig. 4) subjected to tension fatigue in  $1400^\circ C$  air [12]. Figure 5 shows an example of the creation of a zone of microcracks ahead of a main crack tip in the  $Al_2O_3$ -33 vol.% SiC composite subjected to tensile loading in  $1500^\circ C$  air [4]. Note the presence of *open* microcracks in this micrograph taken in the fully unloaded condition which is indicative of the permanent strains developed in the crack-tip region. The *permanent* changes in the elastic properties of the material in the crack-tip region due to microcracking, along with microcrack-main crack inter-



actions, create cyclic damage zones to develop during fatigue loading [11]. These zones, analogous to cyclic plastic zones in metal fatigue, have a pronounced effect on such phenomena as crack growth retardation in variable amplitude fatigue and nucleation of fatigue cracks from notches under cyclic compression loading.

Detailed transmission electron microscopy analyses of crack tip damage have shown that there are some intrinsic differences in the very mechanisms of deformation at the crack tip seen under static and cyclic loads [4,12,14]. Figure 6(a) is a transmission electron micrograph of damage seen in the near-tip region in a specimen subjected to static fracture in 1400°C air at  $K_I \approx 3.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . This figure reveals that under sustained loads, a significant fraction of the SiC whisker can be converted to glassy regions (white areas in the figure, such as the one indicated by the arrow in the center of the figure). Such bulk oxidation, however, is not seen when the tensile stress fluctuates. Figure 6(b) is a micrograph of the near-tip region from a fatigue test (2 Hz frequency and  $R = 0.15$ ) in the same high temperature environment (at  $K_{\text{max}} \approx K_I$  in the static case). Cyclic loading causes the breakage of whiskers in the crack-tip region. Note the meniscus (denoted by the arrow) of the molten glass phase flowing through the broken whisker and interfacial cavitation in Fig. 6(b) [12].

Figure 7 shows the crack velocity  $da/dt$  for the ceramic composite as a function of  $K_I$  for static loading and  $K_{\text{max}}$  for cyclic loading from crack growth tests conducted in 1400°C air. The trends seen in this figure are essentially the same as those found in Fig. 2 for the case of monolithic alumina. Furthermore, similar to the case of monolithic alumina, predictions of cyclic fracture behavior solely on the basis of static fracture data do not match experimental observations. These results imply that the effects of *in situ* glass formation on high temperature crack growth under static and cyclic loads are similar to those of *pre-existing* glass films in ceramic materials. Experiments conducted at different temperatures and loading conditions show that the amount of glass formation increases with an increase in temperature, stress intensity factor and time at peak load (for trapezoidal or square waveforms) or with a decrease in the loading rate (cyclic frequency) [23].

While the present discussion has focused exclusively on crack growth at high temperature, the results reported here are also consistent with those found by other researchers. Recent studies on stress-life fatigue response in polycrystalline alumina with glass phase suggest that cyclic loading with a short duration of maximum stress in 1200°C air provides a longer failure life than static loading with the same maximum stress [24]. Furthermore, increasing the hold time at the peak stress or decreasing the frequency causes the fatigue lifetime to approach the lifetime for static loading. Such a trend would be expected in light of the

data presented in this paper. Cyclic loading has also been found to provide a more beneficial lifetime than static loading in the high temperature tests conducted on  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [25].

## 5. CONCLUDING REMARKS

This brief overview has highlighted several different mechanistic processes by which subcritical crack growth could be induced in ceramic materials at high temperatures under static and cyclic loads. It has been shown that differences in both crack tip damage evolution and crack wake contact play a significant role in causing apparent differences between crack velocities under static and cyclic loads. The presence of a glass phase along interfaces, either formed *in situ* in the high temperature environment or left from processing, is shown to be an important factor in determining the extent of subcritical crack growth under both static and cyclic loads. While the discussion here pertains mainly to alumina and alumina-based composites, similar effects of glass phase are expected to occur in other ceramic systems. It should be pointed out that only a limited amount of experimental results is available in the literature on high temperature crack growth in ceramic materials under conditions that are representative of potential in-service environments. Additional experimental is needed to clearly identify the applicability and limitations of different fracture parameters for characterizing creep fracture and creep-fatigue fracture in ceramics. Further detailed work involving different matrices and reinforcements, test frequencies, waveforms, specimen geometries and environments is also needed before the high temperature fracture mechanisms in ceramics can be fully understood.

## 6. ACKNOWLEDGEMENTS

This work has been supported by U.S. Department of Energy under Grant DE-FG02-84ER-45167 to Brown University. The author is grateful to former members of his research group, especially Drs. L.X. Han and L. Ewart, whose results are reviewed in this paper.

## 7. REFERENCES

- [1] Papers contained in the Special Issue on Transformation Toughening of Ceramics, Journal of the American Ceramic Society, **69**, No. 3 (1986).
- [2] Evans, A.G. and Fu, Y., "Some effects of microcracks on the mechanical properties of brittle solids-II microcrack toughening", Acta Metall. **33**, 1525-1531, 1986.
- [3] Ortiz, M., "A continuum theory of crack shielding in ceramics", J. App. Mech. **54**, 54-58 (1987).

- [4] Han, L.X., Warren, R. and Suresh, S., "An Experimental Study of Toughening and Degradation due to Microcracking in a Ceramic Composite", *Acta Metall.* **40**, 259-274, 1992.
- [5] Williams, L.S., "Stress endurance of sintered alumina", *Trans. British Ceram. Soc.* **55**, 287-312 (1956).
- [6] Ewart, L. and Suresh, S., "Dynamic fatigue crack growth in polycrystalline alumina with cyclic compressive loads", *J. Mater. Sci. Lett.* **5**, 774-778 (1986).
- [7] Ewart, L. and Suresh, S., "Crack propagation in ceramics under cyclic loads", *J. Mater. Sci.* **22**, 1173-1192 (1987).
- [8] Reece, M.J., Guiu, F. and Sammur, M.F., "Cyclic fatigue crack propagation in alumina under direct tension-compression loading", *J. Amer. Ceram. Soc.* **72**, 348-352 (1989).
- [9] Dauskardt, R., Marshall, D.B. and Ritchie, R.O., "Cyclic fatigue crack propagation in magnesia partially stabilized zirconia", *J. Amer. Ceram. Soc.*, **73**, 893-903 (1990).
- [10] Suresh, S. and Brockenbrough, J.R., "Theory and experiments of fracture in cyclic compression: single phase ceramics, transforming ceramics and ceramic composites", *Acta Metall.* **36**, 1455-1470 (1988).
- [11] Suresh, S. "Fatigue of Materials", Cambridge University Press, 1991, Cambridge.
- [12] Han, L.X. and Suresh, S., "High temperature crack growth in an alumina-silicon carbide whisker composite: Mechanisms of fatigue crack tip damage", *J. Amer. Ceram. Soc.* **72**, 1233-1238 (1989).
- [13] Suresh, S., "Mechanics and micromechanisms of fatigue crack growth in brittle solids", *Int. J. Fract.* **42**, 41-56 (1990).
- [14] Suresh, S., "Fatigue crack growth in brittle materials", *J. Hard Mater.* **2**, 29-54 (1991).
- [15] Ewart, L. and Suresh, S., "Elevated temperature crack growth in polycrystalline alumina with static and cyclic loads", *J. Mater. Sci.*, in press.
- [16] Mech, D.G., "Fracture and fatigue of beta alumina", M.Sc. Thesis, 1989, Johannesburg: University of Witwatersrand.
- [17] Kawakubo, T. and Komeya, K., "Static and cyclic fatigue behavior of a sintered silicon nitride at room temperature", *J. Amer. Ceram. Soc.* **70**, 400-405 (1987).
- [18] Evans, A.G., "Fatigue in ceramics", *Int. J. Fract.* **16**, 485-498 (1980).
- [19] Evans, A.G. and Fuller, E.R., "Crack propagation in ceramic materials under cyclic loading conditions", *Metall. Trans.* **5A**, 27-33 (1974).
- [20] Clarke, D.R., "High temperature deformation of a polycrystalline alumina containing an intergranular glass phase", *J. Mater. Sci.* **20**, 1321-1332 (1985).
- [21] Porter, J.R. "Dispersion processing of creep resistant whisker reinforced ceramic matrix composites", *Mater. Sci. Eng.* **A107**, 127-132 (1989).
- [22] Jakus, K., Wiederhorn, S.M. and Hockey, B., "Nucleation and growth of cracks in vitreous bonded aluminum oxide at elevated temperatures", *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**, 725-731 (1986).
- [23] Suresh, S., unpublished research, Brown University, Providence (1992).
- [24] Lin, C-K.J. and Socie, D.F., "Static and cyclic fatigue of alumina at high temperatures", *J. Amer. Ceram. Soc.* **74**, 1511-1518 (1991).
- [25] Fett, T., Himsolt, G. and Munz, D., "Cyclic fatigue of hot pressed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> at high temperatures", *Adv. Ceram. Mater.* **1**, 179-184 (1986).

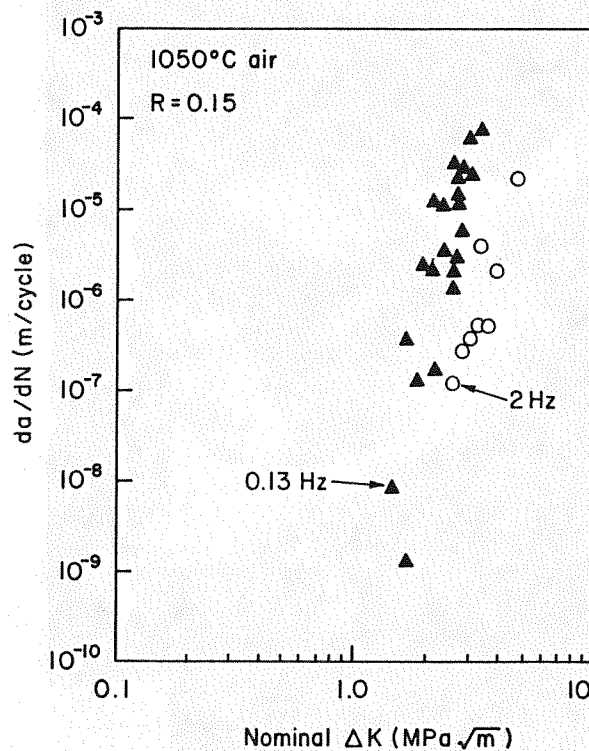


Fig. 1. Fatigue crack growth rates  $da/dN$  plotted against the nominal stress intensity factor range  $\Delta K$  for AD 90 alumina in 1050°C air [15].

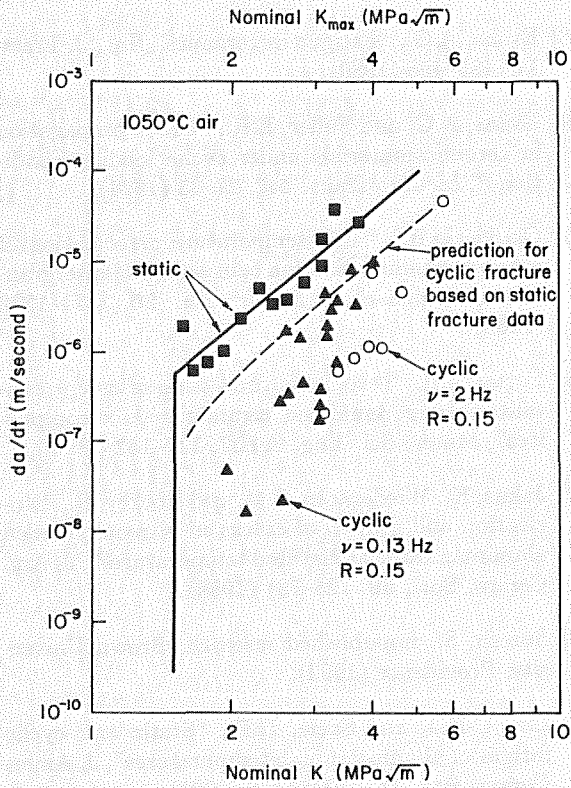


Fig. 2. A comparison of the static and cyclic crack velocities for AD 90 alumina in 1050°C air [15]. See text for details.

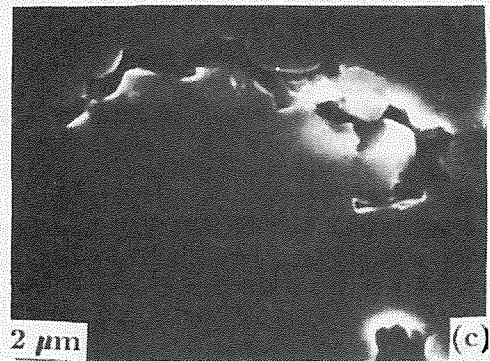
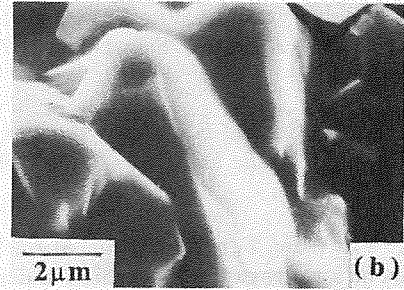
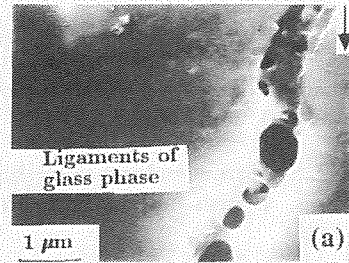


Fig. 3. Micromechanisms of high temperature crack growth in AD 90 alumina in 1050° air [15]. (a) Viscous glass films bridging the grain facets. (b) Grain facet covered with molten glass film. (c) Roughness induced crack closure and debris within the crack.

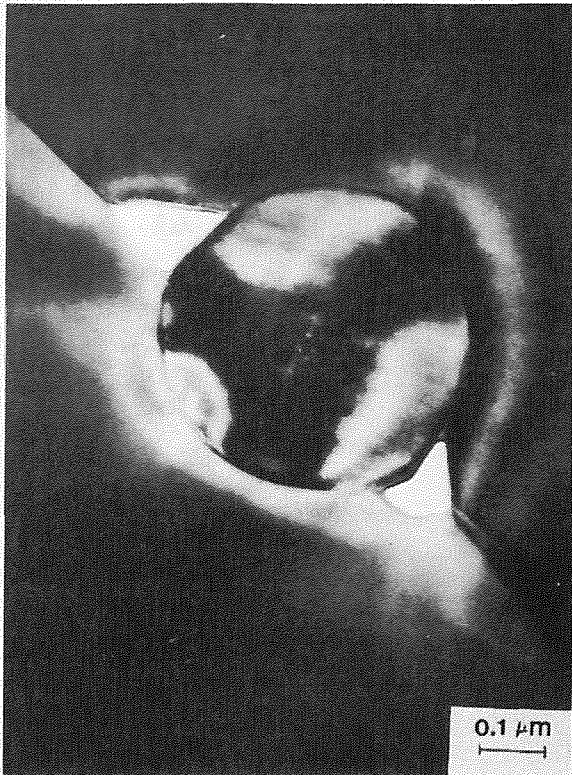


Fig. 4. Interfacial cavitation in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33 vol.% SiC composite in 1400°C air [12].

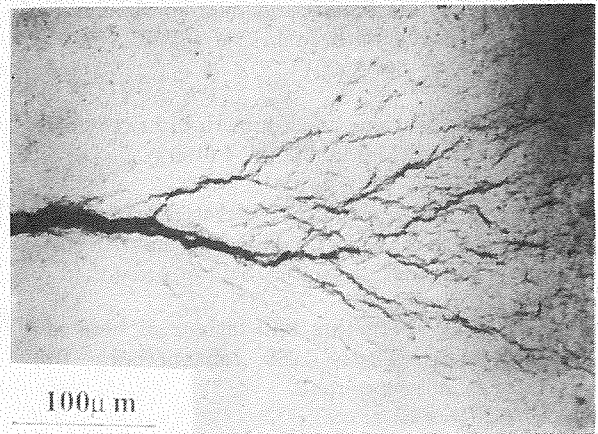


Fig. 5. A zone of microcracks created at the tip of a tensile crack in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-33 vol.% SiC composite in 1500°C air [[12].



## APLICACION DE LA INDENTACION AL ESTUDIO DE LA PROPAGACION DE GRIETAS EN MEDIOS AGRESIVOS

R. Torrecillas  
Instituto Tecnológico de Materiales  
Parque Tecnológico de Asturias 33428 Llanera España

K. M. Liang y G. Fantozzi  
GEMPPM INSA de Lyon 69621 Villeurbanne cedex Francia

### Resumen.

Existen varios métodos de medida de  $K_{ISCC}$ , en los metales, en condiciones corrosivas (SENB, DT y DCB). Pero estos métodos son difícilmente aplicables al caso de cerámicas debido a la complejidad de las probetas utilizadas, así como a las severas condiciones de utilización (medio-temperatura) a las que se suelen someter los materiales cerámicos.

En los últimos años se han realizado numerosos estudios sobre la técnica de indentación como método de evaluación del factor crítico de intensidad de tensiones en materiales frágiles. En este trabajo proponemos la utilización de esta técnica para determinar  $K_{ISCC}$  en los materiales cerámicos.

**Abstract.** Generally, some methods (e.g. DT, DCB and SENB) are used to measure  $K_{ISCC}$  for metallic materials in corrosive conditions. These methods are, however, difficult to be used for ceramics. Recently, indentation techniques are considered as a simple method to measure the critical stress intensity factor ( $K_{IC}$ ) for brittle materials. We report herein the application of indentation techniques for determining the  $K_{ISCC}$  of ceramics.

### 1. INTRODUCCION

Se ha observado una disminución de la resistencia a la fractura en las cerámicas que trabajan en ambientes corrosivos bajo tensión. Este fenómeno, que se denomina generalmente SCC (Stress Corrosion Cracking), fatiga estática o fractura retardada, se debe a la propagación de grietas preexistentes en el material. Las grietas pequeñas crecen hasta convertirse en críticas provocando la fractura catastrófica. Por lo tanto, resulta primordial el estudio de la resistencia a la propagación de grietas bajo tensión y bajo la acción de ambientes agresivos, y en particular la búsqueda de un método simple que nos permita determinar, en el ambiente real de aplicación de la cerámica, el umbral del factor de intensidad de tensiones que determine a su vez una región de seguridad ( $K_{ISCC}$ ).

Existen varios métodos de medida de  $K_{ISCC}$ , en los metales, en condiciones corrosivas (SENB, DT y DCB). Pero estos métodos son difícilmente aplicables al caso de cerámicas debido a la complejidad de las probetas utilizadas, así como a las severas condiciones de utilización (medio-temperatura) a las que se suelen someter los materiales cerámicos.

Un caso particular de difícil aplicación de estos métodos es el caso de los biomateriales. Las condiciones mecánicas pueden simularse fácilmente pero el ambiente químico corrosivo del cuerpo humano es difícilmente imitable en un laboratorio debido a su complejidad.

Esto ha llevado a que el mejor método de ensayo hasta el momento sea la observación a posteriori de las piezas que han estado en servicio, y por un estudio microestructural obtener una idea del mejor o peor comportamiento del material.

Sin embargo este método no permite cuantificar el deterioro sino que sólo nos da una idea cualitativa del proceso de propagación por corrosión.

En los últimos años se han realizado numerosos estudios sobre la técnica de indentación como método de evaluación del factor crítico de intensidad de tensiones en materiales frágiles. En este trabajo proponemos la utilización de esta técnica para determinar  $K_{ISCC}$  en los materiales cerámicos.

2. BASES TEORICAS

La mecánica de fractura aplicada a la indentación [1-19] proporciona una base teórica para analizar problemas complejos de deformación y fractura producidos por contacto en las cerámicas. Varios autores [7,8,10] han analizado el campo de tensiones introducido por indentación. Lawn et al. [7] han establecido un modelo en el que el complejo campo elasto-plástico bajo el indenter se reduce a las componentes elásticas y residuales. Anstis et al. [8] han analizado la contribución de las distintas componentes a la formación de las grietas radiales. En la superficie de la indentación la componente elástica es una compresión y la residual es una tensión. La componente elástica es reversible pero la residual es irreversible.

Cuando se produce la descarga del indenter (Figura 1) el campo elástico desaparece, pero la componente residual permanece. Por lo tanto la componente residual esta considerada como el origen de la fuerza responsable de la propagación de grietas durante el último estadio. En este caso será la zona plástica la responsable de la propagación. En el fondo de la grieta radial, el factor de intensidad de tensiones ( $K_I$ ) correspondiente a la fuerza residual ( $P_r$ ) es función de la longitud de la grieta radial ( $C$ ):

$$K_I = f(C, P_r) \tag{1}$$

donde la fuerza residual ( $P_r$ ) es función de la carga aplicada ( $P$ ). Por lo tanto,

$$K_I = f(C, P) \tag{2}$$

Lawn et al [7] y Anstis et al [8] han supuesto que el sistema de grietas esta sometido a la condición de equilibrio mecánico durante y después del contacto, de tal forma que la grieta radial permanece estable para  $K_I = K_{IC}$ . Liang et al [14] han obtenido una fórmula universal que permite calcular  $K_{IC}$  para todos los materiales frágiles cualquiera que sea el nivel de carga utilizado.

3. EXPERIMENTAL

Si procedemos a la inmersión de una probeta que contenga grietas producidas por indentación, en un medio corrosivo, las grietas se propagarán debido a la tensión residual debida a la indentación y al medio corrosivo. La longitud de la grieta radial crecerá de  $C$  a  $C_s$  y el factor de intensidad de tensiones en el fondo de la grieta disminuirá de  $K_I$  a  $K_{ISCC}$  (Figura 2). Cuando  $K_I$  alcanza  $K_{ISCC}$  la propagación se parará.  $K_{ISCC}$  es una propiedad del material y tiene la misma importancia que  $K_{IC}$ . El valor de  $K_{ISCC}$  depende del material y de las condiciones de corrosión.

Si queremos utilizar una pieza cerámica en una máquina de forma que nos encontremos en el dominio de seguridad, debemos de escoger un material con un valor suficiente de  $K_{ISCC}$ . Para la medida de  $K_{ISCC}$ , proponemos utilizar  $C_s$  y  $K_{ISCC}$  en lugar de  $C$  y  $K_{IC}$  en la ecuación (3):

$$14(K_{ISCC} \phi / Ha^{1/2})(H/E\phi)^{0.4} \{1 - 8[(4\nu - 0.5)/(1 + \nu)]^4\} = (c_s/a)^{(c_s/18a) - 1.51} \tag{3}$$

Para confirmar la validez de la fórmula (3), hemos escogido los materiales  $Y_2O_3$  (HIP), mullita y diversas composiciones de mullita-circona. Las propiedades mecánicas se presentan en la Tabla I. La tenacidad ( $K_{IC}$ ) se determinó por SENB y por indentación. En la técnica de

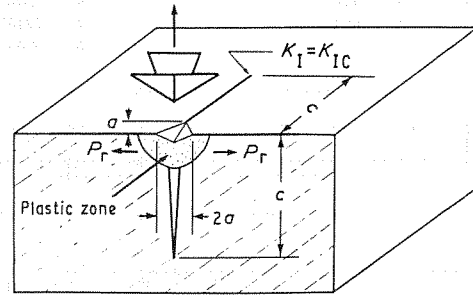


Figura 1. Componente residual del campo de tensiones.

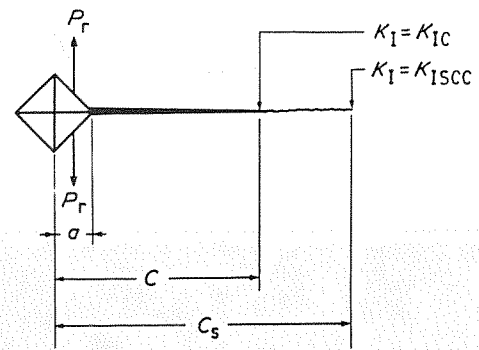


Figura 2. Propagación de grietas de indentación en ambientes corrosivos.

SENB las probetas se ensayaron por flexión en 4 puntos a temperatura ambiente. Para la indentación las medidas se realizaron por DCM (Direct Crack Measurements) aplicando la fórmula (3) [14].

Después de la indentación, se sumergieron las probetas a temperatura ambiente en agua con un contenido en NaCl del 4% en peso. Después de 200 h, se observó que la propagación de las grietas se había parado. Se midió de nuevo la longitud de la grieta radial ( $C_s$ ) y se calculó  $K_{ISCC}$  a partir de (3).

Para finalizar, las probetas indentadas se rompieron por flexión para poder observar los perfiles de las grietas por MEB.

4. RESULTADOS

La figura 3 muestra que el valor de  $K_{ISCC}$  es independiente de la carga aplicada durante la indentación en todos los materiales. Este fenómeno implica que la propagación de la grieta se para cuando  $K_I$  en el fondo de la grieta alcanza el valor  $K_{ISCC}$ . La ecuación (3) es una fórmula útil para evaluar  $K_{ISCC}$ .

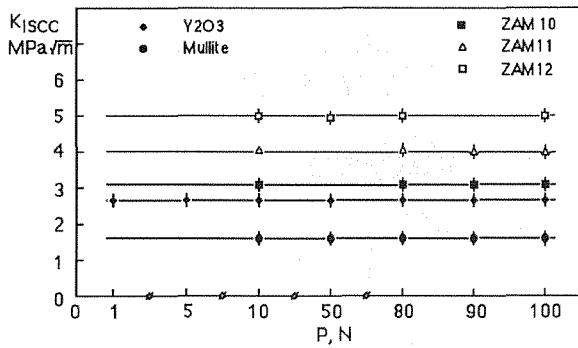


Figura 3. Valores de  $K_{I,SCC}$  medidos por indentación para distintas cargas y distintos materiales.

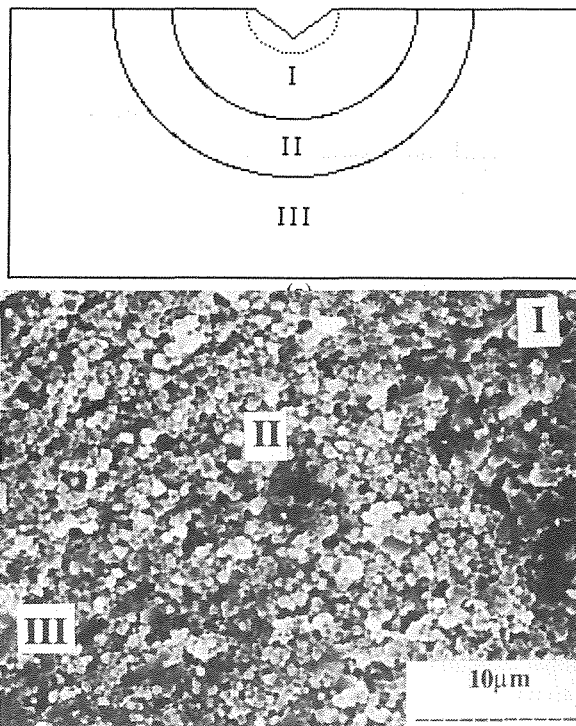


Figura 4. Fractografía en el caso de  $Y_2O_3$ : (I) Por indentación; (II) Por corrosión bajo tensión; (III) Por flexión.

Tabla I. Propiedades mecánicas de los materiales

Material	E (GPa) ±3	H (GPa) ±0.3	v ±0.005	$K_{IC}$ (MPa <sup>1/2</sup> ) ±0.2 SENB	$K_{IC}$ (MPa <sup>1/2</sup> ) ±0.2 Indentación
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (HIP)	167 <sup>β</sup>	8.1	0.298*	3.0	
Mullita	204 <sup>β</sup>	12	0.2*	2.0	2.0
ZAM 10 (75Mullita-25ZrO <sub>2</sub> )	205 <sup>β</sup>	11.8	0.25*	3.65	3.6
ZAM 11(56Mullita-18ZrO <sub>2</sub> -26Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	224 <sup>β</sup>	12.2	0.25*	4.55	4.6
ZAM12 (11Mullita-17ZrO <sub>2</sub> -72Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	297 <sup>β</sup>	12.3	0.27*	5.00	5.5

\*Calculado según la ley de mezclas [137] ; <sup>β</sup> Medido por método dinámico (Grindo-Sonic).

Por lo tanto, el método de indentación puede utilizarse no solo para determinar  $K_{IC}$  sino también para  $K_{I,SCC}$ . Los valores de  $K_{I,SCC}$  y  $K_{IC}$  se muestran en la Tabla II.

La figura 2 muestra una grieta radial en la superficie de un material. La primera parte de la grieta es recta: esta parte corresponde a una propagación transgranular y a una carga residual elevada. El perfil de la segunda parte es muy irregular: la propagación es intergranular, la carga residual es más débil que en la primera parte y la corrosión juega un papel importante a nivel del borde de grano.

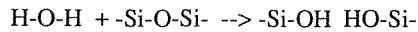
La figura 4 muestra el perfil de las grietas en el caso del óxido de ytrio correspondiente a la figura 2. La superficie de fractura muestra tres zonas:

- (I) zona de indentación sin corrosión.
- (II) zona de propagación bajo tensión residual y corrosión.
- (III) zona de fractura catastrófica por flexión.

En las zonas I y III el  $K_I$  aplicado es igual a  $K_{IC}$  y el modo de fractura es transgranular (Figura 5a). En la zona II el  $K_I$  aplicado se sitúa entre  $K_{IC}$  y  $K_{I,SCC}$  y el modo de fractura es mixto: intergranular y transgranular (Figura 5b).

Este fenómeno puede explicarse de la siguiente manera:

(i) En ausencia de tensiones, el material es atacado por el medio corrosivo. Charles y Hillig y Wiederhorn [20,21] han explicado la fractura de enlaces atómicos en el vidrio que reacciona con agua bajo tensión:

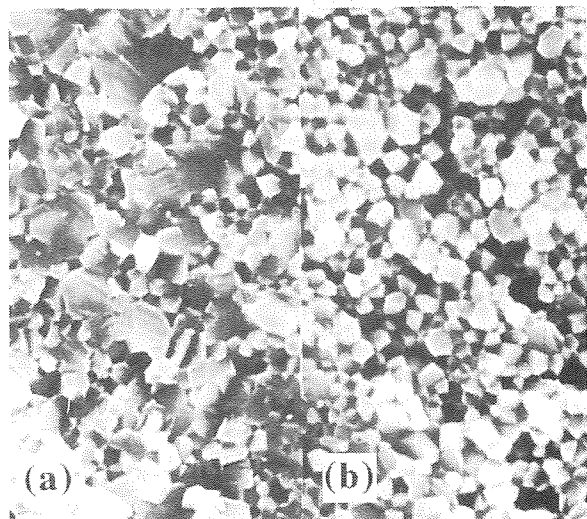


La figura 6 muestra el modelo de la propagación. Sato y Shimada [22] han estudiado la corrosión de la circonita en agua bajo tensión e indicado que existe reacción entre el agua y los enlaces Zr-O-Zr en el fondo de la grieta (Figura 7). El  $Y_2O_3$  puede reaccionar con el agua como el vidrio de sílice y la circonita. En el borde de grano, los átomos están en estado inestable y pueden reaccionar más fácilmente con el medio corrosivo que en los granos. Por lo tanto la propagación de la grieta tiene lugar a lo largo de los bordes de grano y el modo de fractura es intergranular.

(ii) Bajo una fuerte tensión, sin embargo, la propagación de la grieta esta controlada por la tensión y las superficies de fractura son transgranulares para el caso del  $Y_2O_3$  (Figura 5a).

**Tabla II.** Comparación entre los valores de  $K_{ISCC}$  y  $K_{IC}$

Material	$K_{ISCC}$ (MPam <sup>1/2</sup> )	$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> )	$\Delta K_{IC}$	$\Delta K_{IC}/K_{IC}$
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.7	3.0	0.3	10%
Mullite	1.6	2.0	0.4	20%
ZAM 10	3.1	3.6	0.5	14%
ZAM 11	4.0	4.5	0.5	11%
ZAM 12	5.1	5.5	0.4	7%



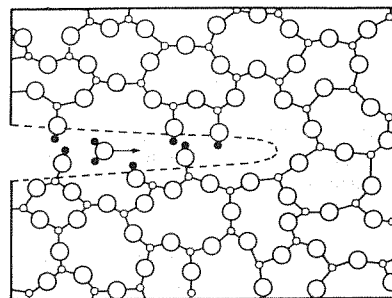
**Figura 5.** Fractografía en el caso de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:  
(a) Transgranular; (b) Intergranular.

(iii) En el caso de propagación bajo tensión, a medida que la tensión disminuye y que la influencia de la corrosión aumenta, el modo de fractura evoluciona de transgranular a intergranular. Consecuentemente, la zona de SCC presenta un modo de fractura característico intergranular y transgranular (Figura 5b).

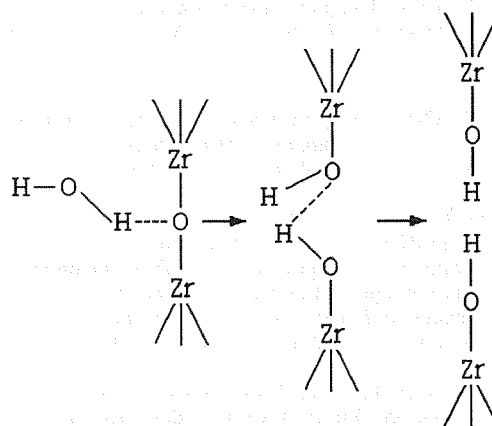
**5. CONCLUSIONES**

El valor de  $K_{ISCC}$  es independiente de la carga aplicada durante la indentación en todos los materiales utilizados en este estudio. Este fenómeno implica que la propagación de la grieta se para cuando  $K_I$  en el fondo de la grieta alcanza el valor  $K_{ISCC}$ . La ecuación (3) es una fórmula útil para evaluar  $K_{ISCC}$ . Por lo tanto, el método de indentación puede utilizarse no sólo para determinar  $K_{IC}$  sino también para  $K_{ISCC}$ .

La técnica expuesta anteriormente tiene un dominio de aplicación fundamental que es el de los biomateriales. Así, si sobre los implantes se introducen indentaciones en distintas partes del componente, en cortos periodos de tiempo se pueden determinar de forma cuantitativa las zonas más expuestas al ataque así como a más altas tensiones.



**Figura 6.** Modelo de corrosión bajo tensión del vidrio en el agua [7,8].



**Figura 7.** Reacción entre el agua y los enlaces Zr-O-Zr.

**6. REFERENCIAS**

- [1] LAWN, B. R., SWAIN M. V., "Microfracture Beneath Point Indentations in Brittle Solids", *J. Mat.Sci.*, 1975, Vol. 10, n° 1, p. 113-122.
- [2] LAWN, B. R., WILSHAW, T. R., "Review-Indentation Fracture: Principles and Applications", *J. Mat. Sci.*, 1975, Vol. 10, n° 6, p.1049-1081.
- [3] LAWN, B. R., FULLER, E. R., "Equilibrium Penny-Like Cracks in Indentation Fracture", *J. Mat. Sci.*, 1975, Vol.10, n° 12, p. 2016-2024.
- [4] MARSHALL, D. B., LAWN, B. R., CHANTIKUL, P., "Residual Stress Effects in Sharp Contact Cracking: II", *J. Mat. Sci.*, 1979, Vol. 14, n° 9, p. 2225-2235.
- [5] MARSHALL, D. B., LAWN, B. R., "Residual Stress Effects in Sharp Contact Cracking: I", *J. Mat. Sci.*, 1979, Vol. 14, n° 8, p.2001-2012.
- [6] MARSHALL, D. B., LAWN, B. R., "Flaw characteristics in dynamic fatigue: the influence of residual contact stresses", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 1980, Vol. 63, p. 532-536.
- [7] LAWN, B. R., EVANS, A. G., MARSHALL, D. B., "Elastic/plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System", *J.*



- Am. Ceram. Soc.*, 1980, Vol. 63, n°9-10, p. 574-581.
- [8] ANSTIS, G. R., CHANTIKUL, P., LAWN, B. R., MARSHALL, D. B., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1981, Vol.64, n° 9, p. 533-538.
- [9] CHANTIKUL, P., ANSTIS, G. R., LAWN, B. R., MARSHALL, D. B., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Methode", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1981, 64, n° 9, p. 539-543.
- [10] EVANS, A. G., CHARLES, E. A., "Fracture Toughness Determinations by Indentation", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1976, Vol.59, n° 7-8, p. 371-372 .
- [11] EVANS, A. G., WILSHAW, T. R., "Quasi-Static Solid Particle Damage in Brittle Solids: I", *Acta Metall.*, 1976, Vol. 24, n° 10, p. 939-956.
- [12] MOUSSA, R., CHERMANT, J.-L., OSTERSTOCK, F., "Evaluation des paramètres de rupture par la méthode du défaut contrôlé: application à SiC", *L'industrie Céramique, Bulletin de la Société Française de Céramique*, 1982, n° 757, 1/82, p. 59-71.
- [13] PALMQVIST, S., "Occurrence of Crack Formation During Vickers Indentation as a Measure of the Toughness of Hard Metals", *Arch. Eisenhuettenwes.*, 1962, Vol. 33, n°9, p. 629-33.
- [14] LIANG, K. M., ORANGE, G., FANTOZZI, G., "Evaluation by Indentation of Fracture Toughness of Ceramic Materials", *J. Mat. Sci.*, 1990, Vol. 25, p. 207-214.
- [15] ORANGE, G., LIANG, K. M., FANTOZZI, G., "Crack Resistance and Fracture Toughness of Alumina and Zirconia Ceramics: Comparison of Notched-Beam and Indentation techniques", *14th International Conf.on Science of Ceramics*, Canterbury, England, 1987, p. 709-714.
- [16] LIANG, K. M., TORRECILLAS, R., ORANGE, G., FANTOZZI, G., "Determination of  $K_{I,SCC}$  by Indentation in Ceramics", to be published in *J. Mat. Sci.*, (1990).
- [17] FANTOZZI, G., ORANGE, G., LIANG, K. M., GAUTIER, M., DURAUD, J. P., MAIRE, P., LE GRESSUS, C., GILLET, E., "Effect of Nonstoichiometry on Fracture Toughness and Hardness of Yttrium Oxide Ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1989, Vol. 72, n° 8, p.1562-1563.
- [18] LIANG, K. M., ORANGE, G., FANTOZZI, G., GAUTIER, M., DURAUD, J. P., LE GRESSUS, C., "Effect of Electronic Defects and Oxygen Vacancies on Mechanical Behaviour of Oxide Ceramics", *Science of Ceramics of Europe 1*, 18 - 23 June 1989, Maastricht, the Netherlands. in "EURO-CERAMICS", Edited by G. DE WITH, R. A. TERPSTRA and R. METSELAAR, Vol. 2, p. 2.151-2.155.
- [19] ORANGE, G., LIANG, K. M., MAIRE, P., FANTOZZI, G., BERRICHE, Y., TREHEUX, D., LE GRESSUS, C., "Influence de la stoechiométrie sur le comportement mécanique de céramique de type oxyde: Résistance à la rupture, ténacité, frottement - usure", *Surface Matériaux Technologie, Société Française du Vide*, 10-14 Octobre 1988, Lyon, France, p. 199-208.
- [20] GOVILA, R. K., "Indentation - Precracking and Double - Torsion Methods for Measuring Fracture Mechanics Parameters in Hot-Pressed  $Si_3N_4$ ", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1980, Vol. 63, n° 5-6, p.319-326.
- [21] JAGUIN, J.-P., ZAGANIARIS, A., "La mécanique de la rupture appliquée aux fibres optiques", *Verres Réfract.*, 1980, Vol. 34, n° 4, juillet-août, p. 469-479.
- [22] SATO, T., SHIMATA, M., "Transformation of Ytria-Doped Tetragonal  $ZrO_2$  polycrystals by Annealing in Water", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1985, Vol. 68, p. 356-359.

## EVALUACION DE LAS TECNICAS DE INDENTACION PARA LA DETERMINACION DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE CERAMICAS DE HIDROXIAPATITA

O. Bermúdez<sup>1</sup>, J.A. Planell<sup>1</sup>, A. Ravaglioli<sup>1</sup>, S. Guiciardi<sup>1</sup>,  
A. Krajewski<sup>2</sup>, R. Martinetti<sup>1</sup> y F.C.M. Driessens<sup>1</sup>

1. Depto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad Politécnica de Cataluña, E.T.S.I.I.B., Avda. Diagonal 647, 08028-Barcelona
2. Istituto di Ricerche Tecnologiche per la Ceramica - CNR, Faenza, Italia

**RESUMEN.** El método de indentación Vickers para la determinación de la tenacidad a la fractura de materiales cerámicos es muy simple y no requiere complicados procedimientos de preparación de las muestras. El presente trabajo revisa los valores que se obtienen al aplicar diferentes expresiones existentes en la literatura para diferentes tipos de grietas a cerámicos de fosfatos de calcio (hidroxiapatita) y los compara con los resultados obtenidos por ensayos SENB. Se demuestra que la mejor coincidencia es lograda por una ecuación desarrollada por Liang, Orange y Fantozzi, que es independiente de la carga aplicada y del tipo de grietas producidas.

**ABSTRACT.** The fracture toughness determination by means of the Vickers indentation method in ceramic materials is very simple and does not require extensive sample preparation. The present work reviews the results obtained by applying different equations existing in the literature for different types of cracks to calcium phosphate (hydroxyapatite) ceramics, and compares them with those obtained from the SENB test. It has been shown that the best agreement is achieved by an equation due to Liang, Orange and Fantozzi, which is independent of the load applied and the type of cracks produced.

## 1. INTRODUCCION

La tenacidad a la fractura es uno de los factores más relevantes a tener en cuenta en la aplicación de cerámicas para la sustitución de tejidos duros en el organismo humano. Incluso en el caso de las cerámicas bioactivas, porosas o densas, basadas en fosfatos de calcio, de las que se espera una colonización progresiva por parte del hueso vivo, se hace necesario asegurar una adecuada funcionalidad mecánica inicial. Por estas razones la evaluación de la tenacidad a la fractura se convierte en un requisito ineludible [1].

En el caso de las cerámicas de hidroxiapatita normalmente se puede disponer de suficiente material para elaborar probetas con las dimensiones requeridas por los ensayos convencionales (SENB, CVNB, DCB) y aparte de la dificultad para preparar probetas aceptables, dichos ensayos pueden realizarse con relativa facilidad. Las técnicas de indentación, sin

embargo, son las indicadas para estimar la evolución local o superficial de la tenacidad a fractura del material, como cuando ha habido interacción con el medio (una solución simuladora de fluidos biológicos, por ejemplo). Así mismo, probetas provenientes de estudios in vivo difícilmente cumplirían los requisitos para los ensayos convencionales, siendo indicados también en este caso los ensayos de indentación.

En principio los métodos de indentación requieren la medida de la longitud de las grietas que emanan de los vértices de la huella dejada por el indentador. Una vez medidos los parámetros de la indentación, es decir, la diagonal de la huella de la indentación, la longitud de las grietas y la carga aplicada, se puede utilizar una de las expresiones disponibles que han sido desarrolladas por diferentes autores para calcular la tenacidad a fractura [2].

Sin embargo, hay condiciones específicas y limitaciones para el uso de estas fórmulas debido a que algunas de ellas están relacionadas con el tratamiento de los datos sobre la base de grietas del tipo median-radial y las de otros sobre la base de grietas de Palmqvist; además, algunas de éstas están restringidas a ciertos materiales. Lógicamente aparecen dificultades cuando las grietas producidas no siguen ninguno de los patrones simples mencionados, como es el caso de las cerámicas de hidroxiapatita estudiadas en el presente trabajo.

El objetivo del presente trabajo, que hace parte de uno más extenso acerca de las propiedades mecánicas de los biocerámicos a base de fosfatos de calcio, es evaluar la aplicabilidad de un conjunto de fórmulas representativas (ver Tabla 1) para el cálculo de la tenacidad a fractura de hidroxiapatita sinterizada a dos diferentes temperaturas, teniendo como criterio de aplicabilidad el que dichas fórmulas reproduzcan los valores de tenacidad a fractura obtenidos por métodos convencionales.

Tabla 1. Fórmulas seleccionadas para el cálculo de la tenacidad a fractura de las cerámicas estudiadas en el presente trabajo.

Nº	Ecuación	Ref.
1	$0.016 (E/H)^{0.5} (P/C^{1.5})$	[3]
2	$0.055 (H_v a^{0.5} / \phi) (E\phi / H_v)^{0.4} \log(8.4a/C)$	[4]
3	$0.142 (H_v a^{0.5} / \phi) (E\phi / H_v)^{0.4} (C/a)^{-1.55}$	[5]
4	$0.01 (E/H)^{2/3} (P/C^{1.5})$	[6]
5	$0.015 (E/H)^{2/3} [(C-a)/a]^{-0.5} (P/C^{1.5})$	[7]
6	$(H_v a^{0.5} / \phi) (E\phi / H_v)^{0.4} (C/a)^{(C/18a)-1.51} \times 1/14 [1 - 8[(4\nu-0.5)/(1+\nu)]]^4$	[8]

## 2. MATERIALES Y METODO

Por medio de la técnica de injection-moulding se prepararon barras de hidroxiapatita cuyas características se relacionan en la Tabla 2. Los valores de referencia de la tenacidad a fractura se obtuvieron por flexión en cuatro puntos de barras entalladas (SENB) mediante una máquina universal de ensayos electromecánica.

Fragmentos resultantes de estos ensayos se encastaron en resina y se pulieron por medio de pasta de diamante y sílica hasta un acabado de tres micras. Se hicieron indentaciones Vickers por medio de un microdurómetro con cargas de 10, 25, 50, 100, 300, 500 y 1000 gramos durante 15 segundos, y un durómetro con cargas de 5 y 10 kg por tiempos de 10 a 15 segundos. Las diagonales de la huella Vickers y las grietas producidas se midieron, bien directamente a través de las facilidades ofrecidas por los equipos empleados o bien por medio de un microscopio óptico calibrado.

La tenacidad a la fractura se calculó con base en las fórmulas consignadas en la Tabla 1, las

Tabla 2. Características de las barras cerámicas de hidroxiapatita utilizadas en el presente trabajo.

Temperatura de sinterización (°C)	1280	1380
Dimensiones iniciales (mm)	$a_0 = 4.1$ $b_0 = 4.1$ $h_0 = 40.0$	$a_0 = 4.1$ $b_0 = 4.1$ $h_0 = 40.0$
Peso inicial (gramos)	1.2	1.2
Coefficiente de acortamiento para cada dimensión (%)	a : 21 b : 21 c : 15	a : 26 b : 26 h : 20
Pérdida de peso (% del peso inicial)	30	31
Densidad (% de la densidad teórica)	85	95
E (GPa)	$60 \pm 3$	$90 \pm 7$
MOR (MPa)	$35 \pm 8$	$53 \pm 21$
$K_{Ic}$ (SENB) (MPa m <sup>1/2</sup> )	$0.52 \pm 0.06$	$0.86 \pm 0.14$
HV (Kgf/mm <sup>2</sup> ) (5 Kg por 15 seg.)	$198 \pm 9$	$440 \pm 20$

cuales merecen ahora un comentario. En ellas las cantidades  $a$  y  $c$  se deben entender con referencia a la Figura 1, que representa la huella dejada por el indentador Vickers y la intersección de las grietas que emergen de los vértices de la huella con la superficie del material.

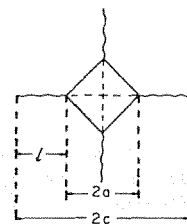


Figura 1. Geometría básica de la huella y grietas producidas por indentación

$H$  se refiere a la cantidad  $P/2a^2$ , en la que  $P$  es la carga aplicada por el indentador, y que representa la presión media ejercida por el mismo; algunos autores la definen como la dureza del material;  $\nu$  es el módulo de Poisson, que para la hidroxiapatita se asumió igual a 0.25;  $\phi$  representa el cociente entre la presión media ejercida por el indentador y el esfuerzo a cedencia del material y se tomó igual a 2.7 de acuerdo con [2].

Todas las ecuaciones se re-escribieron en términos de la dureza Vickers (HVN), por lo cual los coeficientes numéricos pueden ser un poco diferentes de los empleados originalmente por sus autores (ver Tabla 3).

Tabla 3. Fórmulas seleccionadas re-escritas para el cálculo de la tenacidad a la fractura

Nº	Ecuación	Ref.
1	$0.0154 (E/H_v)^{0.5} (P/C)^{1.5}$	[3]
2	$0.0303 (H_v a^{1.5}) (E/H_v)^{0.4} \log(8.4a/C)$	[4]
3	$0.0782 (H_v a^{0.5}) (E/H_v)^{0.4} (C/a)^{-1.56}$	[5]
4	$0.0095 (E/H_v)^{2/3} (P/C)^{1.5}$	[6]
5	$0.0143 (E/H_v)^{2/3} [(C-a)/a]^{-0.5} (P/C)^{1.5}$	[7]
6	$0.0495 (H_v a^{0.5}) (E/H_v)^{0.4} (C/a)^{(C/188)-1.51}$	[8]

El valor de dureza Vickers empleado en cada cálculo fue el obtenido para cada indentación y no el valor promedio que se cita en la Tabla 2.

El complicado sistema de grietas que se producía no permitía identificar un tipo definido de grieta (median-radial o Palmqvist) por lo cual era más lógico utilizar una ecuación que en lo posible no dependiera de la carga aplicada o del tipo de grieta producido; por ese motivo se escogió la fórmula universal (6), debida a Liang, Orange y Fantozzi [8] como fórmula básica para el cálculo de la tenacidad a fractura. Las ecuaciones (2) y (3), debidas a Blendell [4] y Lankford [5] respectivamente, corresponden a ajustes a curvas de datos experimentales para los dos tipos de grietas y por ello son presumiblemente aplicables a los dos sistemas. La ecuación (5), debida a Laugier [7] se incluyó porque ha sido utilizada en trabajos anteriores [9, 10, 11]; la (1) y la (4), debidas a Anstis et al. [3] y Laugier [4] son basadas en un modelo exclusivamente median-radial y se incluyeron por comparación.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

Las figuras 2 y 3 muestran el aspecto de la superficie de los materiales indentados, con típicas huellas de indentación, en las que se revela desconchamiento ("chipping") severo y posible presencia de grietas laterales superficiales. En general las huellas tendían a deteriorarse rápidamente, más por propagación del desconchamiento que de las grietas emanadas de los vértices, fenómeno que probablemente puede atribuirse a la fatiga estática del material. A 10 kg fue imposible hacer mediciones en las muestras más densas por la destrucción local del material indentado; en las menos densas no se obtenían grietas a cargas pequeñas excepto para tiempos prolongados (>30 segundos).

La Tabla 4 recoge los datos de tenacidad a fractura, calculados para la muestra sinterizada a 1380°C de acuerdo con las fórmulas de la Tabla

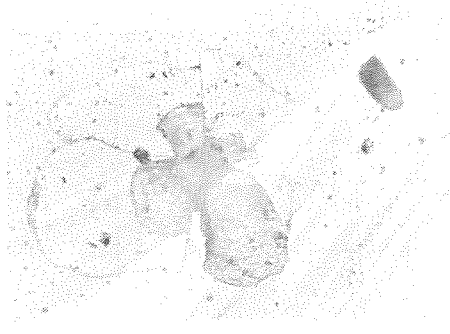


Figura 2.

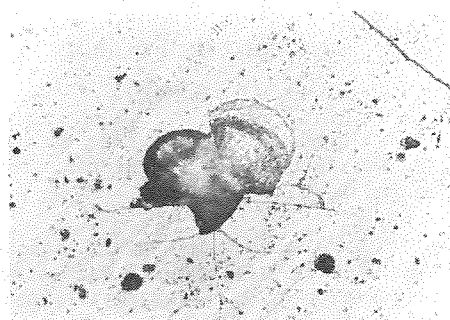


Figura 3.

Figuras 2 y 3. Huellas de indentación Vickers producidas en cerámica de hidroxiapatita sinterizada a 1380°C mostrando distintos aspectos del desconchamiento de la superficie del material.

3 mientras que la Figura 4 expone el nivel de aplicabilidad de cada una en comparación con los valores obtenidos por SENB.

Tabla 4. Valores de tenacidad a fractura calculados por técnica de indentación sobre cerámicas de hidroxiapatita sinterizadas a 1380°C.

FVP	0.05	0.1	0.2	0.3	0.5	1.0	5.0	K <sub>IC</sub>
1	0.66	0.84	0.58	0.68	0.66	0.56	0.58	0.65 (0.09)
2	0.72	0.87	0.85	0.95	1.00	0.94	1.01	0.91 (0.09)
3	1.03	1.23	0.96	1.10	1.08	0.9	0.92	1.03 (0.11)
4	0.68	0.85	0.59	0.69	0.68	0.58	0.60	0.67 (0.09)
5	1.04	1.32	0.70	0.83	0.75	0.55	0.47	0.81 (0.27)
6	0.72	0.87	0.74	0.84	0.85	0.78	0.89	0.81 (0.06)

F = Fórmula (con referencia a la Tabla 3)  
 P = Carga (en kg)  
 K<sub>IC</sub> = promedio de datos en la fila  
 (entre paréntesis la desviación estándar)

Se puede observar que para la cerámica sinterizada a 1380°C las fórmulas de Blendell [4] y Liang, Orange y Fantozzi [8] son las que, dentro del error experimental, dan valores más

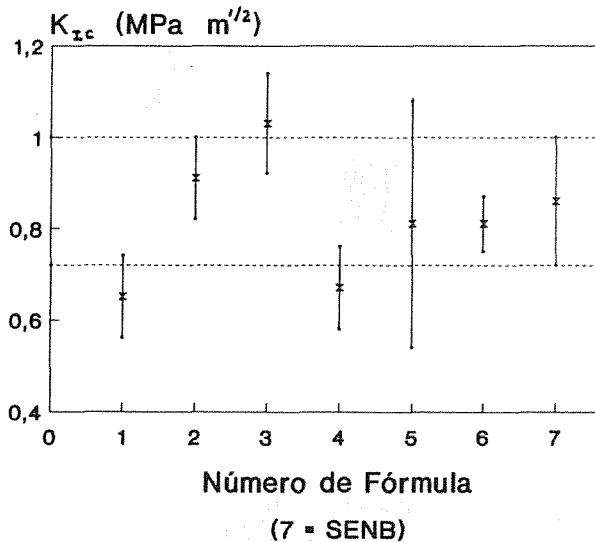


Figura 4. Comparación de los valores de tenacidad a fractura por indentación con los obtenidos por SENB.

cercanos al obtenido por SENB, aunque la ecuación de Blendell [4] tiende a dar valores en el límite superior de la franja determinada por dicha técnica. Los modelos median-radial utilizados (ecuaciones 1 y 4) no dan resultados satisfactorios, mientras que la fórmula de Laugier para grietas Palmqvist [7] da un promedio aceptable pero afectado por una gran dispersión.

Los datos para la cerámica sinterizada a 1280° se exponen en la Tabla 5. Una simple inspección permite observar el buen nivel de coincidencia de las fórmulas de Blendell [4], Lankford [5] y Liang, Orange y Fantozzi [8] con el valor obtenido por SENB. Por el contrario, las otras fórmulas no ofrecen resultados satisfactorios.

Tabla 5. Valores de la tenacidad a la fractura obtenidos por técnica de indentación sobre cerámicas de hidroxiapatita sinterizadas a 1280°C.

F \ P	1.0	5.0	10.0	$K_{1c}$
1	0.39	0.29	0.36	0.34 (0.04)
2	0.60	0.44	0.52	0.52 (0.07)
3	0.59	0.44	0.50	0.51 (0.05)
4	0.45	0.31	0.34	0.37 (0.06)
5	0.45	0.22	0.29	0.32 (0.10)
6	0.50	0.52	0.58	0.53 (0.03)

F = Fórmula (con referencia a la Tabla 3)  
P = Carga (en kg)  
 $K_{1c}$  = Promedio de datos en la fila  
(entre paréntesis la desviación estándar)

Se puede concluir que las fórmulas de Blendell [4] y Liang et al. [8] son las más adecuadas para el cálculo por indentación de la tenacidad a fractura del material objeto del presente trabajo, aunque la de Liang et al. presenta la ventaja de ser independiente de la carga aplicada y del tipo de grietas producidas. Sin embargo, la sola aplicación de las fórmulas mencionadas puede ser insuficiente para el estudio de la tenacidad a fractura del material que, como se dejó establecido antes, presenta porosidades entre el 5 y 15% y un desconchamiento acusado bajo indentación, requiriéndose entonces un estudio detallado que relacione la microestructura con las propiedades mecánicas del material.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo desean agradecer la financiación recibida de la CICYT a través del proyecto N° MAT90-0755.

#### REFERENCIAS

- [1] Ravaglioli, A., Krajewski, A. y de Portu, G., "Problems involved in assessing mechanical behaviour of bioceramics", en *Bioceramics*, Vol. 1 (Ed. Oonishi, H., Aoki, H. y Sawai, K.) pp. 13-18, Ishiyaku Euro America Inc., 1989.
- [2] Ponton C.B. y Rawlings, R.D., "Vickers indentation fracture toughness test. Part 1: Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations", *Mater. Sci. Technol.* 5, 865-872 (1989).
- [3] Anstis, G.R. et al., "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements", *J. Am. Soc.*, 64, 533-538 (1981).
- [4] Blendell, J.E., "The origins of internal stresses in polycrystalline alumina and their effects on mechanical properties", Ph.D. Thesis, MIT Press, Cambridge, MA, 1979.
- [5] Lankford, J., "Indentation microfracture in the Palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method", *J. Mater. Sci. Lett.*, 1, 493-96(1982).
- [6] Laugier, M.T., *J. Mater. Sci. Lett.*, 4, 1539-1541(1985).
- [7] Laugier, M.T., "New formula for indentation toughness in ceramics", *J. Mater. Sci. Lett.*, 6, 355-356(1987).
- [8] Liang, K.M., Orange, G. y Fantozzi, G., "Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials", *J. Mater. Sci. Lett.*, 25, 207-214(1990).

- [9] Best, S., Bonfield, W. y Doyle, C.,  
"A study into the preparation of dense hydroxyapatite ceramics using powders of different morfologies", en Bioceramics, Vol. 1 (Ed. Oonishi, H., Aoki, H. y Sawai), pp. 68-73, Ishiyaku Euro America Inc., 1989.
- [10] Best, S., Bonfield, W. y Doyle, C.,  
"Optimisation of toughness in dense hydroxyapatite ceramics", en Bioceramics, Vol.2 (Ed. Heimke, G.), pp. 57-64, German Ceramic Society, 1989.
- [11] Santos, J.D. et al., "The production and characterisation of a hydroxyapatite ceramic material", en Bioceramics, Vol. 4 (Ed. Bonfield, W., Hastings, G.W. y Tanner, K.E.), Butterworth-Heinemann Ltd, 1991.

**UN MODELO PARA EXPLICAR LA CONFIGURACION DE FISURAS  
GENERADAS MEDIANTE ENSAYOS VICKERS  
A DIFERENTES CARGAS EN 4Y-PSZ**

**A. Pajares, F. Guiberteau, F. L. Cumbreira y A. Dominguez-Rodriguez\***

**Dpto. de Física. F. Ciencias. Univ. de Extremadura. 06071-Badajoz**

**\* Dpto. de Física de la Materia Condensada. Univ. de Sevilla. 41080-Sevilla**

**Resumen.** El estudio de los perfiles de fisuras generados mediante ensayos Vickers en 4Y-PSZ muestra una configuración cuasi radial a cargas bajas, semicircular a cargas altas, pasando por una configuración tipo "riñón" a cargas intermedias. A pesar de las diferencias morfológicas observadas, la longitud de las fisuras en superficie muestra una dependencia con la carga característica de fisuras semicirculares. Por otro lado, se observa bajo la imprenta una región inaccesible a las fisuras (corazón). Para explicar estos resultados, se propone un modelo que admite la existencia de una zona de transición de mayor tenacidad entre el corazón y la matriz elástica. El análisis efectuado, considerando el factor de intensidad de tensiones residuales "standard", proporciona valores de tenacidad en la zona de transición que llegan a superar en aproximadamente cuatro veces a la tenacidad del material

**Abstract.** Analysis of crack profiles introduced by Vickers indentation tests on 4Y-PSZ reveals that radial-shaped cracks are observed at low loads. The cracks assume a kidney shape at intermediate loads, and a half-penny configuration at high indent loads. However, the crack length dependencies predicted by half-penny crack models fit well the surface crack length in all load ranges. Moreover, a significant zone of uncracked material (core) exists directly underneath the indent. In order to explain these results a model is proposed, assuming that the indentation test generates a zone of higher toughness (intermediate region) between the core and the elastic matrix. By suitable analysis, including the standard means of accounting for residual stress around the indents and using the crack profile, it is possible to derive the toughness in the intermediate region. In this intermediate region an effective toughness about four times the normal material toughness can be achieved.

## 1. INTRODUCCION

En las últimas décadas, la investigación en el área de materiales cerámicos ha experimentado un gran desarrollo. Entre los factores más decisivos que han propiciado este espectacular desarrollo destacaremos, por un lado, el descubrimiento de la transformación tenaz en zirconia parcialmente estabilizada (PSZ) y, por otro, la aplicación de las técnicas de penetración (Vickers, Knoop...etc.) para el estudio de las propiedades mecánicas de cerámicos.

El mecanismo de transformación tenaz consiste en la transformación martensítica, inducida por el campo de tensiones en punta de fisura, de partículas metaestables de zirconia desde la simetría tetragonal a la simetría monoclinica. Esta transformación, que va acompañada de

un aumento de volumen (3-5%), absorbe energía de la fisura inhibiendo su posterior propagación. Las aplicaciones de este mecanismo para el diseño de cerámicos tenaces fueron sugeridas inicialmente por Garvie y col. (1) y, posteriormente, verificadas experimentalmente por Porter y col. (2-4).

Los valores más elevados de tenacidad se han obtenido para el sistema Mg-PSZ (20 MPa m<sup>1/2</sup>) (5), sin embargo, las aplicaciones de estos materiales deben limitarse al dominio de bajas temperaturas ya que, a temperaturas elevadas, las partículas tetragonales se desarrollan superando un tamaño crítico transformándose espontáneamente durante el enfriamiento.

La situación en el sistema Y-PSZ (4 mol%) es diferente ya que, en estudios previos, se ha detectado la presencia

de partículas tetragonales incluso después de tratamientos térmicos prolongados (>100 horas) a 1600°C (6). Estos resultados sugieren el interés que tiene el estudio exhaustivo de las propiedades mecánicas de este material.

En este trabajo, se presentan y discuten los resultados de un estudio detallado sobre la respuesta mecánica de policristales de Y-PSZ (4 mol%), sometidos a ensayos de penetración Vickers a temperatura ambiente. Concretamente, se pretende inspeccionar la utilidad de los ensayos Vickers para estimar la tenacidad del material. Se trata, pues, de un estudio previo que nos permitirá sentar las bases para la aplicación sistemática de estos ensayos en trabajos futuros.

**2. ENSAYOS VICKERS: EVALUACION DE LA TENACIDAD DEL MATERIAL**

El contacto de un impresor duro (diamante) y puntiagudo (Vickers, Knoop) con un material deja en éste una huella residual, característica de los procesos de deformación irreversibles. En el caso de materiales duros como los cerámicos, podemos considerar que el volumen de la imprenta es acomodado por un flujo radial neto de material dando lugar a una zona plástica, de forma aproximadamente semiesférica, rodeada por una matriz elástica. La deformación elástica queda retenida en el material debido a que la zona plástica impide su recuperación. Aunque en la realidad existen desviaciones importantes con respecto a este modelo, resulta adecuado para comprender el origen del campo de tensiones residuales que existe alrededor de la imprenta.

En los materiales cerámicos suelen aparecer también fisuras alrededor de las imprentas. Generalmente, éstas fisuras se inician en carga y adquieren su configuración final en descarga total, bajo la acción del campo de tensiones residuales. La aparición de estas fisuras, que inicialmente fue considerado como un inconveniente, ha dado lugar a una de las aplicaciones más extendidas de estos ensayos.

Existen diferentes configuraciones de fisuras que pueden desarrollarse alrededor de las imprentas Vickers; un excelente artículo de revisión ha sido publicado recientemente por Cook y Pharr (7). Sin embargo, las expresiones propuestas en la bibliografía para evaluar la tenacidad del material corresponden, generalmente, a fisuras desarrolladas en los denominados planos centrales; se trata de planos normales a la superficie de ensayo que contienen al eje de carga y a la diagonal de la imprenta. En la Figura 1 se muestran los dos tipos de fisuras centrales comúnmente observados: fisuras radiales o Palmquist (Fig.1a) y fisuras medio-penique ó semicirculares (Fig.1b). Como puede apreciarse, las dos configuraciones presentan el mismo aspecto en la

superficie (fig.1c).

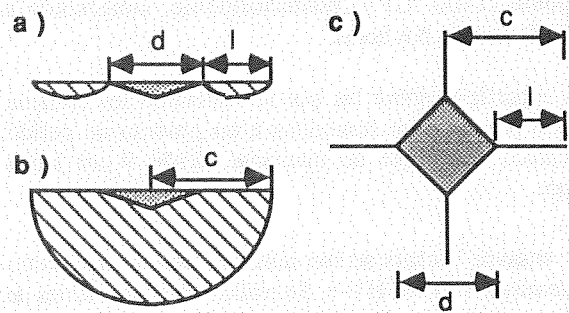


Fig. 1. Perfiles de fisuras radial (a) y semicircular (b). Aspecto que presentan en superficie (c).

En el caso de fisuras radiales, la longitud "l" (Fig.1) es proporcional a la carga del ensayo, "P". El factor de intensidad de tensiones crítico, "K<sub>c</sub>", puede determinarse a partir de la expresión propuesta en la bibliografía (8):

$$K_c = 0.013 (E/H)^{2/5} (HP/l)^{1/2} \tag{1}$$

donde "H" representa la dureza del material y "E" su módulo elástico.

Para fisuras semicirculares, la longitud en superficie "c" (Fig.1b) es proporcional a "P<sup>2/3</sup>". En este caso, "K<sub>c</sub>" puede determinarse a partir de la expresión propuesta en (9):

$$K_c = 0.016 (E/H)^{1/2} P/c^{3/2} \tag{2}$$

La dependencia de la longitud de las fisuras en superficie ("c" ó "l") con la carga del ensayo, "P", ha sido un argumento utilizado en favor de una u otra configuración en numerosos trabajos. Sin embargo, Laugier (10) ha puesto de manifiesto que este tipo de análisis no garantiza la morfología de las fisuras. Por otro lado, conviene mencionar que en un determinado material pueden presentarse tanto fisuras radiales como semicirculares; generalmente, las fisuras semicirculares se presentan a cargas más elevadas que las radiales.

Los resultados expuestos anteriormente sugieren la necesidad de inspeccionar la configuración de fisuras por métodos directos, como fase previa para la realización de este tipo de estudios.

**3. MATERIAL Y METODO EXPERIMENTAL.**

El estudio ha sido realizado sobre zirconia policristalina parcialmente estabilizada con una concentración 4mol%



de ytria (4Y-PSZ). El material fué fabricado por la Empresa Ceraten S.A. mediante prensado (200 MPa) en caliente (1400 °C) y, posteriormente, sinterizado a 1650°C durante dos horas.

Las superficies sobre las que se realizaron los ensayos fueron previamente sometidas a un proceso de pulido mecánico con pasta de diamante, desde 9 µm hasta 1 µm.

Los ensayos Vickers se han realizado con un durómetro Matsuzawa, modelo HV-1. Se realizaron cuatro series de ensayos a 49, 98, 190, 294, 392 y 490 N, manteniendo la carga durante veinte segundos; la velocidad de carga

seleccionada fué de 40 µm/s.

Las medidas de longitud de fisuras en superficie se han efectuado con un microscopio Olympus adaptando un micrómetro, previamente calibrado, al ocular.

Para la obtención del perfil de las fisuras se han efectuado sucesivos pulidos a diferentes profundidades, midiendo en cada caso la traza de la fisura; estas medidas se han realizado en campo oscuro debido a que las fisuras están muy cerradas bajo la superficie, lo que dificulta su localización y medida en campo claro. En la figura 2 se muestran las micrografías correspondientes a tres secuencias de este proceso.

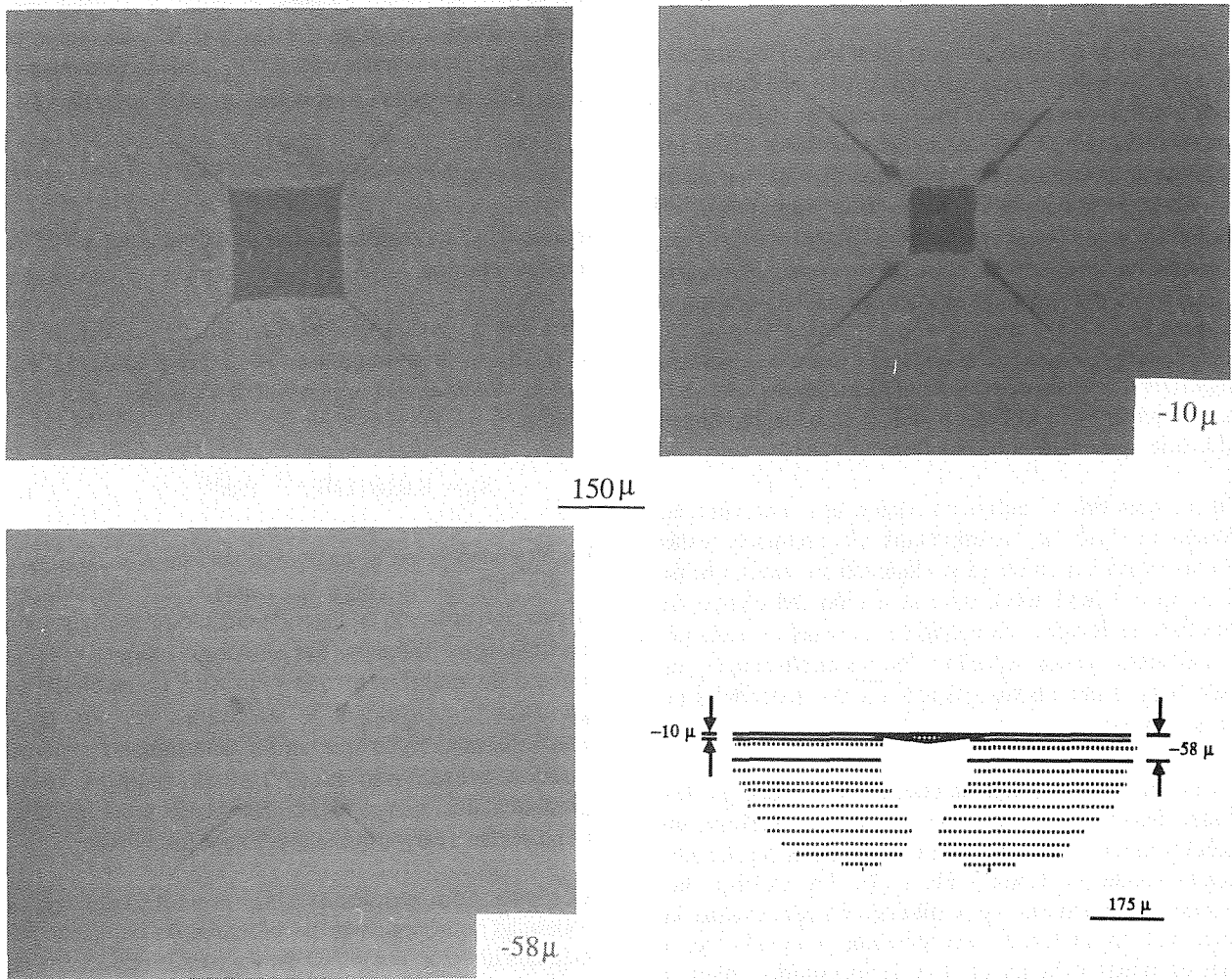


Fig. 2. Micrografías ópticas mostrando el aspecto que presentan las fisuras a diferentes profundidades de la superficie. En esquema adjunto se muestra el perfil final obtenido así como las trazas correspondientes a las micrografías (trazo grueso)

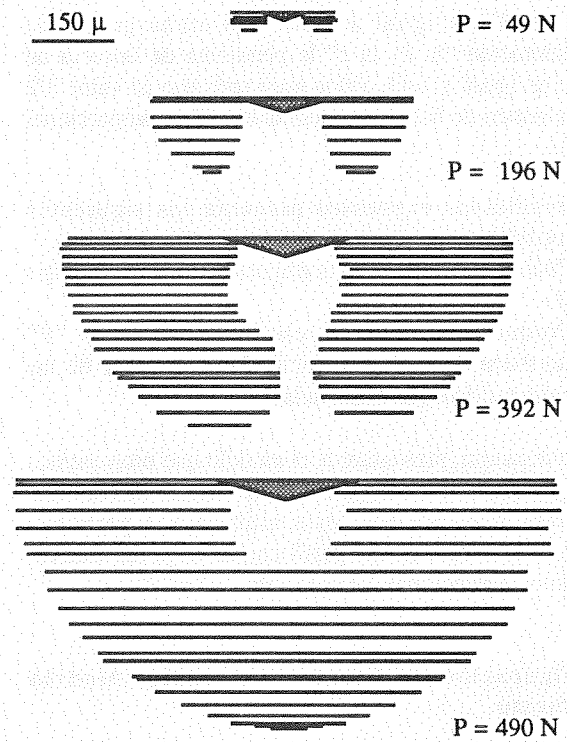
**4.RESULTADOS: ANALISIS, DISCUSION Y CONCLUSIONES.**

En la figura 3 se muestran los perfiles de fisuras obtenidos en los ensayos realizados a diferentes cargas. La observación minuciosa de estos perfiles nos muestra lo siguiente:

- a) A simple vista, las fisuras para las cargas más pequeñas (49 y 98 N) son de tipo radial, sin embargo, debemos mencionar que en nuestro caso no son simétricas ni tan superficiales como las fisuras radiales.
- b) Al aumentar la carga, las fisuras crecen a la vez que tienden a aproximarse entre sí, dando lugar a una extraña configuración intermedia entre la radial y la semicircular; en lo sucesivo nos referiremos a esta configuración intermedia como fisura tipo "riñón", debido a la similitud morfológica con este organo humano.
- c) A 490 N se obtiene un perfil similar a la fisura tipo semicircular, con la excepción de la región bajo la imprenta en la que no se aprecia fisura alguna. Esta región inaccesible a la fisura, a la que denominaremos corazón, tiene una forma aproximadamente esférica y su centro está situado a una cierta profundidad de la superficie. Generalmente, en los ensayos realizados a 490 N una de las trazas que aparece en superficie (fig.2) corresponde a una fisura semicircular, mientras que la otra traza, ligeramente mas corta, es la emergencia en superficie de dos fisuras tipo riñón.
- d) La superposición de los perfiles de la Figura 3 nos muestra que los perfiles correspondientes a las cargas mas pequeñas (49 y 196 N) ocupan parte de las regiones inaccesibles correspondientes a las cargas mas elevadas (392, 490 N). Como al realizar un ensayo a carga elevada pasamos por las cargas pequeñas, hemos de admitir que las fisuras adquieren su configuración final en descarga total, al menos en lo que a la parte mas interna del perfil se refiere; pensamos que el inicio de las fisuras se produce durante el ciclo de carga como sucede en monocristales de Y-FSZ (11).

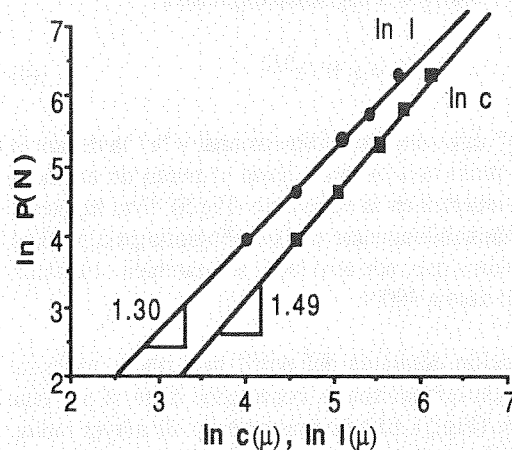
Los resultados expuestos sugieren las siguientes conclusiones:

Pensamos que las fisuras se inician en la superficie durante el proceso de carga, propagandose en superficie y hacia el interior del material hasta adquirir su configuración final en descarga total. Las fisuras cuasi-semicirculares que se obtienen a 490N se generan por la coalescencia de dos fisuras que se aproximan entre sí, después de salvar una cierta región inaccesible; este resultado concuerda con las observaciones recientes de Cook y Pharr (7), quienes han puesto de manifiesto que las fisuras semicirculares se producen por la coalescencia de dos fisuras radiales, mas bien que por el desarrollo de fisuras que se inician a una cierta profundidad del vertice de la imprenta (median-crack).



**Fig. 3.** Perfiles de fisuras correspondientes a diferentes cargas de ensayo, obtenidos mediante pulido sucesivo.

En la figura 4 se muestra la dependencia de las longitudes de las fisuras en superficie, "l" y "c", con la carga del ensayo, "P". Los valores representados son los valores medios de las dieciseis medidas efectuadas para cada carga: cuatro medidas en cada uno de los ensayos de las cuatro series. Estos resultados muestran que no se cumple la relación lineal entre "l" y "P", correspondiente a fisuras radiales, ya que la pendiente de la recta de ajuste



**Fig.4.** Representación logarítmica de la carga del ensayo, P, frente a las longitudes de fisura en superficie, c y l.

"ln P-ln l" es igual a 1.30. Sin embargo, en la representación "ln P- ln c" la pendiente de la recta de ajuste es igual a 1.49, valor muy próximo al valor 3/2 característico de fisuras semicirculares (P es proporcional a  $c^{3/2}$ ).

Los resultados expuestos plantean los siguientes interrogantes:

- 1) ¿Cuál es el origen de la configuración intermedia tipo riñón?
- 2) ¿Porqué se cumple la relación entre "c" y "P" característica de fisuras semicirculares, a pesar de las diferentes morfologías observadas?

A continuación, presentamos el modelo que proponemos para justificar la configuración de fisuras intermedia. Veremos que, además, este modelo nos permitirá justificar la evolución del perfil con la carga del ensayo, así como la relación observada entre "c" y "P".

#### Configuración de fisuras intermedia: Modelo propuesto.

El perfil de fisuras observado es la consecuencia del balance entre las fuerzas que actúan sobre la fisura, la fuerza resistiva, representada por el factor de intensidad de tensiones crítico, " $K_c$ ", y la fuerza motriz, representada por el factor de intensidad de tensiones residual, " $K_r$ "; recordemos que el campo de tensiones residual es el responsable de su configuración final. En el contorno de la fisura se verifica pues

$$K_c = K_r \quad (3)$$

La primera hipótesis de nuestro modelo consiste en suponer que el factor de intensidad de tensiones residual, " $K_r$ " viene dado por la siguiente expresión

$$K_r = \chi P / r^{3/2} \quad (4)$$

siendo " $\chi$ " una constante adimensional y " $r$ " la distancia desde el punto considerado hasta el punto de contacto impresor-muestra en la superficie (Fig.5). Esta hipótesis es adoptada habitualmente en la bibliografía para perfiles semicirculares que, por otro lado, son también obtenidos en nuestro caso a 490N.

La inspección detallada del perfil tipo riñón muestra dos arcos de circunferencia conectados entre sí por una línea curva (Fig.5). El arco más externo, de mayor radio, está centrado en el punto de contacto en la superficie. El arco de menor radio delimita la región inaccesible a la fisura (corazón) y tiene su centro a una cierta profundidad, "R", del punto de contacto en la superficie.

Estos dos arcos se aprecian más claramente en los perfiles semicirculares que se obtienen a 490 N (Fig.3) aunque, en este caso, desconectados entre sí.

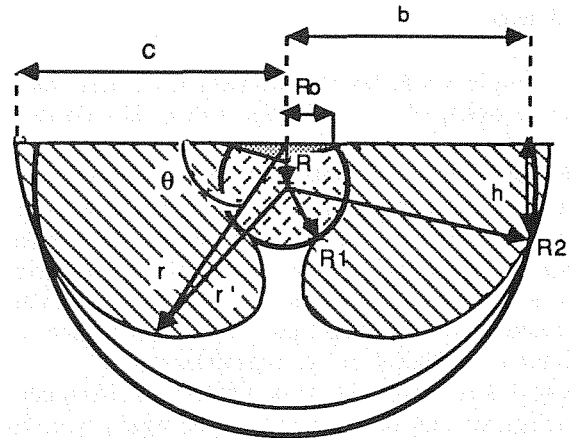


Fig.5. Representación gráfica de la fisura tipo riñón en la que se muestran los parámetros considerados en el modelo.

Estas observaciones, nos sugieren una segunda hipótesis que consiste en admitir la existencia de tres regiones diferentes alrededor de la imprenta (Fig.5):

Región 1. Una zona plástica de forma esférica y radio "R1", centrada a una profundidad "R" de la superficie de la muestra; se trata de la región de corazón mencionada anteriormente. La inaccesibilidad de las fisuras a esta región se debe a la compresión ejercida por el resto del material.

Región 2. Una porción de capa semiesférica de radios interno y externo "R1" y "R2", respectivamente (Fig.5). Denominaremos a esta región zona de transición.

Región 3. La matriz elástica que rodea a las dos regiones anteriores.

Como puede apreciarse en la Figura 5, la mayor parte del perfil se encuentra en la región de transición y sólo una pequeña parte, el arco de mayor radio, en la región elástica.

En el corazón el material ha sufrido una drástica transformación durante el ensayo, mientras que en la región elástica el material sólo ha sufrido una deformación elástica. Es lógico, pues, suponer que en la región de transición el material este aún distorsionado y, a la vez, deformado elásticamente ya que su recuperación no es posible debido a la zona plástica (corazón).

En el modelo que proponemos admitiremos que en la región de transición la tenacidad del material, " $K_c$ ", disminuye de forma monótona al aumentar la distancia al

centro del corazón, "r", hasta alcanzar su valor en la región elástica, "K<sub>co</sub>". Esta hipótesis puede expresarse matemáticamente en la forma

$$K_c(r') = K_{co}(1 + \phi(r')) \tag{5}$$

siendo "φ(r')" una función definida para R1 < r' < R2 que representa la variación relativa de la tenacidad en la zona de transición

$$\phi(r') = (K_c(r') - K_{co}) / K_{co} \tag{6}$$

Este modelo nos permite justificar el perfil tipo riñón mediante el siguiente razonamiento:

El arco de circunferencia más externo se origina como consecuencia de su localización en la zona elástica (K<sub>c</sub>=K<sub>co</sub>) y de la simetría radial del factor "K<sub>r</sub>", dado por la expresión (4). Cuando el perfil se introduce en la zona de transición, la tenacidad del material aumenta al disminuir la distancia al corazón y, en consecuencia, la igualdad (3) sólo se cumple para valores de "r" progresivamente menores; de esta forma se obtiene la curva del perfil en la zona de transición. Por último, el arco de circunferencia más interno se debe a la existencia del corazón que retiene a la fisura en su frontera.

Teniendo en cuenta que para r'=R2 se cumple que r=c (Fig.5) y haciendo uso de las igualdades (3) (4) y (5), particularizando para r' = R2, se obtiene:

$$K_{co} = \chi P / c^{3/2} \tag{7}$$

siendo "c" la longitud de la fisura en superficie (Fig.1 y Fig.5). Llegados a este punto debemos destacar que si el extremo de la fisura se encuentra en la región elástica, independientemente de la carga del ensayo, la longitud "c" debería ser proporcional a "P<sup>2/3</sup>". En tales condiciones sería lícito utilizar la expresión (2), correspondiente a fisuras semicirculares, para evaluar la tenacidad del material aunque no sea esta la morfología de las fisuras. En realidad, lo que sugerimos es que en nuestro caso siempre tenemos una porción semicircular de perfil que intersecta a la superficie de la muestra, siendo entonces adecuada la expresión (2) para evaluar la tenacidad.

El modelo también justifica los otros perfiles obtenidos. Efectivamente, las diferencias que presentan estas fisuras a cargas bajas con respecto a las fisuras radiales, se comprenden admitiendo que se trata más bien de fisuras semicirculares obstaculizadas por la región de transición y el corazón. El perfil semicircular que se obtiene a 490N se interpreta admitiendo simplemente que se encuentra en la región elástica.

Podemos pues concluir que el modelo propuesto nos permite interpretar satisfactoriamente el conjunto de los resultados obtenidos, siendo esta interpretación satisfactoria un argumento mas en favor de las hipótesis adoptadas. A continuación, abordaremos la última fase de este trabajo, consistente en la explotación del modelo con el fin de obtener la máxima información posible.

**Aplicación del modelo.**

Como ya hemos discutido anteriormente, es posible utilizar de la expresión (2) para evaluar la tenacidad del material. El valor de K<sub>c</sub> obtenido (3.2 MPa m<sup>1/2</sup>) es similar al obtenido mediante ensayos de flexión (12), siendo esta concordancia un argumento adicional en favor de nuestras hipótesis. Sin embargo, esta no es la única información que podemos obtener, como veremos a continuación.

A partir del perfil de fisuras se pueden obtener los parámetros del modelo "R", "R1" y "R2" que definen la región de transición y el corazón. Conocidos estos parámetros, es también posible obtener la función φ(r') que expresa la variación local de la tenacidad en la región de transición. Describiremos a continuación el procedimiento utilizado, así como los resultados obtenidos:

1) Utilizaremos como datos de entrada los valores de "R<sub>o</sub>", "h" y "b" obtenidos directamente del perfil (Fig.5). El valor de "R<sub>o</sub>" es la distancia medida en superficie entre el punto de contacto impresor-muestra y la frontera del corazón. Los valores de "h" y "b" son las coordenadas rectangulares del punto en el que la fisura alcanza la zona de transición. También utilizaremos como datos de entrada las coordenadas polares (r, θ) de los perfiles; en la Figura 6 se muestra la representación polar de un perfil obtenido a 490 N.

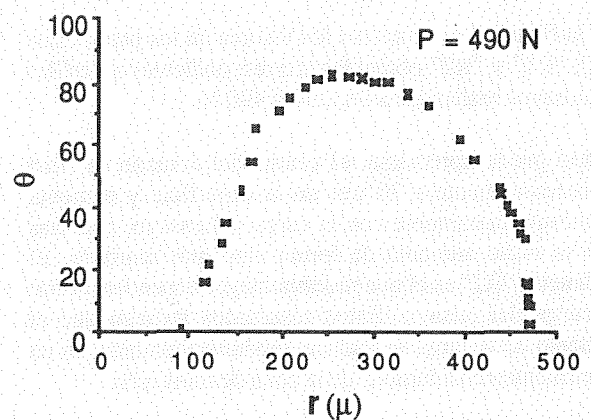


Fig. 6. Representación polar de un perfil de fisura tipo riñón obtenido a 490 N.

2) Sustituyendo las expresiones (4) y (5) en la igualdad (3) y utilizando la expresión de  $K_{co}$  (6), se obtiene finalmente

$$\phi(r') = (c/r)^{3/2} - 1 \tag{8}$$

Para evaluar esta función hemos de determinar el valor de "r'" asociado a cada valor de "r". Teniendo en cuenta que "r", "r'" y "R" forman un triángulo, siendo  $\theta$  el ángulo complementario del ángulo entre r y R (Fig.5), se verifica

$$r'^2 = r^2 + R^2 + 2rR\text{sen}\theta \tag{9}$$

3) Para calcular "R", se utiliza la parte del perfil correspondiente a la frontera del corazón. Particularizando la expresión (9) para  $r'=R_1$  se obtiene

$$R_1^2 = r^2 + R^2 + 2rR\text{sen}\theta \tag{10}$$

Como se aprecia en la Fig.5, se puede formar un triángulo rectángulo de lados "R", "R1" y "R0", luego

$$R_1^2 = R^2 + R_0^2 \tag{11}$$

Sustituyendo (11) en (10) se obtiene finalmente

$$R_0^2 = r^2 + 2rR\text{sen}\theta \tag{12}$$

Esta es la expresión que se ha utilizado para obtener "R" mediante un procedimiento de ajuste por mínimos cuadrados.

Conocido "R", calculamos "R1" de (11) y, por último, se obtiene "R2" mediante la expresión

$$R_2^2 = (h-R)^2 + b^2 \tag{13}$$

En la Figura 7 se muestran los valores de los parámetros "R", "R1" y "R2" obtenidos, correspondientes a perfiles de ensayos realizados a 98, 294 y 490 N.

Como puede apreciarse, el centro del corazón se sitúa aproximadamente a 70  $\mu\text{m}$  de la superficie y aumenta sólo muy ligeramente con la carga del ensayo, mientras que su radio aumenta de forma algo más marcada. El parámetro "R2" es el que muestra mayor dependencia con la carga del ensayo. Estos resultados indican que el aumento de la carga se traduce, fundamentalmente, en un crecimiento considerable de la zona de transición.

(4) El último paso del proceso consiste en determinar la función  $\phi(r')$  que representa la variación local de tenacidad en la zona de transición.

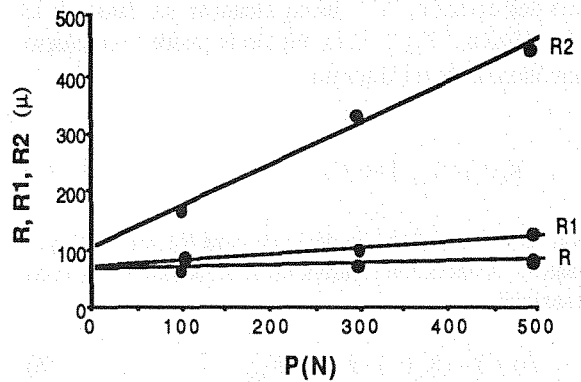


Fig. 7. Se representan los valores de los parámetros "R", "R1" y "R2" del modelo, correspondientes al ajuste de los perfiles obtenidos para cargas de 98, 294 y 490N.

Para ello, se utiliza la parte de la representación polar del perfil correspondiente a la zona de transición. Las coordenadas (r,θ) del punto del perfil considerado se sustituyen en la expresión (9) para obtener el valor de r' asociado y, a continuación, se obtiene el valor de la función  $\phi(r')$  en dicho punto mediante (8). En la Figura 8 se muestran los valores de  $\phi(r')$  correspondientes a un perfil tipo riñón obtenido a 490 N. Como puede apreciarse, el modelo predice que la tenacidad en la región de transición puede llegar a superar entre cuatro y cinco veces a la tenacidad del material.

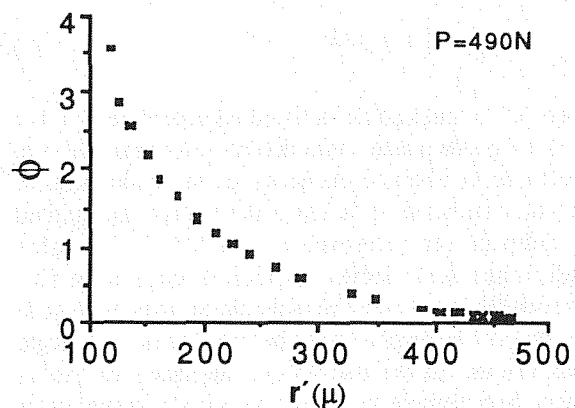


Fig.8. Se representan los valores de la función  $\phi(r')$  correspondientes al perfil obtenido a 490N.

*Agradecimientos:* Este trabajo ha sido financiado por el proyecto CICYT ref. MAT88-0181-C02 concedido por el Ministerio de Educación y Ciencia (España).

**5. REFERENCIAS.**

- (1) Garvie R. C., Hannink R. H. J. y Pascoe R. T., *Nature* **258**, 703-704 (1975).
- (2) Porter D. L. y Heuer A. H., "Mechanisms of Toughening Partially Stabilized Zirconia (PSZ)", *J. Am. Ceram. Soc.* **60**, 183-184 (1977).
- (3) Porter D. L. y Heuer A. H., "Microstructural Development in MgO-Partially Stabilized Zirconia (Mg-PSZ)", *J. Am. Ceram. Soc.* **62**, 298-305 (1979).
- (4) Porter D. L., Evans A. G. y Heuer A. H., "Transformation Toughening in Partially Stabilized Zirconia (PSZ)", *Acta Metall.* **27**, 1649-1654 (1979).
- (5) Heuer A. H., Readey M. J. y Steinbrech R. W., "On the Annealing of test Specimens of High Toughness Mg-PSZ", *J. Am. Ceram. Soc.* **71**, C2-C8 (1988).
- (6) Heuer A. H., Lanteri V. y Dominguez-Rodriguez A., "High Temperature Precipitation Hardening of  $Y_2O_3$  Partially-Stabilized  $ZrO_2$  (Y-PSZ) Single Crystals", *Acta Metall.* **37**, 559-567 (1989).
- (7) Cook R. F. y Pharr G. M., "Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.* **72**, 787-817 (1990).
- (8) Anstins G. R., Chantikul P., Lawn B. R. y Marshall D. B., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Mesasuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements", *J. Am. ceram. Soc.* **64**, 533-538 (1981).
- (9) Niihara K., Morena R. y Hasselman D. P. H., "Evaluation of  $K_{Ic}$  of Brittle Solids by the Indentation Method with Low Crack-to-Indent Ratios", *J. Mater. Sci. Lett.* **1**, 13-16 (1982).
- (10) Laugier M. T., "New Formula for Indentation Toughness in Ceramics", *J. Mater. Sci. Lett.* **6**, 355-356 (1987).
- (11) Pajares A., Guiberteau F., Dominguez-Rodriguez A. y Heuer A. H., "Indentation-Induced Cracks and the Toughness Anisotropy of 9.4 mol%-Ytria-Stabilized Cubic Zirconia Single Crystals", *J. Am. Ceram. Soc.* **74**, 859-862 (1991).
- (12) Pajares A., Guiberteau F., Dominguez-Rodriguez A., Dransmann G. W. y Steinbrech R. W., "Propagation of Short Surface Cracks in Y-TZP", *Proceedings of the European Ceramics Society Second Conference '91, Augsburg, FRG.* Pendiente de publicación.

## EVALUACION DEL COMPORTAMIENTO DE CURVA-R EN CERAMICAS TENACES

J. Alcalá, L. Iturgoyen y M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ETSEI Barcelona, UPC  
Avenida Diagonal, 647, Barcelona 08028, España.

RESUMEN: Se evalúa la resistencia a fractura del nitruro de silicio y la Y-TZP mediante la curva-R, la cual se determina mediante grietas de indentación. Se compara el tipo de Curva-R presentado por los dos cerámicos en base a sus mecanismos de aumento de tenacidad. El modelo de fuerza constante es aplicado al caso de la Y-TZP, mientras que el de cuña rígida se aplica al nitruro de silicio. Se comenta el efecto del apantallamiento de grieta y su geometría en la determinación de la curva-R para la Y-TZP, ya que se ha observado que las grietas de indentación en este material son más radiales que semicirculares.

ABSTRACT: Fracture resistance of silicon nitride and Y-TZP is evaluated in terms of their R-curve, which is determined using indentation-produced flaws. The R-Curve for both materials is compared as different toughening mechanisms apply. The constant force model is used in Y-TZP while the rigid wedge is applied to silicon nitride. The influence of crack shielding and its geometry on the R-curve for the Y-TZP is discussed, since it is observed that crack geometry is much more radial than half-penny.

## 1. INTRODUCCION

Es conocido que las nuevas cerámicas tenaces exhiben un comportamiento de curva-R. Entre estas cerámicas se encuentran las aleaciones de circonita, alúminas, cerámicas duplex y nitruros de silicio [1-6]. Puesto que se prevé un incremento en la utilización de estas cerámicas como materiales estructurales, existe un gran interés por la evaluación de la curva-R que éstas presentan.

Con el nombre de curva-R queremos indicar el comportamiento a fractura de materiales cerámicos que aumentan su tenacidad en la medida que se produce extensión de grieta. Este fenómeno es una consecuencia del mecanismo de fractura de cerámicas tenaces. En el presente estudio se evalúa la curva-R de materiales caracterizados por mecanismos de incremento de tenacidad muy diferentes; en el caso de la TZP, se produce un apantallamiento del campo de tensiones resultante en la punta de

la grieta por un mecanismo de transformación bien conocido. En el caso del nitruro de silicio, el mecanismo de reforzamiento es causado por "crack bridging" y "pullout" de granos alargados [7].

Ya que la fractura de materiales cerámicos ocurre por propagación de grietas de tamaño muy reducido, inherentes a estos materiales, resulta de interés la evaluación de sus propiedades de fractura mediante este mismo tipo de grietas. Puesto que suele ser difícil la localización y posterior medición del crecimiento de defectos inherentes, en este estudio se utilizará el método de la indentación para generar grietas pequeñas.

Las curvas de resistencia a fractura (curvas-R) se calcularán fundamentalmente mediante la determinación de la variación de las longitudes de grietas producidas por indentación al aplicarseles un esfuerzo de tracción determinado. En este estudio se tiene en cuenta el efecto de los esfuerzos residuales de indentación sobre la curva-R

calculada.

2. CONSIDERACIONES TEORICAS

Una técnica usada para determinar la curva-R de materiales cerámicos fue propuesta inicialmente por Cook y Lawn [7]. Este método se basa en la medición de la longitud de las grietas sobrevivientes en la superficie sometida a tracción de una probeta indentada después de ser rota en flexión por cuatro puntos. Con esta técnica es posible conocer de una manera relativamente fácil el crecimiento de grieta como función del factor de intensidad de tensiones aplicado (curva-R).

Muchos materiales cerámicos exhiben una única tenacidad a la fractura, independiente de la longitud de grieta; en estos casos, cuando el factor de intensidad de tensiones aplicado alcanza un valor crítico ( $K_c$ ), la grieta se propaga de forma inestable:

$$K_a = K_c \tag{1}$$

siendo el  $K_a$ , la fuerza propulsora para la propagación de la grieta.

En el caso de materiales que presentan un comportamiento de curva-R, la tenacidad a la fractura es función de la longitud de la grieta, por lo tanto, las condiciones que deben cumplirse para producir fractura inestable son:

$$K_a = K_R(c) \tag{2}$$

$$dK_a / dc > dK_R / dc \tag{3}$$

Para el caso de grietas semicirculares, el factor de intensidad de esfuerzos,  $K_a$ , puede ser calculado mediante la siguiente expresión [1]:

$$K_a = 2 \sigma (c / \pi)^{1/2} \tag{4}$$

Además, debe considerarse que si no se ha producido alivio de tensiones en el material, existe un campo de esfuerzos residuales de abertura de grietas generado por la deformación plástica de indentación. Es bien conocido [8] que este esfuerzo residual se puede expresar como

$$K_r = \chi P / (c^{3/2}) \tag{5}$$

De esta forma, el factor de intensidad de tensiones que sufre una grieta producida por indentación podrá ser calculado sumando la ecuación 3 y 4, así:

$$K_R(c) = 2 \sigma (c / \pi)^{1/2} + \chi P / (c^{3/2}) \tag{6}$$

Según Lawn y otros [8], la constante  $\chi$  puede ser definida como:

$$\chi = \delta (E / H)^{1/2}, \tag{7}$$

siendo  $\delta$  una constante dependiente del material, la geometría del indentador y el módulo de Poisson.

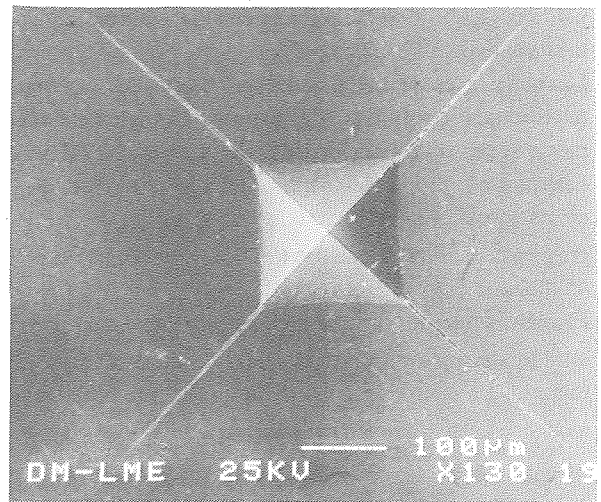


Fig 1: Indentación Vickers en la Y-TZP realizada con una carga de 45 Kp.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se cortaron probetas rectangulares de nitruro de silicio de 45 x 4 mm y 3 mm de espesor, y de TZP (2.8 % molar de itria) de 25 x 5 mm y 3 mm de espesor. Estas probetas fueron rectificadas y pulidas en el lado de 3 mm. En esta superficie (que posteriormente sería sometida a tracción en un ensayo de flexión) se realizaron indentaciones Vickers con cargas variables desde 15 hasta 45 Kp. Las indentaciones fueron orientadas de forma tal que una diagonal y sus grietas emergentes fueran perpendiculares al eje de la probeta. En la figura 1 se presenta una indentación realizada en la Y-TZP con 45 Kp. Con el fin de eliminar las tensiones residuales generadas

TABLA 1: Características microestructurales de la TZP estudiada

Diámetro de grano (micras)	a (nm)	c (nm)	c/a	proporción monoclinica (%)	
				superficie de fractura	sin tensiones residuales
0,2	0,508	0,517	1,016	29,3	no se observa



por la indentación y revertir la transformación tetragonal-monoclínica que se produjo durante su realización, las probetas de Y-TZP fueron sometidas a 1100°C por 45 minutos, y enfriadas lentamente en el horno. Se pudo comprobar que este tratamiento térmico no tuvo efecto alguno sobre la microestructura del material, obteniéndose un material de estructura totalmente tetragonal.

En los dos materiales estudiados, las grietas fueron medidas por microscopía óptica con contraste diferencial Nomarski, y con microscopía electrónica de barrido. Todas las probetas fueron fracturadas en flexión por cuatro puntos registrándose la carga máxima, la deformación a la rotura mediante un LVDT para el nitruro de silicio y la longitud final de todas las indentaciones. Este material fue fracturado con distancia entre puntos de apoyo de 20 y 40 mm. La Y-TZP fue fracturada con distancia entre puntos de apoyo de 12 y 24 mm.

Las superficies de fractura fueron observadas mediante microscopía electrónica de barrido. Complementariamente se realizó difracción de rayos-X en la Y-TZP para determinar la proporción de fases tetragonal-monoclínica en las superficies rectificadas, pulidas, en las de fractura, y en las pulidas y tratadas térmicamente a 1100°C por 45 minutos.

El análisis microestructural en el nitruro de silicio fue realizado atacando el material a 360°C con NaOH por 3 minutos. La microestructura de la Y-TZP fue observada mediante ataque térmico del material a 1400°C.

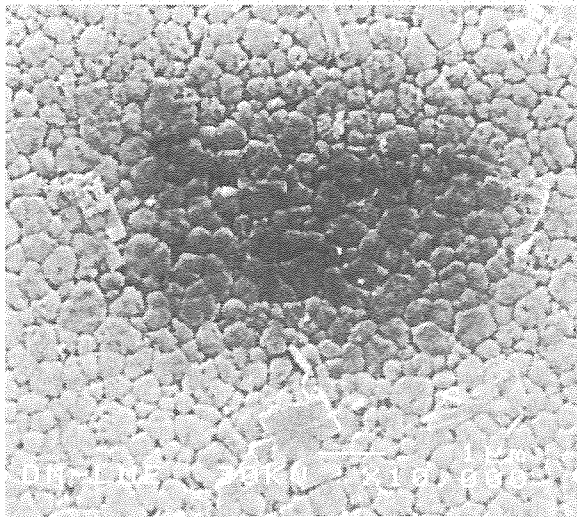


Fig 2: Microestructura de la Y-TZP en una zona de tamaño de grano homogéneo.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSION

### 4.1. Microestructuras

Los resultados del análisis microestructural se muestran

en las figuras 2 y 3 para la Y-TZP y el Nitruro de Silicio. La estructura de la TZP en la figura 2 muestra un tamaño de grano de aproximadamente 0.3  $\mu\text{m}$ , no obstante, en otras zonas de material se ha podido observar estructuras de algunas micras de diámetro formadas por subgranos del material. Se pudo comprobar con el estudio de rayos-X que las probetas de este material después de ser rectificado poseen una proporción superficial de fase monoclínica del 10.1%, y que cuando es sometido a 1100°C por 45 minutos recobra totalmente su simetría tetragonal. También se ha detectado que este material presenta óxido de hafnio como impureza principal. Otras características de la Y-TZP estudiada se observan en la Tabla 1, y se encuentran dentro de lo observado por otros autores [9 y 10].

El nitruro de silicio presenta una estructura de tamaños de grano irregulares, entre los cuales existe una importante proporción de granos alargados, que se supuestamente son de  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ . Este material presenta impurezas de Fe.

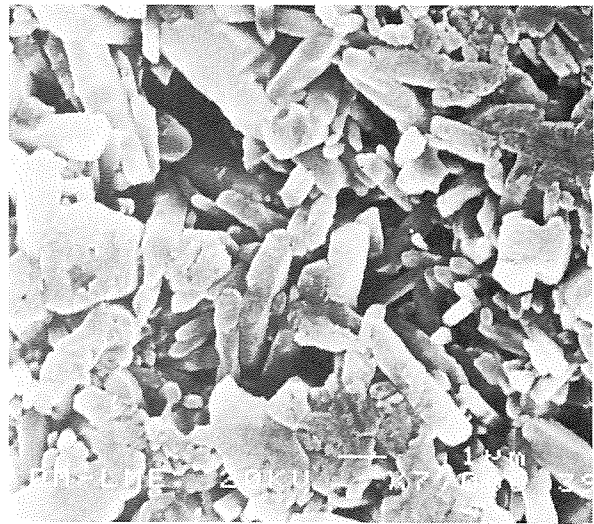


Fig 3: Microestructura del nitruro de silicio en la que se observa una considerable cantidad de granos alargados.

### 4.2. Curvas-R

Las curvas-R fueron calculadas mediante dos procedimientos. El primero, que llamaremos método de la indentación, se basa en realizar indentaciones con distintas cargas en la superficie pulida. La medición de las grietas resultantes de las indentaciones permite determinar factores de intensidad de tensiones residuales para cada longitud de grieta en función de la carga aplicada usando la ecuación 5. En la segunda técnica, las indentaciones con o sin alivio de tensiones, son sometidas a cargas de tracción en ensayos de flexión por cuatro puntos (técnica de indentaciones sobrevivientes), usándose la ecuación 6

para determinar puntos de la curva-R.

La curva-R presentada por el nitruro de silicio se observa en la figura 4. En esta gráfica se sobreponen los puntos obtenidos mediante la técnica de la indentación a los de la curva-R obtenidos midiendo las indentaciones sobrevivientes en el ensayo de flexión por cuatro puntos. La máxima tenacidad a la fractura observada es de  $6 \text{ MPa m}^{1/2}$ ; en este material se observa una región inicial de la curva-R de pendiente más pronunciada que el resto (primeras 100 micras). Estos resultados se encuentran dentro de los límites para un material de granos alargados de tamaño medio según Tirake y otros [11] y concuerdan con los valores encontrados para el nitruro de silicio estudiado por Saliba y otros [12].

Ya que el nitruro de silicio no fue recocido después de realizar las indentaciones, el factor de intensidad de tensiones residual fue restado del aplicado externamente. [2]. En este material se han observado crecimientos de grieta de 1.6 veces la longitud inicial ( $c_0$ ), por lo tanto  $c^*/c_0$  es superior a 1.6 (siendo  $c^*$  es la longitud de inestabilidad) y el modelo de fuerza constante es el más adecuado, lo cual concuerda con lo observado por Ramachandran y Shetty [2], y de acuerdo con estos autores se considerará entonces que  $\delta = 0.023$ .

La curva-R de la Y-TZP fue calculada únicamente mediante el método de indentaciones sobrevivientes del ensayo de flexión (Fig. 5). Al realizar indentaciones en aleaciones transformables de circonita debe considerarse el efecto de la variación del apantallamiento sobre la curva-R del material, ya que la altura de la zona transformada disminuye a medida que la grieta progresa. En el caso del uso de probetas con grietas mayores o la técnica de las indentaciones sobrevivientes en probetas recocidas, el apantallamiento evolucionará de forma inversa al caso

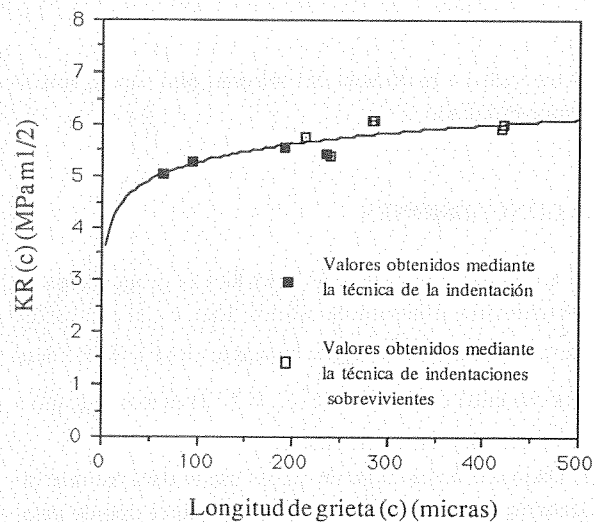


Fig 4: Curva-R del nitruro de silicio.

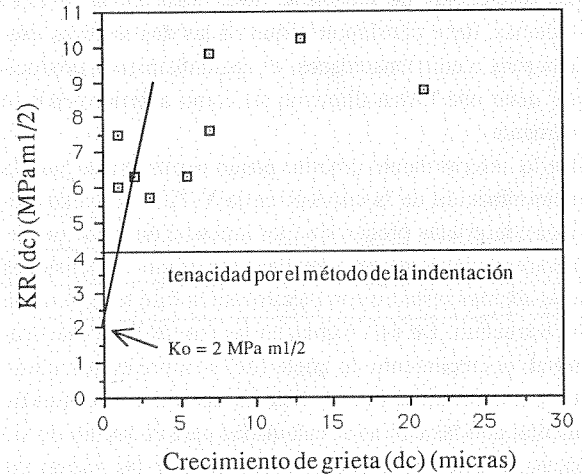


Fig 5: Curva-R de la Y-TZP

de una grieta que progresa por esfuerzos residuales de indentación, esto es: inicialmente mínimo y creciente hasta que el estado estacionario se alcanza. Si se considera además que la curva-R de la Y-TZP es inicialmente muy empinada tendiendo hacia la tenacidad de estado estacionario rápidamente (primeras 5 micras de crecimiento), los esfuerzos residuales no podrán ser evaluados mediante la ecuación 5 ya que la grieta es muy próxima a la indentación; por lo tanto, la técnica de la indentación no será utilizada para determinar la curva-R del material.

La tenacidad inicial y la pendiente de la curva-R de la Y-TZP indicadas en la figura 5 corresponden a los valores calculados por [1] en este mismo material. En el presente estudio se observa que las grietas de indentación crecen relativamente poco en el caso de la Y-TZP, y la longitud de inestabilidad grieta ( $c^*$ ) es cercana la longitud inicial de la grieta producida por indentación. Por lo tanto, el modelo de fuerza constante es el más apropiado ya que supone  $c_0 = c^*$ ; la constante  $\delta$  en este caso es de 0.016.

Un comentario particular merece el hecho de la gran diferencia en valores de tenacidad en estado estacionario obtenidos para la Y-TZP con los dos métodos usados. Con la técnica de la indentación se obtuvo un valor de  $4.2 \text{ MPa m}^{1/2}$  constante a partir de cierta longitud de grieta, mientras que con el método de las indentaciones sobrevivientes fue posible determinar tenacidades próximas a  $10 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Es posible que la diferencia entre los dos métodos esté en la forma de la grieta producida por indentación, ya que se ha podido observar en un estudio realizado por los autores que la forma de la grieta para el caso de la Y-TZP es más bien radial que semicircular. Este resultado ha sido descrito por [1] para el mismo material (en el presente congreso se presenta un trabajo mas detallado de este fenómeno). Ya que en los modelos presentados en la literatura las grietas de indentación tienen una forma semicircular, es posible atribuirle a este efecto

las diferencias de tenacidad observadas en la Y-TZP. Además, debe considerarse que en las dos técnicas usadas para medir tenacidades, el apantallamiento producido tiene una forma diferente tal como anteriormente se comenta.

De lo anteriormente descrito puede pensarse que para la determinación de la curva-R en la Y-TZP mediante técnicas de grietas producidas por indentación, debe procederse necesariamente a realizar un alivio de tensiones que además restaure completamente la fase tetragonal de la estructura. De esta forma, en las curvas-R de este material, el crecimiento de grieta ( $\Delta c$ ) siempre estará referido a una longitud inicial. Esta es una diferencia fundamental con las curvas-R calculadas para el nitruro de silicio; en este caso debe considerarse que las grietas de indentación poseen mecanismos de reforzamiento desde su iniciación. Por consiguiente, en este último caso, las curvas-R son calculadas para incrementos en la longitud de grieta iguales a la longitud final.

En los ensayos a alta temperatura que se realizan actualmente, se ha podido observar un incremento en los valores de tenacidad del nitruro de silicio. Este efecto es consistente con lo observado por [12] para este material.

#### 4.3. Mecanismos de Fractura

Los mecanismos de fractura en las cerámicas estudiadas son de carácter intergranular. Estos mecanismos se presentan en las figuras 6 y 7.

En el caso del nitruro de silicio (Fig 6) se pueden observar los mecanismos que le confieren el comportamiento de curva-R previamente caracterizado ("crack bridging" y "pullout" de granos). En esta figura se observa lo tortuosa que resulta la trayectoria intergranular de la grieta. La grieta presentada en esta figura pertenece a una indentación sobreviviente en la que el comportamiento de curva-R fue medido. Un mecanismo particular presentado en este material justo antes de la detención de la grieta es la nucleación de grietas secundarias en bordes de grano. A medida que la carga se incrementa, los granos entre las dos grietas sufren una ligera rotación generándose un mecanismo de bridging entre ambas grietas. Se cree que este fenómeno incrementa la tenacidad del material y por lo tanto, su curva-R. El mecanismo descrito ha sido también observado por [12].

En la figura 7 se presenta la morfología intergranular de fractura en la Y-TZP. Por lo tanto, la tenacidad a fractura del material dependerá no solo de su capacidad de sufrir transformación tetragonal-monoclínica, sino de la resistencia de la fase vítrea intergranular existente en el material. En esta figura se presenta una zona en la que hay presencia de granos grandes formados por coalescencia de subgranos la cual es atravesada por una grieta de indentación. El efecto que tiene este tipo de estructura en

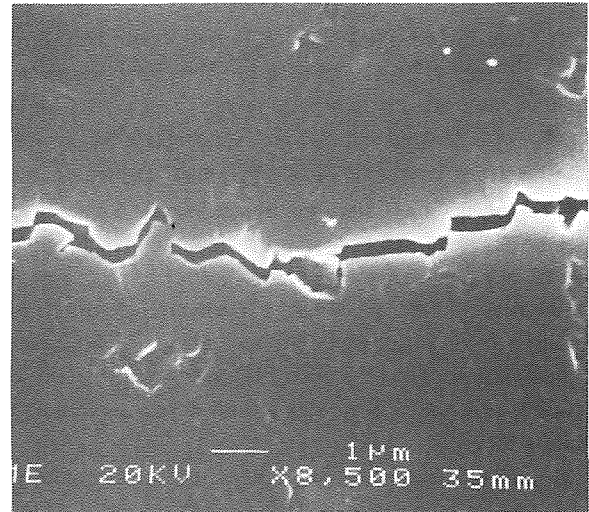


Fig 6: Mecanismos de fractura típicos en el nitruro de silicio.

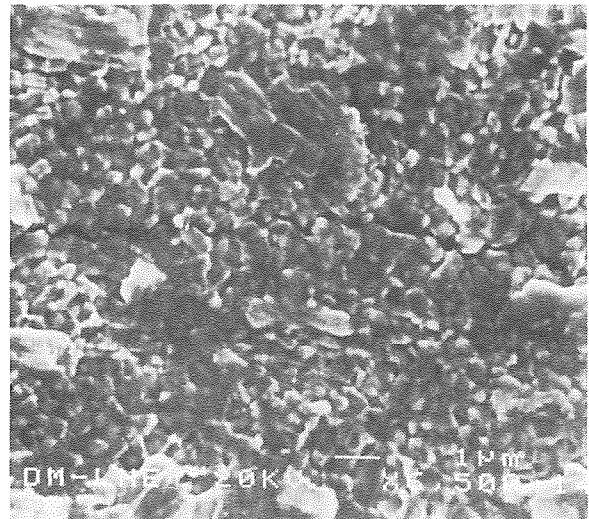


Fig 7: Fractura intergranular observada en la Y-TZP.

la tenacidad a la fractura del material está siendo actualmente estudiado.

#### 5. CONCLUSIONES

1) La Y-TZP presenta una curva-R más pronunciada en comparación al nitruro de silicio. Además, el modelo de fuerza constante ( $c^* = c_0$ ) es aplicable en la Y-TZP mientras que el de cuña rígida ( $c^*/c_0 = 2.52$ ) es más cercano a la fractura del nitruro de silicio.

2) Dado que en el rango de cargas usado para realizar indentaciones en la Y-TZP se observa que el tipo de grietas producido es mas bien radial, la técnica para la medición de la tenacidad a la fractura mediante indentación y

el método de las indentaciones sobrevivientes usado para evaluar la curva-R pueden conllevar un error considerable en este material.

3) Para el caso de aleaciones transformables de circonia, el apantallamiento de la grieta tiene formas diferentes dependiendo de si se usa la técnica de la indentación o la de indentaciones sobrevivientes para la determinación de tenacidades, por lo tanto, en estos materiales se espera que se obtengan valores de tenacidad dependientes de la técnica usada.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la CICYT por la subvención concedida para la realización de este trabajo, a través del proyecto MAT89-621 y a la Generalitat de Catalunya por la beca de formación de doctores otorgada.

#### BIBLIOGRAFIA

- 1) R. M. Anderson y L. M. Braun, "Technique for the R-Curve Determination of Y-TZP Using Indentation-Produced Flaws", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [10] pag 3059-3062 (1990).
- 2) N. Ramachandran y D. K. Shetty, "Rising Crack-Growth-Resistance (R-Curve) Behavior of Toughened Alumina and Silicon Nitride", *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 [10], pag 2634- 2641 (1991).
- 3) E. Inghels, A. H. Heuer y R. W. Steinbrech, "Fracture Mechanics of High-Toughness Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [7], pag 2023 - 2031 (1990).
- 4) E. Lutz, N. Claussen y M. V. Swain, " $K^R$ - Curve Behavior of Duplex Ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 [1], pag 11-18 (1991).
- 5) R.W. Steinbrech, A. Reichl y W. Schaarwächter, "R-Curve Behavior of Long Cracks in Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [7], pag 2009- 2015 (1990).
- 6) R. F. Krause, Jr, E. R. Fuller, Jr, y J. F. Rhodes, "Fracture Resistance Behavior of Silicon Carbide Whisker-Reinforced Alumina Composites with Different Porosities", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [3] pag 559-566 (1990).
- 7) R. Cook y B. Lawn, "A Modified Indentation Toughness Technique", *J. Am. Ceram. Soc.*, 66 [11] C-200-C-201 (1983).
- 8) B. R. Lawn, A. G. Evans y D. B. Marshall, "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System", *J. Am. Ceram. Soc.*, 63 [9-10] pag 574-581 (1980).
- 9) G. Grathwohl y T. Liu, "Crack Resistance and Fatigue of Transforming Ceramics: I, Materials in the  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$  System", *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 [2] pag 318-325 (1991).
- 10) H. K. Schmid, "Diffusion-Induced Grain Boundary Migration in Ceria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals", *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 [2] pag 387-394 (1991).
- 11) V. Tirake y S. R. Choi, "Influence of the  $Si_3N_4$  Microstructure on Its R-Curve and Fatigue Behavior", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 12 [7-8] pag 1437-1447 (1991).
- 12) H. E. Saliba, L. Chuck y L. Hecht, "High-Temperature R-Curve Determination of an HIP'ed Silicon Nitride", *Ceram. Eng. Proc.*, 12 [7-8] pag 1418-1436 (1991).

## ESTUDIO DEL METODO DCM PARA LA DETERMINACION DE KIC EN ALUMINAS COMERCIALES

A. García\* y D. Gibert\*\*

\*Inasmet. Dpto. Cerámicas y Pulvimetalurgia  
Camino de Portuetxe 12. San Sebastián 20009

\*\* ENI Tarbes

**Resumen.** Se ha realizado un estudio de la influencia de diversos factores experimentales e intrínsecos del material en la determinación de KIC por el método conocido como DCM. Se empleó una alúmina comercial con el fin de no recurrir a las condiciones óptimas de medida, sino a las reales. Factores como la carga de indentación, el crecimiento lento de grietas, o el estado superficial del material fueron estudiados. La microestructura y el estado superficial de la probeta se revelaron de extrema importancia en la caracterización de KIC, así como la elección de la carga y ecuación adecuadas.

**Abstract.** The influence of various experimental and intrinsic parameters in the DCM method for the determination of the KIC factor have been studied. The material employed was a commercial alumina in order to work in real conditions, non optimized. The main factors studied are the indentation load, the slow crack growth, and the surface stress state. Results conclude that the main influencing factors are the microstructure and the surface state, together with the choice of an adequate indentation load and evaluation equation.

### 1. INTRODUCCION

La falta de normativa existente para la determinación de las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos, y en particular del factor de intensidad de esfuerzos  $K_{IC}$ , ha conducido a un gran número de investigadores al estudio y adaptación de métodos de ensayo habitualmente utilizados con los metales, y al desarrollo de nuevas metodologías para los materiales cerámicos. Una de estas técnicas, conocida como método de indentación o DCM (del inglés "direct crack measurement"), establece una relación entre la tenacidad del material y la longitud de las grietas que se producen desde los vértices de una indentación Vickers. La mayor ventaja del método es su relativa sencillez y bajo coste, requiriendo una pequeña cantidad de material, procedimientos habituales de preparación metalográfica, y sencillo instrumental de laboratorio.

Dichas características hacen del método DCM uno de los más ampliamente utilizados en universidades y centros de investigación, particularmente como criterio de optimización de las variables de proceso durante la fabricación de materiales cerámicos. Sin embargo, la valoración de los resultados experimentales constituye una tarea extremadamente dificultosa habida cuenta de la presencia de múltiples factores microestructurales y experimentales, cuya influencia es objeto de debate actualmente. Adicionalmente, la gran profusión de modelos y ecuaciones encontradas en la literatura crea un mayor grado de confusión en la interpretación de los valores determinados.

Básicamente, la técnica de indentación se fundamenta en la generación de grietas en un material por presión con un

indentador agudo. De este modo, se genera un campo de tensiones elasto-plásticas, que produce una zona de deformación plástica, además de unas grietas en el fondo de dicha zona y en la superficie del material debidas a la energía elástica. Adicionalmente, cuando la presión se releva quedan tensiones residuales remanentes que propagan estas grietas, o generan nuevas grietas paralelas a la superficie, conocidas como laterales.

Hace ya más de 30 años que Palmquist (1) por primera vez relacionó la longitud de las grietas con la tenacidad del material, pero aún hoy en día sigue estudiándose este fenómeno, sin existir una solución totalmente satisfactoria.

Una simplificación de los fenómenos que se producen conduce a la definición de dos modelos: el modelo median-radial (o half-penny), y el modelo Palmquist, cuyos esquemas se observan en la figura 1.

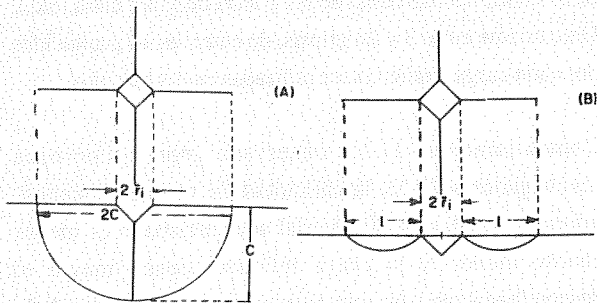


Fig. 1. Modelos de grietas tipo (A) median radial, y (B) Palmquist

Numerosos investigadores han realizado estudios sobre ambos modelos, existiendo en la literatura gran profusión de relaciones que, para distintas condiciones, ligan  $K_{IC}$  con los parámetros de indentación, y la longitud de las grietas. Por ello, no ahondaremos más en el presente trabajo sobre los citados estudios y modelos, sino que se evaluará la validez de las diversas relaciones y modelos conforme a los resultados obtenidos con el material por nosotros empleado. Se estudia para ello la influencia de las principales variables experimentales (carga de indentación, tensiones residuales de mecanizado-pulido, tiempo transcurrido entre la indentación y la medida) y su interferencia con las características microestructurales. Las medidas realizadas son evaluadas de acuerdo a 11 ecuaciones seleccionadas de la literatura, realizando finalmente un crítica de los resultados obtenidos.

El material de trabajo es una alúmina comercial procedente de un blindaje balístico. Previamente a la realización de los estudios DCM se analizó la composición química, se

observó la microestructura, y se midieron la densidad, dureza, módulo de Young y la resistencia a flexión del material para conocer sus características y naturaleza. Finalmente, se determinó el factor de intensidad de esfuerzos,  $K_{IC}$ , por dos técnicas adicionales con el fin de comparar los resultados obtenidos con las distintas metodologías.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El análisis químico se realizó por medio de EDS en una microsonda JEOL. El análisis microestructural se realizó en probetas metalográficas sometidas a un ataque térmico a 1400° en aire durante 15 minutos, mientras la densidad se determinó por el principio de Arquímedes, pesando el material en aire e inmerso en agua.

Los estudios DCM se realizaron sobre probetas de flexión embutidas en bakelita y preparadas metalográficamente según el procedimiento habitual, metalizadas con oro para obtener mejor reflexión de la luz y visualización de las huellas y las grietas. Se empleó un microdurómetro Zwick 3212 para la producción de indentaciones y grietas, empleando las siguientes cargas: 0,3 - 0,5 - 0,8 - 1 - 2 - 3 - 4 - 5 - 6 - 7 - 8 y 20 Kg. El tiempo de caída fue de 20s, y el de mantenimiento de 15s en todos los casos. Se realizó un mínimo de 20 huellas por cada carga. Las medidas se realizaron en un analizador de imágenes, Quantimet, adaptado a un microscopio óptico.

Para la determinación de la influencia de las tensiones residuales se sometió una probeta a un tratamiento térmico en aire a 1000° durante 1 hora, realizándose a continuación indentaciones Vickers con 5 y 20 Kg en las condiciones descritas anteriormente.

La determinación del módulo de Young y la resistencia a flexión, MOR, se realizó mediante ensayos de flexión en 4-puntos según la norma ASTM C1161-90, recomendación B (distancia entre apoyos superior-inferior 20-40 mm; probetas prismáticas de dimensiones 3x4x50 mm) en una máquina de ensayos universal Instron 6025. Se emplearon 30 probetas rectificadas con diamante hasta un acabado superficial  $Ra < 0,3 \mu m$ , y los resultados se estudiaron por estadística de Weibull. Se observó varias fracturas con el fin de determinar la naturaleza de los defectos orígenes de rotura.

Adicionalmente, se determinó K<sub>IC</sub> por los métodos conocidos como ISB (indentation-strength-in bending), y SENB (single-edge-notch-beam). Ambos ensayos fueron realizados en flexión 4-puntos con una velocidad de 0,2mm/min. Las probetas utilizadas consistieron en probetas de flexión modificadas, de forma que en el método ISB se realizó una indentación Vickers 20kg en el centro de la cara sometida a tracción, mientras en el método SENB se preparó una entalla de 0,5mm de espesor y 1mm de profundidad.

### 3. CARACTERIZACION DEL MATERIAL

#### Microestructura, Composición y Densidad

La composición del material es la siguiente: 98,5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1% SiO<sub>2</sub>, 0,5% CaO, presentando una densidad de 3,84 g/cm<sup>3</sup>.

La microestructura denota una distribución granulométrica bimodal con granos de gran tamaño, alrededor de 20 µm, y granos finos, del orden de 3-5 µm. No se observa un porcentaje apreciable de fase vítrea procedente de las impurezas detectadas en el análisis. La porosidad es de tipo cerrado y tamaño pequeño (0-3µm), mayormente centrada en los puntos triples y límites de granos. En una amplia observación no se detectó presencia de alomerados ni otros defectos de fabricación. Un aspecto general de la microestructura puede apreciarse en la figura 2.

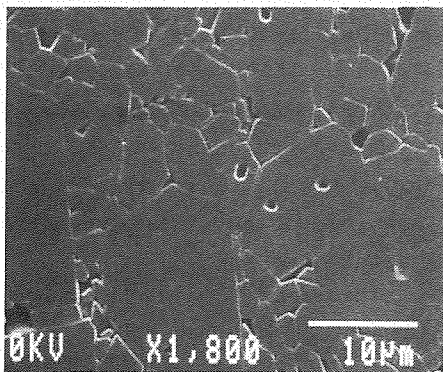


Fig. 2. Aspecto de la microestructura del material de trabajo

#### Propiedades mecánicas

El valor determinado de resistencia a flexión es de 322 MPa, y el módulo de Young de 334 GPa. La distribución de Weibull muestra un módulo de 19, el cual denota una baja dispersión de resultados considerando las características de los materiales cerámicos. La observación fractográfica muestra que los defectos originadores de la fractura son arranques de mecanizado en la mayoría de los casos.

El estudio realizado de evolución de la dureza con la carga muestra una fuerte dependencia para cargas menores de 4-5 Kg, mientras con cargas superiores el valor de dureza se estabiliza en torno a 12 GPa. Dada esta tendencia, se decidió emplear el valor de dureza Vickers de 12 GPa en todos los cálculos posteriores.

La determinación de K<sub>IC</sub> por los métodos ISB, y SENB arrojó unos valores entre 4 y 5,5 MPa.m<sup>1/2</sup>, dependiendo del método y el análisis realizado (2).

### 4- OBSERVACIONES EXPERIMENTALES

Una primera observación de las huellas producidas muestra la gran dificultad de obtención de indentaciones con las características requeridas para el cálculo de K<sub>IC</sub> (huellas netamente superiores al tamaño de grano, las grietas únicamente deben emanar de los vértices, la delimitación tanto de las huellas como de las grietas debe ser clara, etc.). Únicamente entre 3 y 20 grietas, de entre las 40 producidas por cada carga, pudieron ser utilizadas en los cálculos.

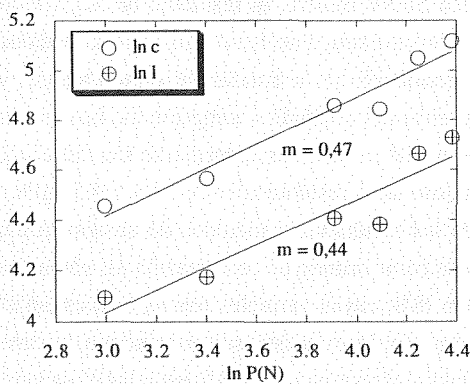
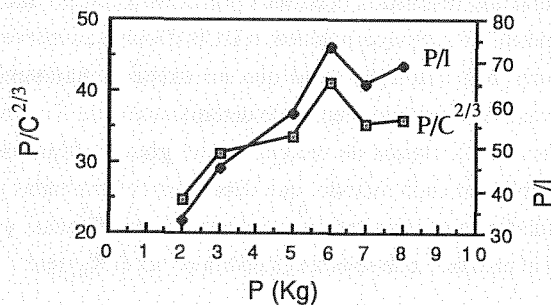
Contrariamente a lo observado por numerosos investigadores (3-5), la dificultad de obtener "buenas" grietas y huellas en el material aquí estudiado es mayor cuanto menor es la carga aplicada, siendo mayor el desconchamiento y las grietas emergentes de los lados de la indentación con cargas bajas, especialmente menores de 5Kg; Así, las huellas realizadas con cargas de 2 Kg o inferiores resultan prácticamente inmedibles. Adicionalmente, las cargas menores de 3 Kg producen huellas de dimensiones similares o inferiores a las de los granos más gruesos del material, alrededor de 20-30 µm. Por tanto, únicamente las huellas de 3 Kg o más son válidas para la medida de K<sub>IC</sub> en el material por nosotros seleccionado. Las mejores huellas fueron las obtenidas con cargas de 20 Kg.

Otro aspecto destacable es la gran dispersión de las medidas, en torno al 30%, manteniéndose en este rango con todas las cargas aplicadas.

### 5- DETERMINACION DE LA NATURALEZA DE LAS GRIETAS

Dado que las teorías desarrolladas para la determinación de K<sub>IC</sub> por medio de esta técnica se basan en la naturaleza de las grietas producidas, se aplicaron las relaciones desarrolladas por Anstis et al. (4) y Ponton & Rawlings

(5) para reconocer el tipo de grieta generado con diferentes cargas (median-radial, o Palmquist). Anstis concluyó que para las grietas del tipo median-radial la relación  $P/C^{2/3}$  es independiente de la carga; e igualmente para las de tipo Palmquist la relación  $P/l$  (donde  $l=c-a$ ) es independiente de la carga. Ponton y Rawlings establecen que si la relación  $\ln c$  vs.  $\ln P$  muestra una pendiente entre 1 y 2 las grietas son de tipo median-radial, mientras que si la pendiente de la relación  $\ln l$  vs.  $\ln P$  se encuentra entre 0.5 y 1 las grietas son de tipo Palmquist. La figura 3a y 3b muestran ambas relaciones aplicadas a los valores por nosotros obtenidos.

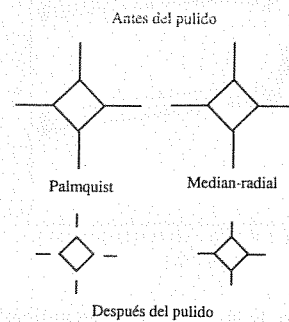


**Fig. 3.** (A) Variación de los parámetros  $c$ ,  $l$  y  $P$  según el modelo de Anstis para la determinación del tipo de grieta. (B) Variación de los parámetros  $c$ ,  $l$  y  $P$  según el modelo de Ponton para la determinación del tipo de grieta.

Tal como se observa, no es posible reconocer el tipo de grieta producida en nuestro material conforme a estas relaciones. Esto puede ser debido a dos fenómenos principales, en primer lugar las grietas pueden no ser de un tipo puro, sino que podría existir una importante aportación de grietas laterales subyacentes, o una pérdida de energía debido a fenómenos de "crack-branching"; en segundo lugar la presencia de tensiones residuales superficiales de signo compresivo, provenientes del mecanizado, pueden interferir con el crecimiento de la grieta.

Debido a la imposibilidad de detectar el tipo de grieta mediante el análisis de los datos, se procedió a un leve

pulido manual de la superficie con diamante de  $1 \mu\text{m}$ , de forma que la nueva superficie pudiese revelar el tipo de grieta según se indica en la figura 4.



**Fig. 4.** Determinación del tipo de grieta por pulido. Este nuevo análisis mostró claramente la naturaleza tipo Palmquist de las grietas iniciadas con cargas menores o iguales a 1 Kg, ya que desaparecieron por completo. Sin embargo, el gran número de arranques producidos por el proceso manual de pulido impidió reconocer de forma concluyente la naturaleza de las grietas iniciadas con cargas superiores, si bien las huellas menos dañadas parecían ser del tipo median-radial. Se consideró, por tanto, que las grietas producidas con cargas superiores a 2 Kg eran del tipo median-radial. Consecuentemente, para el cálculo de  $K_{IC}$  se han seleccionado de la literatura las siguientes ecuaciones correspondientes a un análisis del problema con grietas de dicho tipo:

Denom.	Ecuación $K_{IC} =$	Referencia
M-1	$0,0154(E/Hv)^{1/2}(P/c^{3/2})$	Anstis...(3)
M-2	$0,033(E/Hv)^{2/5}(P/c^{3/2})$	Niihara...(6)
M-3	$0,0363(E/Hv)^{2/5}(P/a^{3/2})(a/c)^{1,56}$	Lankford.(7)
M-4	$0,0232[f(E/Hv)]P(a.c^{1/2})$	Miranzo...(8)
M-5	$0,0417[f(E/Hv)]P(a^{0,42}c^{1,08})$	Miranzo...(8)
M-6	$0,0095(E/Hv)^{2/3}(P/c^{3/2})$	Lauger...(9)
M-7	$0,0222(E/Hv)^{2/5}(P/c^{3/2})$	Lauger...(9)
M-8	$0,035(E/Hv)^{1/4}(P/c^{3/2})$	Tanaka...(10)
C-13	$0,0285H^{0,6}E^{0,4}a^{0,5}\log(8,4a/c)$	Blendell.(11)
C-14	$10\gamma(E/Hv)^{0,4}a^{1/2}$	Evans....(12)
C-15	$0,0735H^{0,6}E^{0,4}a^{0,5}(c/a)^{-1,56}$	Lankford (13)

## 6- RELACION ENTRE LA CARGA DE INDENTACION Y KIC

Un estudio de los datos conforme a las ecuaciones anteriores se muestra en la figura 5.



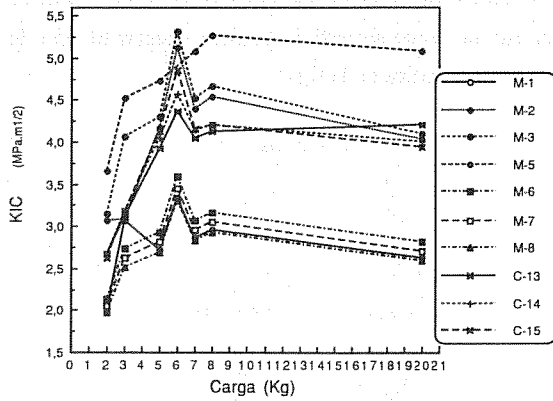


Fig. 5. Evolución de  $K_{IC}$  con la carga aplicada según diversos modelos

Los cálculos se realizaron teniendo en cuenta las limitaciones especificadas por sus autores. Los resultados obtenidos varían, como puede observarse en dicha figura, desde 2,6 hasta 5,57  $\text{MPa.m}^{1/2}$  dependiendo de la carga y la ecuación seleccionada. No obstante, en la mayoría de las ecuaciones se presenta la misma tendencia de evolución de  $K_{IC}$  con la carga, apreciándose un máximo alrededor de 6 Kg a partir del cual  $K_{IC}$  se establece en torno a un valor distinto en cada ecuación.

Una probable explicación de este comportamiento es la interacción de la microestructura con las grietas. Cuando la carga es baja las grietas son frenadas por los poros y los granos de gran tamaño debido a la baja energía de que disponen. En materiales como el empleado en este estudio, donde existe una distribución bimodal con gruesos granos en un porcentaje importante, se requiere un valor de energía umbral para que las grietas rompan o bordeen estos gruesos granos. En este caso, el valor umbral sería el correspondiente a aproximadamente 7 Kg de carga, ya que a partir de dicho valor  $K_{IC}$  es independiente de la carga. Si bien este es un comportamiento típico de materiales con granulometrías gruesas no es posible extrapolar o prever comportamientos, siendo necesario estudiar la relación existente entre la carga y la microestructura en cada caso.

Dado este comportamiento de dependencia de  $K_{IC}$  con la carga de indentación para cargas menores de 7 Kg, y la mejor calidad y precisión de las huellas producidas con 20 Kg, consideramos que estas son las más adecuadas para la determinación de  $K_{IC}$ . Comparando los valores obtenidos con las distintas ecuaciones se observa la existencia de tres grupos: el primer grupo lo componen las ecuaciones M-1, M-6, M-7, y M-8, las cuales producen resultados muy bajos, alrededor de  $2,7(\pm 0,1) \text{MPa.m}^{1/2}$ ; el segundo grupo

son las ecuaciones M-2, M-3, C-13, C-14, y C-15, dando valores alrededor de  $4(\pm 0,2) \text{MPa.m}^{1/2}$ ; finalmente, el tercer grupo es la ecuación M-5, que muestra un valor de  $K_{IC}$  de  $5 \text{MPa.m}^{1/2}$ .

Dada la complejidad de las ecuaciones, la multitud de factores intervinientes, constantes experimentales, y aproximaciones consideradas para su desarrollo, el análisis sistemático de los resultados es de gran dificultad, cuando no imposible, recurriéndose usualmente (5,14,...) al estudio de la habilidad de las distintas relaciones para emular los resultados obtenidos por otras técnicas, tales como SENB, chevron notched, o DCB (Double cantilever beam). Sin embargo, dado que no existe actualmente normativa ni criterio preciso de determinación de  $K_{IC}$  por metodología alguna de ensayo, existe gran multitud de variables en cada método, que deben ser determinadas y definidas, o cuando menos claramente especificadas, ya que el resultado que se obtenga podría no ser el  $K_{IC}$  real.

La técnica SENB mostró un resultado de  $5,5 \text{MPa.m}^{1/2}$ . Debemos considerar este resultado sobredimensionado dada la geometría de la entalla, su gran anchura, y las posibles tensiones residuales compresoras. Los resultados del ensayo ISB se analizaron mediante tres criterios (2), obteniéndose unos resultados entre 3,85 y  $4,5 \text{MPa.m}^{1/2}$ . De todos los resultados y métodos de ensayo utilizados tomaremos como criterio de comparación los obtenidos por el método ISB, cuyas variables fueron más estudiadas y controladas. Conforme a esto, son en principio descartables los resultados obtenidos por DCM según las ecuaciones del grupo 1 (M-1, M-6, M-7, y M-8). Las restantes ecuaciones ofrecen valores similares a los determinados por ISB, siendo prácticamente equivalentes.

## 7- INFLUENCIA DEL ESTADO SUPERFICIAL

Las indentaciones realizadas en probetas pulidas con diamante hasta  $1 \mu\text{m}$ , y posterior pulido con suspensión de alúmina de  $0,05 \mu\text{m}$  resultaron de muy difícil medida, debido al revelado de los límites de grano que produce dicha suspensión, interfiriendo en la determinación del camino de las grietas, y especialmente de su finalización, por lo cual no se consideró un método adecuado de relajación de tensiones.

Las indentaciones producidas tras el tratamiento térmico, con 5 y 20 Kg, presentaron huellas y grietas de fácil medida, con menor interferencia de grietas salientes de los

lados de la indentación, crack-branching, o desconchamientos. La dispersión entre las medidas realizadas es tan sólo del 4-5%, frente al 30% en el caso anterior.

Las grietas obtenidas en estas condiciones son ligeramente de mayor longitud que las obtenidas sin tratamiento térmico, afectando a los valores de  $K_{IC}$  únicamente entre 0.3 y 0.5 MPa.m<sup>1/2</sup> dependiendo de las ecuaciones. Tanto la diferencia de estos valores, como la baja dispersión de las medidas se debe a la relajación de tensiones compresoras provenientes del mecanizado. Dado que las probetas fueron sometidas a un proceso de rectificado previo al pulido (se emplearon trozos de probetas de flexión que fueron posteriormente embutidas en bakelita y pulidas) el signo de las tensiones ahora relajadas es compresivo, por lo cual el nuevo  $K_{IC}$  determinado tras el tratamiento térmico es menor que el determinado inicialmente. Numerosos autores consideran suficiente un proceso de pulido hasta una granulometría de 1  $\mu$ m o menor para garantizar la relajación de las citadas tensiones residuales. Se ha mostrado en el presente trabajo la inexactitud de esta recomendación, dependiendo probablemente la eficacia del pulido de la historia previa del material.

## 8- INFLUENCIA DEL CRECIMIENTO LENTO DE GRIETA

No se observó diferencia entre las longitudes medidas inmediatamente después de realizar la indentación (aprox. 3 min), 1 hora, 1 día, y 1 semana más tarde. De cualquier manera, es posible que exista cierto crecimiento lento desde la realización del ensayo hasta el momento de la medida, 3 minutos, debido a las tensiones residuales de la indentación. Dado que el transcurso de un periodo de tiempo en dicho proceso es físicamente inevitable, siempre debe contarse con la posibilidad de existencia de una componente de crecimiento lento de las grietas que rendirá valores de  $K_{IC}$  más bajos que los reales.

## 9- CONCLUSIONES

Es primeramente destacable la dificultad de determinación, tanto analítica, como experimental, del tipo de grieta formado, siendo esta la primera premisa que se requiere conocer para la evaluación de los resultados.

Existe una gran interrelación entre  $K_{IC}$ , la carga de indentación, y la microestructura del material, no pudiendo

establecerse a priori la carga más adecuada para realizar las medidas, exigiendo por tanto cada material un estudio previo. Si el material lo permite, cuanto más alta sea la carga más puede asegurarse la independencia de  $K_{IC}$  de los otros parámetros.

El estado superficial de las probetas es de gran importancia. La presencia de tensiones residuales superficiales se elimina sólo parcialmente por medio de un proceso de pulido, requiriéndose un tratamiento térmico para la relajación total. Dichas tensiones residuales no sólo influyen en el valor obtenido de  $K_{IC}$ , sino también en la precisión de las medidas realizadas, disminuyendo su dispersión del 30 al 5%.

No se detectó crecimiento lento de las grietas en este estudio, si bien existe siempre la posibilidad de que éste exista en el periodo comprendido entre el ensayo y la medida más rápida posible.

Existen al menos 4 ecuaciones válidas para la determinación de  $K_{IC}$  por DCM. Sin embargo, es necesario realizar estudios con materiales de distintas características para conocer la validez de dichas ecuaciones con materiales de características diferentes.

## 10- REFERENCIAS

- 1- Palmquist, S.; Jernkonntorets Ann.. 1957, **141**, (5), 300-307
- 2- Por publicar
- 3- Anstis, G.R.; Chantikul, P., et al.; J. Am. Ceram. Soc., 1981, **64**, (9), 533-538
- 4- Evans, A.G., in "Fracture mechanics applied to brittle materials", STP 678, (ed. S.W. Freiman), 112-135; 1979, Philadelphia, PA; ASTM
- 5- Ponton, C.B. and Rowlings R.D.; Mater. Sci. & Tech.; 1989, (5), 961-976
- 6- Niihara, K.; Morena, R.; Hasselman, D.; J. Mater. Sci. Letters, 1982, **1**, 13-16
- 7- Lankford, J.; J. Mater. Sci. Letters; 1982, **1**, 493-495
- 8- Miranzo, P.; Moya S.; Ceram. Inter.; 1984, **10**, (4), 147-152
- 9- Lauger, M.T.; J. Mater. Sci. Letters; 1985, **4**, 1539-1541
- 10- Tanaka, K.; J. Mater. Sci.; 1987, **22**, 1501-1508
- 11- Blendell, J.E.; PhD Thesis; M.I.T., 1979
- 12- Evans, A.G.; Charles, E.A.; J. Am. Ceram. Soc., 1976, **59**, (7-8), 371-372
- 13- Lankford, J.; J. Mater. Sci. Letters; 1982, **1**, 493-495
- 14- Rawlings, R.D.; Mater. Sci. Eng., 1983, **61**, L1-L5

## CRECIMIENTO POR FATIGA CICLICA DE GRIETAS DE INDENTACION EN Y-TZP BAJO CONDICIONES DE K CRECIENTE Y DECRECIENTE- EFECTO DEL APANTALLAMIENTO.

J. Alcalá, L. Iturgoyen y M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ETSEIB,  
Avenida Diagonal 647, Barcelona 08028, España.

**RESUMEN:** Se evalúan las propiedades a fatiga cíclica bajo cargas de tensión en la Y-TZP. Los estudios son realizados en grietas producidas por indentación Vickers en el material. Los ensayos son realizados en condiciones de K creciente y K decreciente, en este último caso, el campo de tensiones residuales generado por la indentación es utilizado para inducir condiciones de disminución del factor de intensidad a medida que la grieta se propaga. Especial atención se dedica a evaluar el efecto del apantallamiento sobre la velocidad de propagación de grietas a fatiga cíclica en la Y-TZP determinándose el efecto de variaciones transitorias del factor de intensidad de tensiones en la velocidad de propagación. Los resultados fractográficos muestran el efecto del cierre de grieta por fricción superficial para distintas condiciones de apantallamiento.

**ABSTRACT:** Cyclic fatigue properties for Y-TZP under tensile stresses are evaluated. The study is based on indentation cracks. The tests are carried out under K incremental and K decremental conditions. Indentation tensile residual stresses are used to develop K decremental conditions as the crack grow. Particular attention is given to the effect of crack shielding on the crack-growth rate. Crack shielding is evaluated following the effects of  $\Delta K$  and different shielding conditions on the transient crack-growth behavior of Y-TZP which shows rather limited plasticity conditions. The fractographic results show the effect of roughness-induced crack closure for different shielding conditions.

### 1. INTRODUCCION

En los últimos años se ha demostrado la existencia de un fenómeno de fatiga cíclica en cerámicas estructurales. Se ha puesto de manifiesto que el crecimiento de grietas por fatiga cíclica no puede ser explicado en términos de fatiga estática (corrosión bajo tensión). Ya que la fatiga cíclica es un fenómeno que claramente puede limitar el uso de materiales cerámicos en aplicaciones estructurales, su caracterización está siendo activamente estudiada actualmente [1-8].

Hasta el presente, quizás el estudio más extenso de fatiga cíclica ha sido llevado a cabo en Mg-PSZ [2 y 3]. También se han publicado estudios en nitruro de silicio [4 y 5], en alúmina [1, 6 y 7] e Y-TZP [8-9]. En el presente estudio se utiliza la técnica de la indentación para medir las características a fatiga cíclica en la Y-TZP siguiendo un procedimiento similar al usado en [9] para el mismo material.

### 2. MARCO TEORICO

En la Mg-PSZ se ha puesto de manifiesto [2] que la velocidad de crecimiento de grietas pequeñas bajo sollicitaciones cíclicas es mucho mayor que la predicha para grietas de tamaño mayor y superior factor de intensidad de tensiones. Por lo tanto, los resultados de propagación para grietas grandes no pueden ser extrapolados para

grietas pequeñas inherentes a estos materiales. Las grietas pequeñas muestran una dependencia negativa de la velocidad de propagación respecto al factor de intensidad de tensiones. Este fenómeno de grieta pequeña que parece ser dependiente de la carga aplicada, ha sido reportado tanto en Mg-PSZ como en Ce-PSZ, alúmina y nitruro de silicio, siempre para grietas menores a 400 micras.

En el presente estudio se investigan las características de fatiga en Y-TZP (2,8% molar de itria) en grietas producidas por indentación Vickers, con un tamaño (2c) mayor que 300 micras. Este tamaño se encuentra dentro de lo que se denomina "grieta físicamente pequeña" ya que es menor al milímetro.

Dautskardt y otros [3] han demostrado que la velocidad de propagación de grietas grandes en Mg-PSZ puede describirse en términos de la ley de Paris, esto es:

$$da/dN = C (\Delta K)^m \quad (1)$$

Si externamente se aplica a una grieta un factor de intensidad de tensiones ( $K_{ap}$ ), el factor de intensidad de tensiones efectivo en la punta de ésta ( $K_I$ ) para el caso de las aleaciones transformables de circonia, puede expresarse en función del factor de intensidad de tensiones del apantallamiento ( $K_s$ ), el cual es causado por la transformación tetragonal-monoclínica, según la siguiente expresión:

$$K_I = K_{ap} - K_S \quad (2)$$

Esta transformación de naturaleza martensítica inducida por el campo de tensiones en la punta de la grieta es la que genera esfuerzos de compresión en ella. Este fenómeno apantalla la punta de la grieta de los esfuerzos aplicados externamente. Dautskardt y otros también han demostrado que bajo esfuerzos cíclicos, la variación en el factor de intensidad de tensiones en la punta de la grieta,  $\Delta K_I$  (término que aparece en la ecuación 1) es igual a  $K_{I_{max}} - K_{I_{min}}$ , y puede expresarse como:

$$da/dN = C [(1 - \beta) K_{I_{max}}]^m \quad (3)$$

Siendo  $K_{I_{max}} = K_{max} - K_S$  y  $K_{I_{min}} = K_{cl} - K_S$ . Donde  $K_S = \beta K_{max}$ , y  $K_{cl}$  es el factor de intensidad de tensiones debido a "cierre de grieta" por contacto superficial entre asperezas. Además, estos autores observan que  $K_{cl}$  es aproximadamente igual a  $K_S$ .

Tal como se introduce en otro artículo presentado en este mismo congreso, en el que se evalúa la curva-R de materiales cerámicos [10], el factor de intensidad de tensiones de una grieta de indentación sometida a cargas aplicadas externamente en presencia de sus esfuerzos residuales viene dado por:

$$K_{max} = 2 \sigma (c/\pi)^{1/2} + \chi P / (c^{3/2}), \quad (4)$$

donde  $\sigma$  es el esfuerzo aplicado externamente en la probeta,  $\chi = \delta (E/H)^{1/2}$  y  $\delta = 0.016$  para el caso de la Y-TZP.

En el trabajo de Liu y Chen [9] se estudia el efecto de la relación  $K_{min}/K_{max}$  (R) en la fatiga de grietas pequeñas de indentación en Y-TZP, ya que según la expresión 3 la velocidad de propagación de grietas pareciera ser independiente de este parámetro.

### 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se cortaron probetas rectangulares de Y-TZP de 25 x 5 mm por 3 mm de espesor las cuales fueron pulidas por el lado de 3 mm que posteriormente se sometería a tracción cíclica en ensayos por tres y cuatro puntos. En el lado pulido fueron realizadas indentaciones Vickers con cargas de 15 y 45 Kp. A las probetas ensayadas en flexión por cuatro puntos se les realizó varias indentaciones siempre en la zona de tensión uniforme entre los puntos de apoyo internos. Todas las indentaciones fueron orientadas de forma tal que una diagonal y sus grietas emergentes fueran perpendiculares al eje de la probeta.

Los ensayos de flexión por tres puntos fueron realizados con distancias entre puntos de apoyo de 20 mm, y los de flexión por cuatro puntos con distancia entre puntos de apoyo de 12 y 24 mm.

En algunas probetas se realizó un alivio de tensiones a 1100°C por 45 minutos el cual también revierte la transformación tetragonal-monoclínica generada por la inden-

tación.

Con el fin de determinar el crecimiento de grieta, las probetas fueron descargadas periódicamente, observándose las indentaciones mediante microscopía óptica con contraste diferencial Nomarski.

Las superficies de fractura fueron observadas por microscopía electrónica de barrido.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSION

### 4.1. Microestructura

La Y-TZP estudiada es uno de los materiales cuyo comportamiento de curva-R se ha analizado en otro trabajo presentado en este mismo congreso [10]. Este material posee un tamaño de grano de 0.2  $\mu\text{m}$  y tenacidad a fractura de 4.2 MPa  $\text{m}^{1/2}$  medida con la técnica de la indentación.

### 4.2. Geometría de la Grieta y Factor de Intensidad de Tensiones

En el presente estudio se considera por simplicidad que las grietas tienen una geometría semicircular. Un estudio más detallado realizado por los autores mediante la observación de superficies de fractura ha demostrado que para la geometría de probetas usada, sería más adecuado considerar grietas semielípticas con relación  $a/c = 0.7$  a lo largo de toda la propagación por fatiga de la grieta. Un factor complicado es que en este mismo estudio se ha demostrado que las grietas de indentación en Y-TZP no son semielípticas sino más bien radiales. No se conoce un factor de intensidad de tensiones para modelar este tipo de grietas.

Los ensayos de fatiga por flexión son realizados a carga máxima constante, y pueden englobarse en dos grandes grupos: en el primero, el factor de intensidad de tensiones total aplicado aumenta a medida que la grieta se propaga. Estos ensayos son realizados previo alivio térmico de tensiones residuales de indentación, de esta forma se considera que el factor de intensidad de esfuerzos total es el externamente aplicado el cual, a carga máxima constante, se incrementa a medida que la grieta progresa. El segundo grupo de ensayos es realizado bajo condiciones de disminución en el factor de intensidad de tensiones. Estas condiciones se obtienen al no realizar alivio de tensiones residuales de la indentación, ya que es conocido que el factor de intensidad residual disminuye con la longitud de la grieta siguiendo una expresión inversamente proporcional a  $c^{3/2}$ . De esta forma, al aplicar externamente un factor de intensidad pequeño en comparación al residual, existe una longitud de grieta hasta la cual el factor de intensidad de tensiones neto disminuye. Este punto estará determinado por la longitud de grieta a partir de la cual, el incremento en el factor de intensidad de tensiones externamente aplicado a carga constante es superior a la disminución en el factor de intensidad residual. Para una grieta producida por una carga de indentación de 15 Kp en la Y-TZP, y una carga externamente aplicada en flexión por tres puntos de 300 N, para la geometría de probeta usada en este estudio, la longitud hasta

la cual se observan condiciones de disminución en el factor de intensidad total es de casi  $1000 \mu\text{m}$ .

La técnica de indentación empleada para generar condiciones de disminución en el factor de intensidad de tensiones puede ser empleada hasta una determinada longitud de grieta, ya que para longitudes menores el esfuerzo residual no puede ser determinado con precisión con el segundo término de la expresión 4. Este efecto indica por lo tanto, un mínimo de longitud de grieta para aplicar esta técnica.

#### 4.3. Fatiga con K creciente

Liu y Chen [9] han puesto en evidencia la gran dependencia de la velocidad de propagación de grietas en fatiga cíclica con el valor máximo del factor de intensidad de tensiones; si se grafican los resultados de la velocidad de propagación de grietas en función de  $K_{\text{max}}$  en vez de hacerlo respecto a la variación del factor de intensidad ( $\Delta K$ ), se observa que los resultados son mucho menos dependientes de R. Por consiguiente, en este estudio se procederá a graficar la velocidad de propagación respecto al  $K_{\text{max}}$  y no a la  $\Delta K$ , tal como se propone en la ecuación 3.

En la Figura 1 se presentan los resultados de la velocidad de propagación de grietas en función del factor de intensidad de tensiones máximo para el caso de flexión por cuatro puntos. Este resultado se obtiene bajo condiciones incrementales del factor de intensidad de tensiones, siendo el umbral de propagación respecto al valor máximo del factor de intensidad de tensiones ( $K_{\text{max}}$ ) de  $4 \text{ MPa m}^{1/2}$  ( $\Delta K = 3.6 \text{ MPa m}^{1/2}$  considerando  $10^{-9} \text{ m/ciclo}$ ). La curva observada en esta gráfica es además muy empinada.

Se puede verificar en las gráficas de este estudio que, en muchos casos, el factor de intensidad de tensiones supera el  $K_{\text{Ic}}$  del material medido con la técnica de la indentación. Tal como los presentes autores han comentado [10], este fenómeno puede ser la causa de dos efectos simultáneos: 1) El hecho que las grietas de indentación en Y-TZP sean más bien radiales puede afectar la fórmula empleada para evaluar el  $K_{\text{Ic}}$  por indentación de una forma desconocida y 2) que esta configuración tenga un efecto importante sobre el factor de intensidad de tensiones aplicado externamente, ya que para su cálculo se han supuesto grietas semicirculares. Este segundo efecto tendrá mayor influencia al inicio de la propagación ya que la grieta no habrá alcanzado aún su forma semielíptica estacionaria.

Si se ajusta el parámetro m de la ecuación 1, se obtiene un valor de 26.8 el cual es más elevado que lo observado por Liu y Chen [9], quienes reportan un valor de 21 en Y-TZP. Otro punto en discordancia es que estos autores observan un límite de propagación para valores de  $\Delta K$  entre 0.5 y  $1.5 \text{ MPa m}^{1/2}$  con R entre 0.5 y 0.01 respectivamente (o para  $K_{\text{max}}$  entre 1.5 y  $2 \text{ MPa m}^{1/2}$  con R entre 0.8 y -1).

Dautskardt y otros [3] determinan el umbral de propagación a fatiga de grietas grandes con R=0.1 para una Mg-

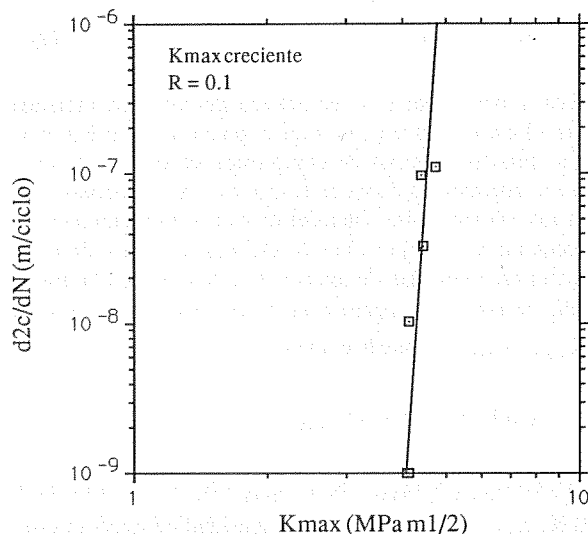


Fig 1. Velocidad de crecimiento de grieta en función del factor de intensidad de tensiones máximo en condiciones de K crecientes.

PSZ poco tenaz ( $5.5 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), obteniendo un valor de  $\Delta K_{\text{th}} = 3.0$  el cual es mucho más cercano al valor observado en este trabajo.

Un comentario particular merece el mecanismo por el cual se produce la propagación inicial y en la etapa final. Puesto que el factor de intensidad de tensiones se incrementa hasta que se detecta propagación, ésta ocurre por un efecto combinado de sobrecarga y fatiga cíclica, ya que el factor de intensidad de tensiones aplicado es suficiente para causar una pequeña propagación inicial la cual es debida al comportamiento de curva-R del material. A grandes velocidades de propagación, el factor de intensidad aplicado sobrepasa al factor de intensidad de la curva-R produciéndose de nuevo un crecimiento combinado de fatiga y sobrecarga. Este mecanismo ha sido propuesto por Liu y Chen [9].

#### 4.4 Fatiga con K decreciente y apantallamiento.

Las curvas de velocidad de propagación de grietas respecto al  $K_{\text{max}}$  en probetas con indentaciones múltiples en flexión por cuatro puntos se observan en la figura 2 para cargas de indentación de 45 Kp y en la figura 3 para cargas de indentación de 15 Kp.

La primera característica a resaltar en estos resultados es que el primer punto obtenido es el de mayor velocidad de propagación (a diferencia del caso de fatiga con K creciente en la cual el primer punto registrado es el de menor velocidad de propagación).

De acuerdo al modelo propuesto por Liu y Chen [9], se puede considerar que en casos de K decreciente la propagación inicial puede considerarse producida por un efecto claramente de sobrecarga que puede predecirse con la curva-R del material; no obstante, en la medida que la grieta se propaga, el efecto de sobrecarga desaparece por completo ya que el factor de intensidad de tensiones neto disminuye con la longitud de grieta.

Otra característica importante para ensayos bajo condiciones de K decrecientes es que las curvas de velocidad de propagación (Figs. 2 y 3) están desplazadas hacia va-

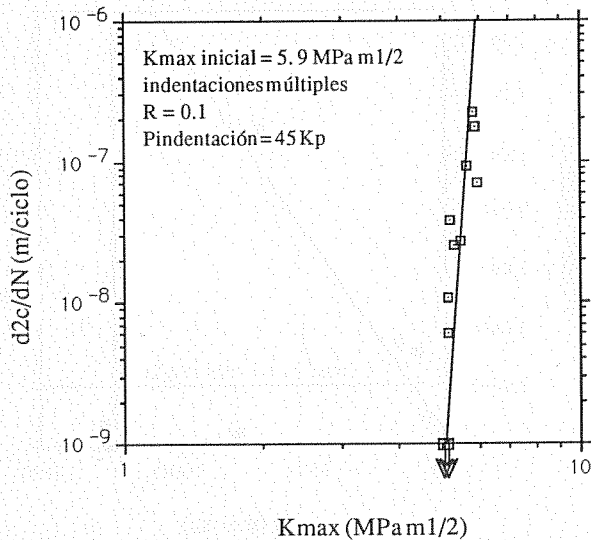


Fig 2. Velocidad de crecimiento de grieta en función del factor de intensidad de tensiones máximo en condiciones de K decrecientes.

lores mayores del factor de intensidad de tensiones respecto a las obtenidas en condiciones de K creciente (Fig 1). De esta forma, el límite de propagación observado es de alrededor de  $5 \text{ MPa m}^{1/2}$  para el caso en que el K máximo inicial es de  $5.9 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Este desplazamiento es producido por condiciones diferentes en el apantallamiento del campo de tensiones en la punta de las grietas entre ensayos realizados con K creciente o decreciente. Bajo condiciones de K decrecientes generadas por indentación, debe considerarse que debido al gran esfuerzo residual que se encuentra para crecimientos pequeños cercanos a la huella de indentación, el factor de intensidad de tensiones será muy elevado al igual que la altura de la zona de apantallamiento. Para mayores longitudes de grieta, el factor de intensidad residual disminuirá al igual que lo hará el apantallamiento. Las grietas que crecen por fatiga en condiciones de K decrecientes poseen un considerable apantallamiento en las primeras etapas de propagación (el cual se considera inexistente en condiciones de K creciente ya que el tratamiento térmico ha hecho desaparecer la zona de apantallamiento, por reversión de la transformación tetragonal-monoclinica) por consiguiente el factor de intensidad de tensiones máximo aplicado debe ser mayor que cuando el apantallamiento inicial no está presente, para obtener una determinada velocidad de propagación de grieta.

En la figura 4 se compara el crecimiento a fatiga cíclica entre probetas con diferentes condiciones iniciales de apantallamiento. A pesar que el factor de intensidad de tensiones aplicado externamente es muy similar en ambos casos, el esfuerzo residual generado por la indentación es diferente; en el caso con  $K_{\text{max}}$  inicial de  $6.2 \text{ MPa m}^{1/2}$  la grieta ha crecido más (y por lo tanto está sometida a un menor esfuerzo residual) que para el caso de  $K_{\text{max}}$  inicial de  $7.1 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Se puede considerar que el apantallamiento en el primer caso es menor que en el segundo haciendo que el K efectivo aplicado en la punta de la grieta sea mayor, ya que en la medida que la grieta ha progresado más, las zonas iniciales de gran apantalla-

miento serán dejadas atrás disminuyendo su efecto en la punta de la grieta. Esto explica el hecho de que la curva con  $K_{\text{max}}$  inicial de  $7.1 \text{ MPa m}^{1/2}$  esté desplazada hacia la derecha ya que su mayor efecto de apantallamiento hace que se deba aplicar un factor de intensidad de tensiones máximo superior para que la grieta se propague con una determinada velocidad. Además, la disminución del efecto del apantallamiento inicial sobre la punta de la grieta a medida que ésta crece causa que la separación inicial entre las curvas de la figura 4 disminuya en la medida que las grietas progresan por fatiga (por lo tanto, hacia valores menores en la velocidad de propagación). Con lo anteriormente expuesto, también es posible explicar la diferencia entre las curvas de las gráficas 2 y 3, ya que para mayores esfuerzos residuales, tal como es el caso en la figura 2 con  $K_{\text{max}}$  inicial de  $5.9 \text{ MPa m}^{1/2}$ , se espera que la curva se desplace a valores mayores de  $K_{\text{max}}$ , tal como realmente se observa.

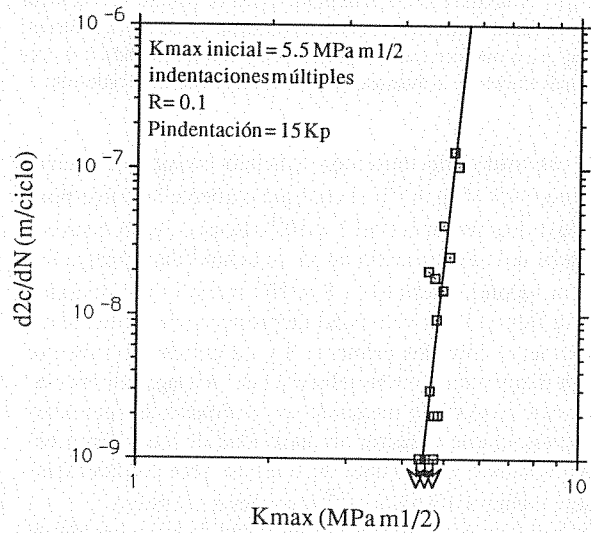


Fig 3. Velocidad de crecimiento de grieta en función del factor de intensidad de tensiones máximo en condiciones de K decrecientes.

El apantallamiento ha sido estudiado por Dautskardt y otros [3] en fatiga cíclica de Mg-PSZ con media y alta tenacidad en las que se observa un importante efecto de este fenómeno en la velocidad de propagación de grietas. Hasta el momento es desconocido el efecto del apantallamiento en la fatiga cíclica de otras aleaciones de circonia. Es sabido que la Y-TZP presenta una limitada plasticidad por transformación en comparación a la Mg-PSZ o Ce-TZP, por lo tanto, el efecto que tiene el apantallamiento en la fatiga de la cerámica estudiada es una importante conclusión de este trabajo.

El efecto del apantallamiento sobre la velocidad de propagación de grietas en la fatiga cíclica de la Y-TZP se pone de manifiesto en las figuras 5 y 6. En la figura 5, se hace propagar una grieta por fatiga cíclica (en una probeta la cual ha sido sometida a alivio de tensiones) bajo condiciones de K creciente, hasta que ésta alcanza velocidades del orden de  $10^{-7} \text{ m/ciclo}$  con K hasta de  $5 \text{ MPa m}^{1/2}$ , inmediatamente se reinicia el ensayo con un factor

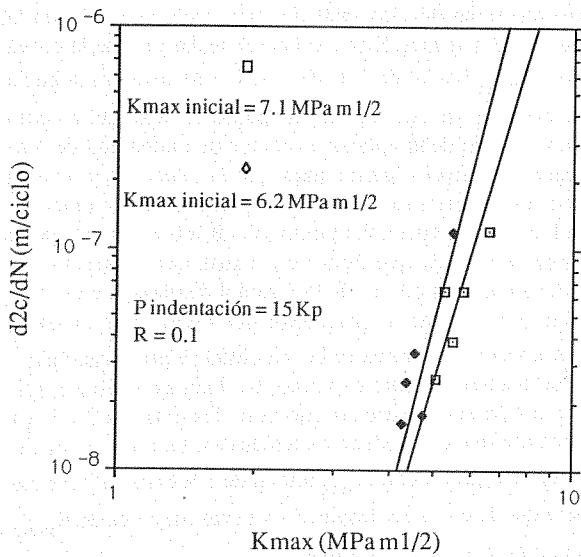


Fig 4. Velocidad de crecimiento de grieta en función del factor de intensidad de tensiones máximo en condiciones de K decrecientes: (□) grieta más cercana a la indentación y más apantallada, (◆) grieta más alejada de la indentación y menos apantallada inicialmente.

de intensidad de tensiones aplicado considerablemente menor ( $4.3 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), el cuál previamente ha correspondido a una velocidad de  $2 \times 10^{-8} \text{ m/ciclo}$ . Se observa entonces una disminución en la velocidad de propagación hasta valores inferiores a  $8 \times 10^{-9} \text{ m/ciclo}$  (no incluidos en la figura 5); la velocidad de propagación aumenta rápidamente entre las primeras 8 y 22  $\mu\text{m}$  de crecimiento. Esta disminución en la velocidad de propagación es claramente explicable mediante un fenómeno de apantallamiento, ya que el factor de intensidad de tensiones efectivo aplicado en la punta de la grieta será considerablemente menor a  $4.3 \text{ MPa m}^{1/2}$  al reiniciar el ensayo.

En la figura 6 se grafica la velocidad de propagación de una grieta bajo condiciones de K decreciente. Cuando la velocidad es de aproximadamente  $1 \times 10^{-8} \text{ m/ciclo}$  ( $K_{\text{max}} = 5.5 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), la probeta es fatigada estáticamente hasta que la grieta se propaga 50  $\mu\text{m}$  con un factor de intensidad de tensiones algo inferior al máximo correspondiente a la velocidad de  $1 \times 10^{-8} \text{ m/ciclo}$  de la fatiga cíclica previa. Al reanudar el ensayo a fatiga cíclica con un factor de intensidad máximo algo inferior al último registrado previamente a la fatiga estática, se observan valores de propagación cercanos a  $9 \times 10^{-8} \text{ m/ciclo}$ . Este fenómeno también permite destacar la disminución en el apantallamiento, producido en la punta de la grieta en la medida que ésta progresa y deja atrás el apantallamiento producido por los esfuerzos residuales de indentación iniciales

4.5 Fractografía

La morfología de la fractura en fatiga cíclica de la Y-TZP es fundamentalmente intergranular, y es muy similar al mecanismo de propagación por sobrecarga en esta cerámica [10]. No obstante, se han podido observar

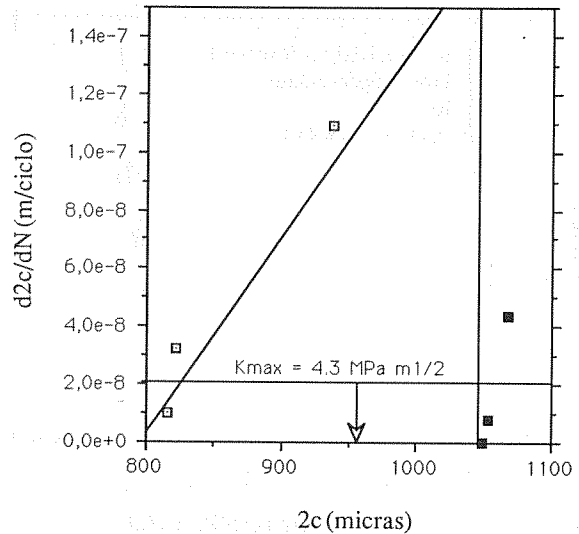


Fig 5. Velocidad de crecimiento de grieta en función de la longitud de ésta: velocidades obtenidas en condiciones de K creciente (□), velocidades obtenidas posteriormente a disminuir bruscamente el valor de  $K_{\text{max}}$  aplicado hasta  $4.3 \text{ MPa m}^{1/2}$  (■). La disminución de la velocidad de propagación se indica con una flecha.

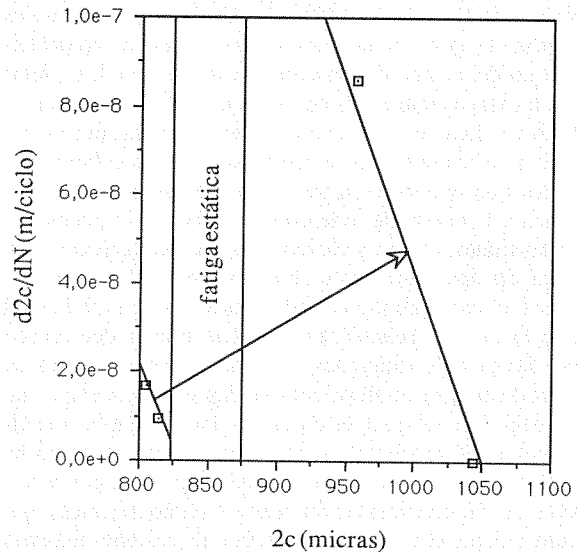


Fig 6. Velocidad de crecimiento de grieta en función de la longitud de ésta: propagación cíclica hasta 825 micras, desde 825 hasta 875 micras propagación por fatiga estática, a partir de 875 micras propagación cíclica. El incremento en la curva de la velocidad de propagación se indica con una flecha.

algunas diferencias fractográficas en distintas etapas de propagación para el caso de fatiga en condiciones de K decreciente.

En la figura 7 se presenta la fractura observada al inicio de la propagación por fatiga cíclica, y al final de ésta. En esta figura se aprecia que la superficie de fractura inicial tiene una apariencia intergranular aunque más degradada que la superficie observada para mayores longitudes de grieta. Estas diferencias son debidas al efecto que el apantallamiento tiene sobre el cerrado de grieta cuando la pieza es sometida al  $K_{\text{min}}$  de fatiga. Al principio de la

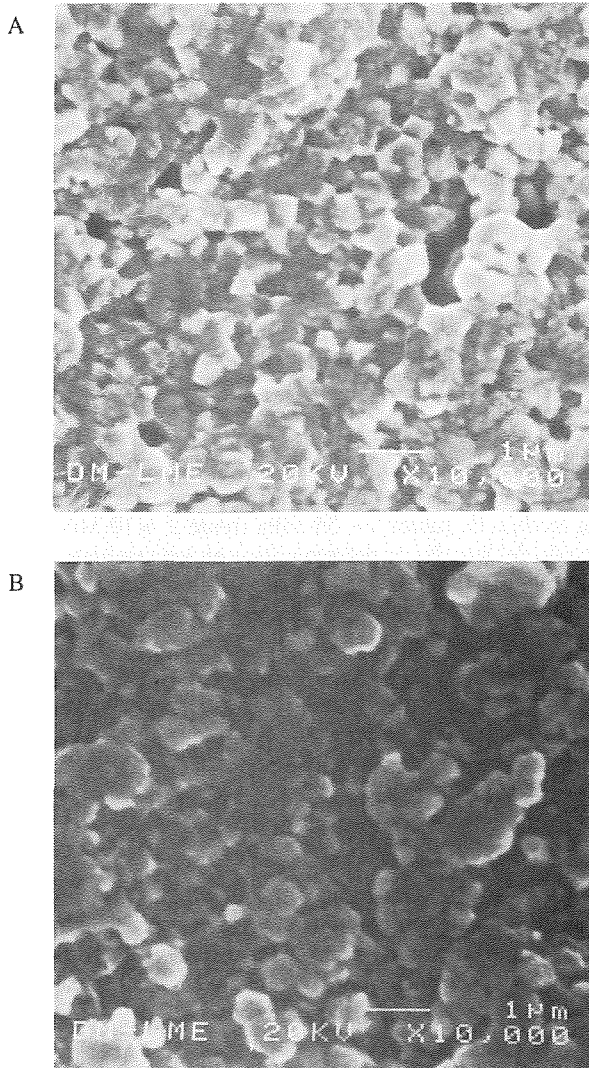


Fig 7. Fractografías de la propagación por fatiga cíclica en condiciones de K decreciente: A) etapa final, B) etapa inicial.

propagación bajo K decreciente, el apantallamiento produce un considerable cierre de grieta el cual para  $K_{\min}$  hace que los dos frentes de grieta estén en contacto. Este efecto produce fricción entre ambas superficies e incrementa el cierre por apantallamiento. Debido a que la fractura intergranular de la Y-TZP es considerablemente más tortuosa que la transgranular observada en Mg-PSZ [3], esta cerámica podría presentar un cierre de grieta por fricción superior al observado para la Mg-PSZ estudiada por Dauskardt y otros.

En la última etapa de crecimiento por fatiga se observa una fractura intergranular mucho menos degradada, y que es una consecuencia de que el apantallamiento en la punta de la grieta sea menor. Debe considerarse que en estas etapas de propagación, el gran apantallamiento inicial de la indentación ha sido dejado atrás e influencia mucho menos al factor de intensidad de tensiones neto aplicado en la punta de la grieta. Ya que la grieta sufre un cierre menor que en el inicio de propagación por fatiga, las superficies de ésta tienen menor contacto entre sí, disminuyéndose también la componente de cierre por

fricción y degradándose menos la superficie de fractura.

## 5. CONCLUSIONES

- 1) En aleaciones de circonia de reducida tenacidad a la fractura (tales como la Y-TZP estudiada), el apantallamiento tiene efectos importantes sobre la velocidad de propagación de grietas por fatiga cíclica.
- 2) Los resultados de fatiga cíclica en Y-TZP son muy dependientes de las condiciones (ya sea K creciente o decreciente) de ensayo.
- 3) La influencia combinada del apantallamiento y del cierre por fricción de grieta, puede ser determinada claramente en las superficies de fractura de la Y-TZP.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la CICYT por la subvención concedida para la realización de este trabajo, a través del proyecto MAT89-621 y a la Generalitat de Catalunya por la beca de formación de doctores otorgada.

## BIBLIOGRAFIA

- 1) F. Guiu, "Cyclic Fatigue of Polycrystalline Alumina in Direct Push Pull", *J. Mater. Sci. Lett.*, 13 [6], pp 1357-1361 (1978).
- 2) A. A. Steffen, R. H. Dauskardt y R. O. Ritchie, "Cyclic Fatigue Life and Crack-Growth Behavior of Microstructurally Small Cracks in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia Ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 [6], pp 1259-68 (1991).
- 3) R. H. Dauskardt, D. B. Marshall y R. O. Ritchie, "Cyclic Fatigue-Crack Propagation in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia Ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [4], pp 893-903 (1990).
- 4) S. Horibe y R. Hirahara, "Cyclic Fatigue of Ceramic Materials: Influence of Crack Path and Fatigue Mechanisms", *Acta Metall. Mater.*, 34 [6], pp 1309-1317 (1991).
- 5) M. Ozaki, A. J. McEvily y T. Tanaka, "On the Mechanism of Fatigue Crack Growth in Silicon Nitride", *Metallurgical Transactions*, 22A, pp 1425-1434 (1991).
- 6) S. Lathabai, Y-W Mai y B. R. Lawn, "Cyclic Fatigue Behavior of an Alumina Ceramic with Crack Resistance Characteristics", *J. Am. Ceram. Soc.*, 72 [9], pp 1760-63 (1989).
- 7) M. J. Reece, F. Guiu y M. F. R. Sammur, "Cyclic Fatigue Crack Propagation in Alumina under Direct Tension-Compression Loading", *J. Am. Ceram. Soc.*, 72 [2], pp 348-52 (1989).
- 8) S-Y Liu y I-W Chen, "Fatigue of Yttria-Stabilized Zirconia: I, Fatigue Damage, Fracture Origins, and Lifetime Prediction", *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 [6], pp 1197-1205 (1991).
- 9) S-Y Liu y I-W Chen, "Fatigue of Yttria-Stabilized Zirconia: II, Crack Propagation, Fatigue Striations, and Short-Crack Behavior", 74 [6], pp 1206-16 (1991).
- 10) J. Alcalá, L. Iturgoyen y M. Anglada, "Evaluación del comportamiento de Curva-R en Cerámicas Tenaces" IX Encuentro del Grupo Español de Fractura y I Encuentro Hispano-Frances.



## COMPORTAMIENTO MECANICO DE MATERIALES DE TITANATO DE ALUMINIO OBTENIDOS POR SINTERIZACION REACTIVA.

H. Wohlfromm, J.S. Moya, P. Pena

Departamento de Cerámica, Instituto de Cerámica y Vidrio  
28500, Arganda del Rey (Madrid)

**Resumen.** Se ha estudiado el comportamiento mecánico de materiales de  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  y  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ - $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ - $\text{ZrO}_2$  con y sin magnesia en solución sólida. El reforzamiento de la matriz de titanato de aluminio por fases secundarias, tales como mullita y circonita, produce un aumento significativo del módulo de rotura:  $\approx 55$  MPa frente a  $\approx 10$  MPa del material monofásico. Este aumento se explica por la reducción del tamaño de defecto crítico en los materiales compuestos, originado por la presencia de fases dispersas de circonita y mullita. Todos los materiales presentan una pronunciada no linealidad en el comportamiento mecánico y una fractura controlada, si bien este efecto es menos pronunciado en los materiales compuestos.

**Abstract.** The mechanical behaviour of  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  and  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ - $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ - $\text{ZrO}_2$  materials with and without MgO in solid solution have been studied. The strengthening of aluminium titanate matrix with mullite and zirconia as secondary phases produces a significant enhancing of the rupture modulus  $\approx 55$  MPa respect to the one corresponding to monophasic material  $< 10$  MPa. All the studied materials shown a non lineal mechanical behaviour and a controlled fracture, being this effect less pronounced in the composite materials.

### 1. INTRODUCCION

El titanato de aluminio  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  es un compuesto cerámico con un elevado interés tecnológico, debido a su elevado punto de fusión y baja expansión térmica [1]. Actualmente la mayoría de los trabajos de investigación sobre el  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  están enfocados en el sentido de mejorar la resistencia mecánica y las propiedades térmicas de este compuesto, especialmente mediante la acción de aditivos tales como MgO y  $\text{ZrO}_2$  que ayudan en la sinterización y estabilizan el titanato de aluminio [2].

En el presente trabajo se estudia el efecto de pequeñas adiciones de MgO y circonita ( $\text{ZrSiO}_4$ ) sobre el módulo de rotura y el comportamiento mecánico de materiales de

titanato de aluminio y titanato de aluminio-circonita-mullita con y sin MgO en solución sólida.

### 2. MATERIALES DE PARTIDA

Se han estudiado dos materiales monofásicos de  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  y  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ (s.s.) obtenidos por sinterización-reativa de mezclas de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2/\text{MgO}$  denominados respectivamente AT100 y MAT100 y dos materiales con matriz de titanato de aluminio y mullita y circonita como fases secundarias obtenidos por sinterización reactiva de mezclas de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2/\text{ZrSiO}_4$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2/\text{ZrSiO}_4/\text{MgO}$  denominados respectivamente AT80 y MAT80. Los cuatro materiales estudiados se han obtenido según el proceso descrito en trabajos previos [3,4].

### 3. MEDIDA DE LAS PROPIEDADES MECANICAS.

La resistencia a la flexión aparente (o módulo de rotura) de las muestras sinterizadas fue determinada en probetas de geometría cilíndrica con un diámetro de 3,5 mm en una máquina Instron, en un ensayo a flexión en tres puntos, distancia entre apoyos  $l=20$  mm (relación  $l/d \approx 5,7$ ), a una velocidad de travesía constante de 0,05 mm/min. La resistencia a la flexión se calculó a partir de la carga máxima  $P_{max}$  y el diámetro  $d$  de la muestra según la relación

$$\sigma_f = \frac{8 P_{max} l}{\pi d^3} \quad (1)$$

La ecuación (1) esta derivada para materiales elásticos, esto es, con una relación lineal entre tensión y deformación. Por lo tanto los valores de  $\sigma_f$  obtenidos según la ecuación (1) son, debido al comportamiento mecánico no lineal de los materiales con matriz de  $Al_2TiO_5$ , una estimación no conservadora de la resistencia mecánica real de estos materiales. La desviación del comportamiento lineal elástico observada es relativamente pequeña en los materiales compuestos por lo que en estos materiales los módulos de rotura pueden considerarse una estimación aceptable de la resistencia real.

#### Curvas carga-desplazamiento

Las curvas carga-desplazamiento, P-u, suministran una información muy útil para valorar el comportamiento mecánico de un material.

Las curvas de carga-desplazamiento se determinaron midiendo simultáneamente con la carga el desplazamiento del punto de aplicación de esta con un palpador apoyado en la cara inferior de la probeta. Estos ensayos se realizaron en muestras prismáticas con una anchura  $b \approx 4$  mm, una altura  $W \approx 3$  mm y una distancia entre apoyos  $l=41$  mm.

A partir de las curvas P-u se calcularon curvas tensión-deformación según las relaciones

$$\sigma = \frac{3 l P}{2 b w^3} \quad (2)$$

$$\epsilon = \frac{6 w u}{l^2} \quad (3)$$

Esta representación no es del todo correcta ya que, como ya se ha dicho antes, se sobreestima la tensión real en las fibras externas de la probeta y se asume que las deformaciones en tracción y compresión son iguales. No obstante, las curvas tensión/deformación aparentes,  $\nu^*/\epsilon^*$

permiten eliminar el efecto de las diferencias dimensionales y sirven para comparar de modo semi-cuantitativo el comportamiento mecánico de estos materiales.

### 2. COMPORTAMIENTO NO LINEAL

La figura 1 muestra las curvas tensión-deformación de los materiales AT100, AT80, sinterizados a  $1500^\circ C$ , 1h y MAT100 y MAT80 sinterizados a  $1450^\circ C$ , 2h. Los cuatro materiales muestran, después de un pequeño rango elástico, un pronunciado comportamiento no lineal. El límite elástico, correspondiente a la transición entre estos dos regímenes de deformación, no está bien definido. Las deformaciones  $\epsilon_u$  pertinentes al máximo de la carga son muy altas comparadas con las deformaciones encontradas en materiales cerámicos frágiles (típicamente  $\epsilon < 0,1\%$ ), si bien concuerdan con los valores encontrados en la bibliografía para materiales con matriz de  $Al_2TiO_5$ . Los ciclos de carga y descarga (Fig. 2) ponen en evidencia el carácter irreversible de la deformación a deformaciones superiores al límite elástico justificando así la denominación "pseudoplasticidad".

La no linealidad de las curvas tensión-deformación puede interpretarse como un índice de que la tenacidad de los materiales no es un valor único sino que aumentará con el avance de una grieta, es decir estos materiales probablemente mostraran un curva  $R''$ ,  $K_R(\Delta a)$ , creciente.

Queremos hacer énfasis en que ninguno de los materiales estudiados muestra una fractura catastrófica. Ahora bien los materiales compuestos (AT80, MAT80) experimentan una caída brusca de la resistencia mecánica al pasar por un máximo de carga  $\sigma_u$ , indicativo de un avance importante de la grieta, no se produce la rotura completa de la muestra; la probeta todavía posee una resistencia residual que requiere la aplicación de una carga finita (si bien pequeña) para romper la muestra. Esta resistencia residual permite incluso parar la máquina de ensayos después de  $\sigma_u$  para extraer la muestra que aparentemente esta intacta.

En los materiales cerámicos monofásicos y de pequeño tamaño de grano no suele encontrarse una relación no lineal entre tensión y deformación. Sin embargo, en los materiales reforzados por fibras o transformaciones de fases, o en materiales con una microestructura heterogénea tales como muchos refractarios cerámicos o rocas [5], sí es frecuente encontrar este tipo de comportamiento. Incluso en los materiales cerámicos reforzados por microfisuración, la densidad y extensión de microgrietas suele ser mucho menor que en los titanatos de aluminio. Por tanto, es particularmente interesante comparar el comportamiento mecánico de los

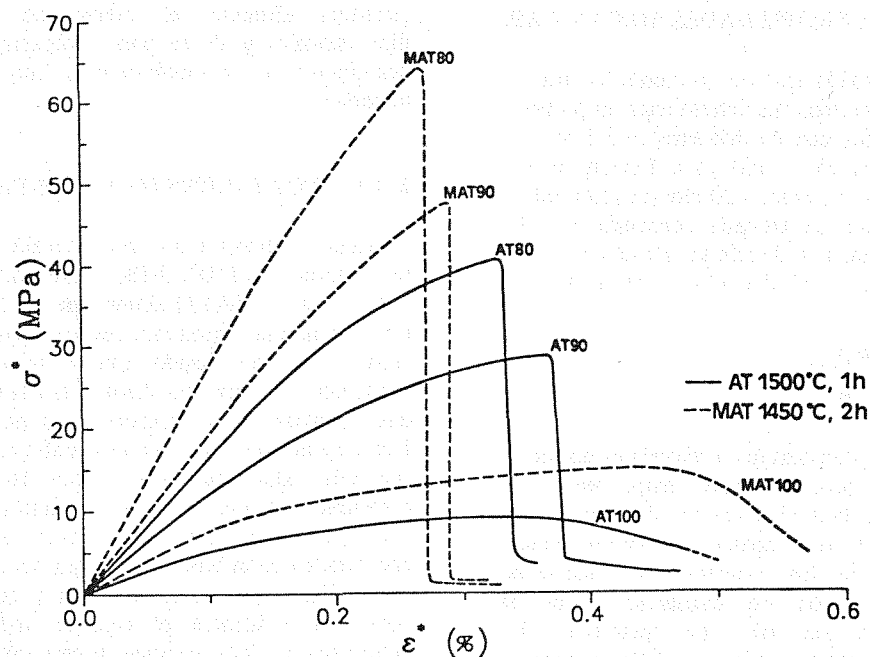


Fig. 1.- Curvas tensión-deformación nominales obtenidas en ensayos de flexión en tres puntos.

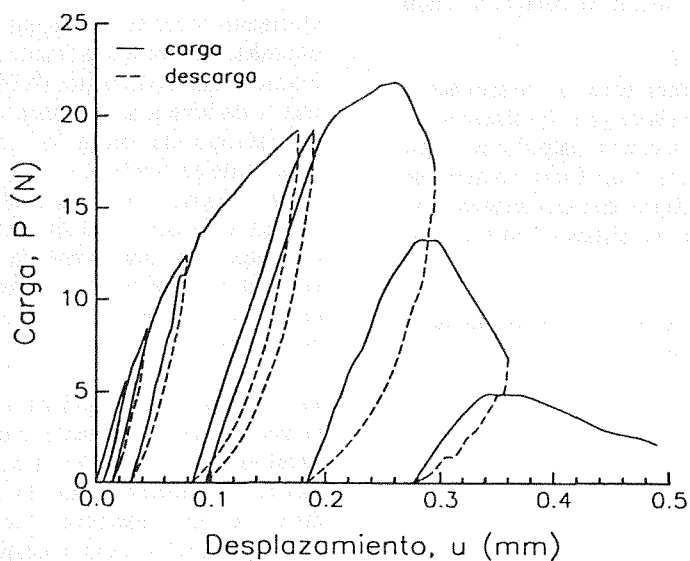


Fig. 2.- Curva carga-desplazamiento de MAT100 (1450°C, 2h) con varios ciclos de carga/descarga, demostrando el carácter permanente de la deformación.

materiales con matriz de titanato de aluminio con el de las rocas donde sí suelen darse fenómenos de microfisuración muy pronunciados (hasta el 90% de los bordes de grano con microgrietas) [6]. Por analogía con estos materiales, podemos suponer que por debajo de la tensión máxima entre el límite elástico y  $\sigma_u$  el material se está debilitando por procesos dependientes de la tensión como son el crecimiento lento de grietas, la microfisuración y coalescencia de microgrietas inducidas por concentraciones locales de tensiones, y el deslizamiento de granos. Esto se hace notar en disminución paulatina del módulo de secante,  $\Delta\sigma$  o  $P/\Delta\epsilon$  (= menor rigidez). Durante este estadio no se observa una microgrieta macroscópica en el exterior de la probeta. Si se descarga la probeta en este estadio y se vuelve a aplicar la carga, suele observarse un ligero aumento de la rigidez de la probeta (mayor pendiente de P-u) debido a los "escombros" provenientes del proceso de fractura (Fig.2)

Podemos asociar el máximo de las curvas  $\sigma/\epsilon$  con el momento en el que se alcanza la condición crítica para el crecimiento de una grieta,  $K_a > K_R$ . Los mayores valores de  $\sigma_u$  en los materiales compuestos pueden atribuirse a un tamaño menor de defecto si asumimos que  $K_c$  sea parecido en todos los materiales. La propagación de esta grieta en el momento de su iniciación es estable

en los materiales monofásicos (descenso gradual de la resistencia) e inestable en los materiales compuestos (caída brusca de la resistencia). No obstante, la grieta no se propaga hasta la rotura de la probeta, tampoco en los materiales compuestos, sino que llega a un régimen de fractura estable. Es decir, la grieta pasa en los materiales compuestos de un régimen de  $dK_R/d(\Delta a) > 0$  para grietas más largas. El segundo régimen puede explicarse por microprocesos que disipan energía o impiden la apertura de la grieta haciéndose notar a tamaños de grieta más largos.

La figura 3 muestra varias zonas de una misma grieta observadas en una cara lateral de una probeta prismática de MAT100 después de aplicar una carga  $\sigma > \sigma_{max}$ ; fenómenos de fractura cualitativamente idénticos se observaron también en los otros materiales. Se pudieron identificar procesos de deflexión y bifurcación del extremo de la grieta. Asimismo, se observó que existen puentes intactos a través de los labios de la grieta y procesos de entrelazado de granos por fricción intergranular. Estos últimos procesos ejercen fuerzas de tracción entre las dos caras de la grieta que se oponen a la apertura de la misma, haciéndose notar con el crecimiento de la grieta. Hoy día, es generalmente conocido que estos procesos activos detrás del extremo de la grieta son responsables del "comportamiento R" en

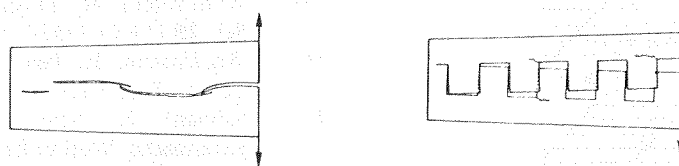
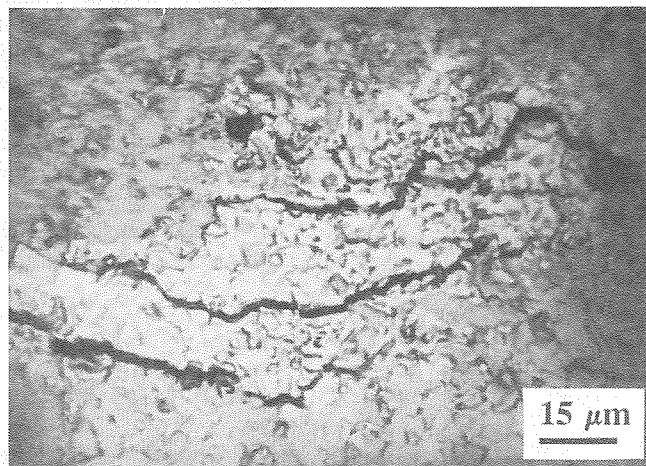


Fig. 3.- Trayectoria de la propagación de una grieta en un ensayo de flexión (vista cara lateral en MAT100) y modelos correspondientes.

materiales monofásicos, es decir del aumento de la tenacidad con el avance de una grieta.

Se observó una mayor evidencia de la formación de puentes entre los labios de la grieta en los materiales monofásicos, en particular en MAT100, lo que es consistente con la forma de los granos de este material [4]. No obstante, es muy difícil cuantificar este extremo puesto que al parar los ensayos de flexión cuando  $\sigma > \sigma_{max}$ , en estos materiales compuestos se produce una limitad propagación inestable de la grieta los que posiblemente provoca la destrucción de puentes.

Para cuantificar el grado de no linealidad en materiales cerámicos, Gogotsi [7,8] introdujo el parámetro de fragilidad  $\chi$  que indica la relación entre la energía elástica específica (energía/volumen) acumulada en el momento de fractura y la energía total específica en ese momento (Fig. 4).  $\chi$  puede obtenerse, por ejemplo en un ensayo de flexión, por

$$\chi = \frac{W_{el}}{W_{tot}} = \frac{\sigma_u^2}{2E \int_0^{\epsilon_u} \sigma d\epsilon} \quad (4)$$

$\chi$  varía según el grado de fragilidad entre 1 y 0. Los materiales con  $\chi=1$  son lineal-elásticos y frágiles; los materiales con  $\chi < 1$ , denominados por Gogotsi como materiales "relativamente frágiles", muestran una relación no lineal entre tensión y deformación. Al disminuir  $\chi$  disminuye también la sensibilidad frente a concentraciones de tensiones (p. ej. grietas superficiales) y aumenta la resistencia al choque térmico.

En la Tabla 1 se recogen los resultados del análisis del comportamiento no lineal de las curvas de la Fig. 5. Puesto que se usaron valores de tensiones y deformación aparentes, el parámetro de fragilidad fue denominado  $\chi^*$  para diferenciarlo de los valores  $\chi$  corregidos para tensión y deformación real en la definición de Gogotsi.

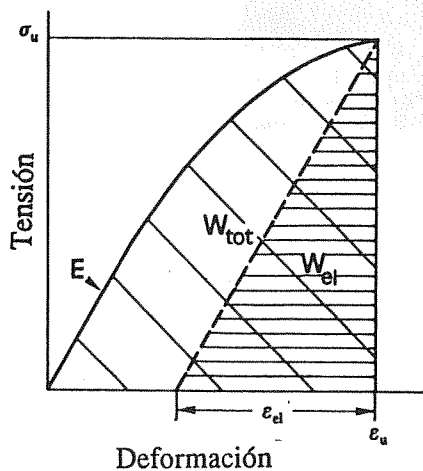


Fig. 4.- Parámetros característicos del comportamiento mecánico no lineal. Definición del parámetro de fragilidad según Gogotsi.

Se aprecia que, según la definición de Gogotsi, todos los materiales estudiados presentasen una importante desviación del comportamiento lineal elástico. Este efecto es mucho más pronunciado en los materiales monofásicos, AT100 y MAT100. Es decir, el reforzamiento por fases secundarias no sólo produce un aumento del módulo de rotura, sino que también aumenta de forma significativa la fragilidad de los materiales. No obstante, si bien este efecto es importante, los materiales compuestos conservan un pronunciado comportamiento no lineal que hace esperar que su resistencia al choque térmico sea alta.

Tabla 1. Parámetros del comportamiento mecánico de los materiales sinterizados.

	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)	$\chi^*$
AT100	9,0	0,40	<b>0,36</b>
AT80	40,9	0,33	<b>0,66</b>
MAT100	15,2	0,44	<b>0,34</b>
MAT80	64,1	0,27	<b>0,77</b>

## CONCLUSIONES

El reforzamiento de la matriz de titanato de aluminio con fases secundarias de mullita y circona monoclínica produce un aumento significativo del módulo de rotura: ~ 55 MPa frente a <10 MPa del material monofásico se debe a la reducción del tamaño de defecto que origina la presencia de circona y mullita como fases dispersas. Todos los materiales presentan una pronunciada no linealidad en el comportamiento mecánico y una fractura controlada, ahora bien este efecto es menos acusado en los materiales compuestos.

*Este trabajo ha sido subvencionado por la CICYT, proyecto MAT88-0156*

## REFERENCIAS

- [1] Buessem et al., Ceram. Age 60 (1952) 38
- [2] Ishitsuka, M.; Sato, T.; Endo, T.; Shimada, M. J. Am. Ceram. Soc. 70 (1987) 69-71
- [3] Wohlfromm, H, Moya, J.S., Pena, P.J. Mat. Sci. 25 (1990) 3753-3764
- [4] Wohlfromm, H, Pena, P, Moya, J.S., J. Eur. Ceram. Soc. 7 (1991) 385-396
- [5] Salmang, H.; Scholze, H: Ceramic, Teil 2: Keramische Werkstoffe; 6. Auflage, Springer, Berlin-Heidelberg-New York, 1983.
- [6] Swanson, P.L.: Fracture Mechanics and Non-Destructive Evaluation Investigation of the Subcritical Fracture Process in Rock; en: Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 8, ed. R.C. Bradt, A. G. Evans, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange (Plenum Press, New York, 1986), p.299-317

## MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON PLAQUETAS

M. Belmonte, J.S. Moya, P. Miranzo.  
Instituto de Cerámica y Vidrio. C.S.I.C.  
Crta. de Valencia Km 24,300. Arganda del Rey. Madrid.

**Resumen.** En este trabajo se describe el procesamiento y las propiedades de materiales cerámicos compuestos de alúmina y plaquetas de SiC. Uno de los problemas fundamentales, que afecta directamente a las propiedades finales del material, es conseguir una buena dispersión de las plaquetas en el interior de la matriz. Esto se logra mediante agitación de las suspensiones en un baño de ultrasonidos y posterior homogeneización en molino de bolas. Se observa que la dureza y la tenacidad de los materiales de  $Al_2O_3/SiC$  aumenta con el contenido en plaquetas, llegando a alcanzar valores de 18.4 GPa y  $4.6 MPa \cdot m^{1/2}$ , respectivamente, para un 12% en volumen de SiC. El estudio de grietas introducidas mediante un indentador Vickers revela que el reforzamiento observado en estas muestras se debe a la contribución simultánea de varios mecanismos; principalmente deflexión y ramificación de la grieta, así como puenteo de la grieta y arranque de las plaquetas.

**Abstract.** In this work the processing of SiC platelets reinforced  $Al_2O_3$  composites are described. Dispersion of platelets into the matrix is one of the most important processing step which directly affects final material properties. A good platelets dispersion is achieved using ultrasonic bath and ball milling. Toughness and hardness of  $Al_2O_3/SiC$  composites obtained by hot-pressing increase with SiC platelet content up to 18.4 GPa and  $4.6 MPa \cdot m^{1/2}$ , respectively for 12 vol% SiC content. Observations of crack indentations reveal that toughening takes place by mainly crack deflection and crack branching, as well as debonding associated with platelet pull-out and crack bridging.

## 1. INTRODUCCION

Uno de los objetivos fundamentales en el campo de materiales cerámicos consiste en el estudio y producción de materiales reforzados con segundas fases para su utilización como herramientas de corte y en la industria aeroespacial y de automoción.

Durante los últimos años la investigación se ha centrado principalmente en la incorporación de fibras cortas monocristalinas (whiskers) a matrices cerámicas ya que producen considerables aumentos de tenacidad y dureza [1-4]. Sin embargo, estudios médicos han revelado la existencia de riesgo para la salud debido al pequeño diámetro de estas fibras ( $\leq 3 \mu m$ ) [5]. Este problema se reduciría con fibras de mayor diámetro, pero se pierde efectividad debido a que la tenacidad de estos materiales se incrementa conforme la relación entre la longitud y el diámetro de las fibras (cociente aparente,  $L/D$ ) aumenta.

Por este motivo, las últimas investigaciones se han dirigido hacia el uso de plaquetas como fase reforzante [6-10], que aunque conducen a materiales con valores de tenacidad algo menores, se pueden considerar una buena alternativa frente a los whiskers, ya que: 1) no presenta riesgos para la salud, 2) se obtienen fácilmente y con bajo coste, 3) es posible la introducción de elevados contenidos en plaquetas, sin que aparezcan problemas de aglomeración y 4) se consiguen mayores densidades debido a su forma y tamaño.

En el ICV existe una línea de investigación encaminada a la obtención de materiales reforzados con plaquetas para su utilización en el campo de las herramientas de corte. Recientemente se ha producido una importante evolución en este campo debido a la necesidad de mecanizar materiales progresivamente más duros y de mayor tenacidad utilizando velocidades de corte cada vez mayores. Este hecho lleva consigo el desarrollo de

materiales con buenas propiedades mecánicas, termomecánicas y químicas, tales como tenacidad, dureza, resistencia a la deformación, choque térmico e inercia química. La mejora de las propiedades mecánicas viene determinada por los distintos mecanismos de reforzamiento que operan en el material [11]. Estos incluyen la deflexión, arranque de la plaqueta, ramificación y puenteo de la grieta.

En este trabajo se han obtenido mediante prensado en caliente materiales compuestos de  $Al_2O_3$  reforzados con plaquetas de SiC utilizando distintas concentraciones (5, 8 y 12% en volumen). La dureza y la tenacidad se han determinado mediante indentación y se han analizado los mecanismos de reforzamiento operativos en estos materiales.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se ha utilizado  $Al_2O_3$  ( $Al_2O_3$  CS-400 Lonza Martinswerk, Alemania) como matriz y plaquetas de SiC (SF, C-Axis Technology, Canadá) con un diámetro medio de  $10 \mu m$  como fase reforzante. Las características de los materiales de partida se muestran en la Tabla 1.

Un paso importante en la fabricación de este tipo de materiales es la dispersión homogénea de las plaquetas en el interior de la matriz. Para ello se ha hecho un estudio reológico de las suspensiones acuosas de alúmina con y sin adición de 5% en volumen de SiC. Se ha determinado la viscosidad y el potencial zeta de las suspensiones en función del pH, usando un viscosímetro rotacional (Haake Rotovisco RV 20) y un analizador de transporte de masa (Micromeritics Inc. U.S.A.), respectivamente. Después de un estudio de dispersión de las plaquetas, se ha seleccionado como óptimo la agitación de la suspensión en un baño de ultrasonidos seguida de homogeneización en molino de bolas de alúmina durante dos horas. En estas condiciones de dispersión, se ha floculado la suspensión variando el pH. La suspensión floculada fue secada a  $120^\circ C$  durante 24

**Tabla 1.** Tamaño medio, superficie específica y principales impurezas (% en peso) de los materiales de partida.

	$Al_2O_3$	SiC
Tamaño medio ( $\mu m$ )	$\sim 0.3$	$\sim 10.5$
S.E. ( $m^2/g$ )	10	0.7
$Fe_2O_3$	0.01-0.03	0.0014
$TiO_2$	0.005	0.002
CaO	0.01-0.05	0.025
MgO	----	0.002
$Na_2O$	0.1	0.01

horas y tamizada por  $100 \mu m$ . Los compactos finales se han obtenido mediante prensado en caliente a  $1500^\circ C$  y 50 MPa.

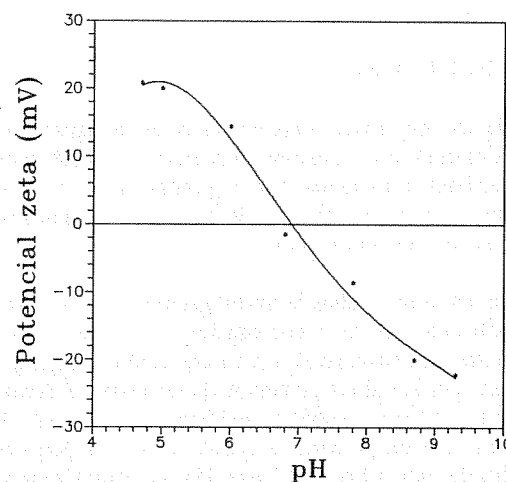
El módulo de Young se ha determinado mediante un método dinámico (Grindo-Sonic MK3) que permite obtener el valor de la frecuencia fundamental de resonancia de la probeta. La dureza y la tenacidad de los distintos materiales compuestos se ha medido utilizando un indentador Vickers sobre muestras pulidas. Las superficies de fractura se han estudiado mediante microscopía electrónica de barrido.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION

En la Figura 1 se observa que el punto isoeléctrico para el polvo de alúmina aparece a  $pH \sim 7$ . También se ha determinado que el menor valor de tensión de cizalla (Figura 2), directamente relacionado con la viscosidad, corresponde a las suspensiones preparadas a  $pH \sim 10$ . Este valor no se modifica significativamente al introducir un 5% en volumen de plaquetas de SiC. Los resultados obtenidos en estos dos ensayos concuerdan y llevan a la selección del siguiente esquema de procesamiento: obtención de una suspensión estable a  $pH \sim 10$ , floculación de dicha suspensión a  $pH \sim 7$  consiguiendo así la dispersión instantánea de las plaquetas [12].

Se han obtenido densidades superiores al 99% de la teórica para los compactos sinterizados por prensado en caliente.

Como se observa en la figura 3, se consigue una buena dispersión de las plaquetas en la matriz, no detectándose problemas de aglomeración como los observados generalmente en los materiales reforzados con whiskers. También se observa una ligera orientación de las



**Fig. 1.** Potencial zeta frente a pH de la alúmina.

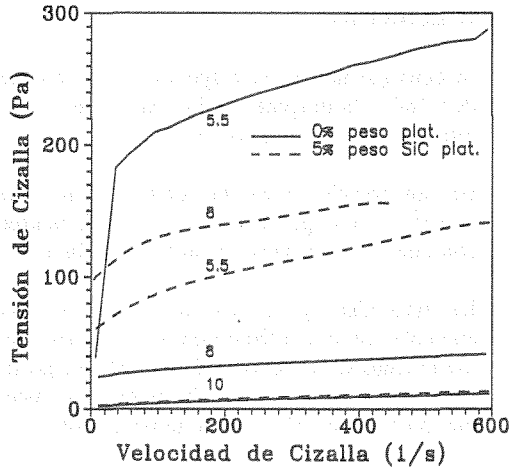


Fig. 2. Tensión de cizalla frente a velocidad de cizalla para las suspensiones de  $Al_2O_3$  y  $Al_2O_3/SiC$  a diferentes valores de pH.

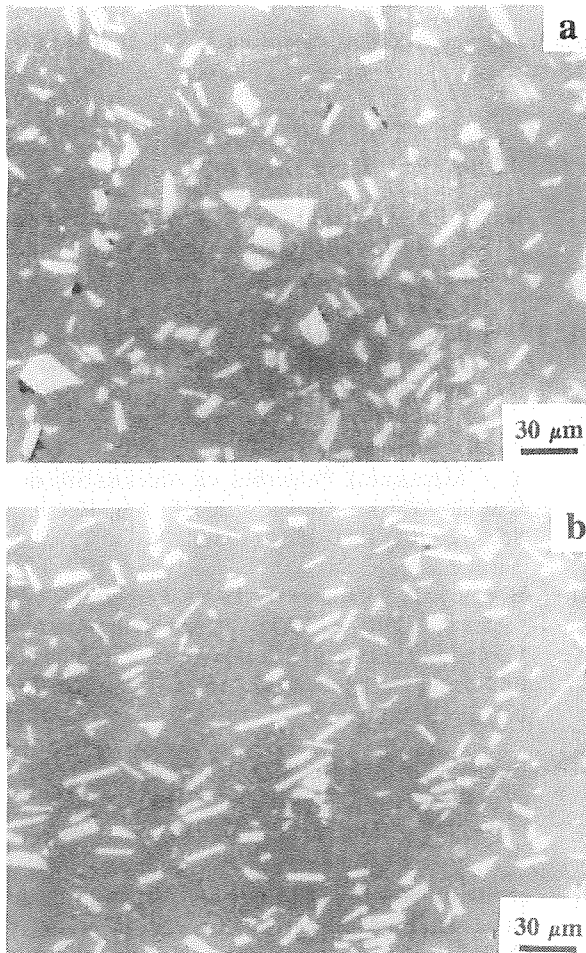


Fig. 3. Fotomicrografías obtenidas mediante microscopía óptica de luz reflejada de la muestra con 12 % vol. de plaquetas de SiC: (a) perpendicular y (b) paralelo al eje de prensado.

plaquetas ya que durante el prensado en caliente éstas tienden a orientarse con su diagonal perpendicular al eje de prensado.

En la Tabla 2 se recogen los valores de dureza, tenacidad y módulo de Young de los distintos materiales. Se observa un ligero aumento de la dureza y de la tenacidad cuando se introduce mayor contenido de SiC. Sin embargo, no se detecta una variación significativa de estas propiedades con el plano sometido a estudio (paralelo o perpendicular al eje de prensado), lo que parece indicar que, al contrario de lo que sucede en los materiales reforzados con whiskers, no existe una dependencia de estas propiedades con la orientación de las plaquetas. Los valores de tenacidad obtenidos son del mismo orden de magnitud que los descritos por otros autores [7,9], incluso son comparables a los conseguidos con la incorporación de ~10% en volumen de whiskers de SiC ( $5 MPa m^{3/2}$ ), [3].

Tabla 2. Módulo de elasticidad, dureza y tenacidad de los distintos materiales compuestos, en función del contenido en SiC y del plano sometido a estudio.

SiC (% vol.)	E (MPa)	H (GPa)	$K_{IC}$ ( $MPa m^{3/2}$ )
0	377	$17.6 \pm 0.1$	$4.0 \pm 0.2$
5 ( $\perp$ )	392	$17.8 \pm 0.4$	$3.9 \pm 0.2$
5 ( $\parallel$ )		$18.0 \pm 0.4$	$4.1 \pm 0.1$
8 ( $\perp$ )	410	$18.2 \pm 0.5$	$4.4 \pm 0.3$
8 ( $\parallel$ )		$18.3 \pm 0.4$	$4.5 \pm 0.3$
12 ( $\perp$ )	412	$18.4 \pm 0.6$	$4.6 \pm 0.4$
12 ( $\parallel$ )		$18.3 \pm 0.3$	$4.3 \pm 0.2$

El aumento de tenacidad de los materiales compuestos, se justifica mediante mecanismos de interacción grieta/microestructura. El grado de interacción puede analizarse examinando las grietas producidas por indentación. En la figura 4 se observa una contribución mayoritaria de la deflexión de la grieta a lo largo de la interfase plaqueta/matriz y en menor grado puenteo y ramificación de la grieta. El hecho de que el mecanismo de deflexión sea el más efectivo se debe al diferente coeficiente de expansión térmico de la  $Al_2O_3$  ( $\alpha = 9 \times 10^{-6}/^\circ C$ ) y el SiC ( $\alpha = 3 \times 10^{-6}/^\circ C$ ). Al bajar la temperatura de sinterización, la plaqueta estará sometida a compresión y la matriz a tensión, lo que genera tensiones locales y microgrietas en el material que promueven la deflexión de la grieta. Además la presencia de este mecanismo indica una unión plaqueta/matriz relativamente débil.

El estudio de las superficies de fractura por microscopía electrónica de barrido indica la existencia de fractura predominantemente intergranular tanto en la matriz como en la fase reforzante (Figura 5), observándose arranque de las plaquetas en algunos casos. Estas observaciones concuerdan con los mecanismos propuestos teniendo en cuenta los resultados de las grietas de indentación.



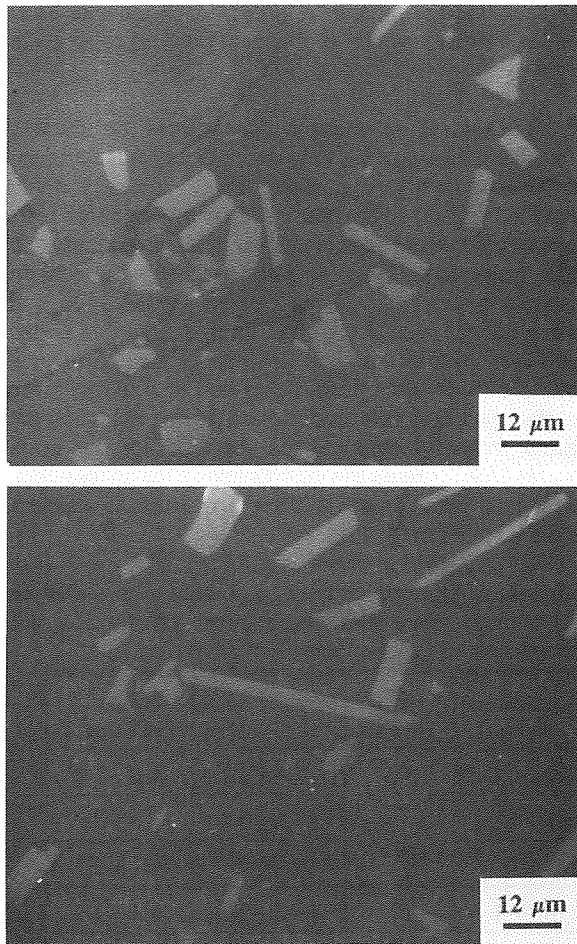


Fig. 4. Fotomicrográficas obtenidas mediante microscopía óptica de luz reflejada de grietas de indentación introducidas en la muestra con 8 % vol. de plaquetas de SiC.

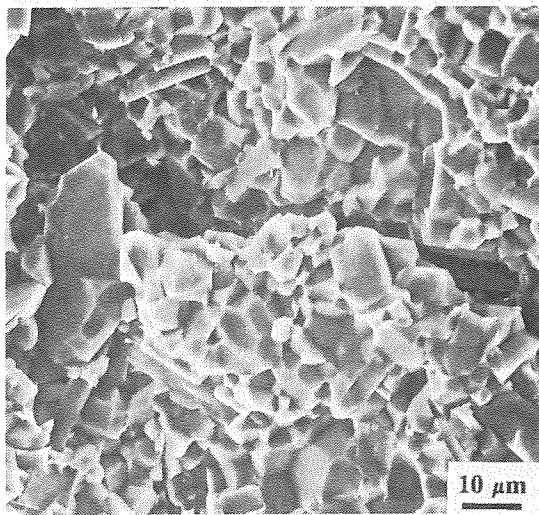


Fig. 5. Fotomicrografía obtenida mediante MEB de la superficie de fractura de la muestra con 12 % en vol. de plaquetas de SiC

#### 4. CONCLUSIONES

1. Se consigue una buena dispersión de las plaquetas de SiC homogeneizando las mezclas en ultrasonidos y molino de bolas.
2. Se han obtenido mediante prensado en caliente materiales compuestos de  $Al_2O_3/SiC$  plaquetas con densidades superiores al 99% de la teórica.
3. La tenacidad y dureza de estos materiales aumenta con el contenido en SiC. Se produce un incremento de la tenacidad del 15% respecto al valor de la alúmina monolítica para el material que contiene un 12% en volumen de SiC.
4. La deflexión, ramificación y puenteo de la grieta, junto con el arranque de las plaquetas son los principales mecanismos de reforzamiento en estos materiales.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la C.E.E. (BREU-0181-C).

#### 6. REFERENCIAS

- [1] Becher P.F. y Wei G.C., "Toughening Behaviour in SiC-Whiskers-Reinforced Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.* **67** (12), C267-C269 (1984).
- [2] Wei G.C. y Becher P.F., "Development of SiC-Whiskers-Reinforced Ceramics", *Am. Ceram. Soc. Bull.* **64** (2), 298-304 (1985).
- [3] Lio S., Watanabe M., Matsubara M. y Matsuo Y., "Mechanical Properties of Alumina/Silicon Carbide Whisker Composites", *J. Am. Ceram. Soc.* **72** (10), 1880-1884 (1989).
- [4] Homeny J., Vaughn W.L. y Ferber M.K., "Silicon Carbide Whisker/Alumina Matrix Composites: Effect of Whisker Surface Treatment on Fracture Toughness", *J. Am. Ceram. Soc.* **73** (2), 394-402 (1990).
- [5] Birchall J.D., Stanley D.R., Mockford M.J., Pigott G.H. y Pinto P.J., "Toxicity of SiC whiskers", *J. Mat. Sci.* **7** (4), 350-351 (1988).
- [6] Heussner K.H. y Claussen N., "Yttria- and Ceria-stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals (Y-TZP, Ce-TZP) Reinforced with  $Al_2O_3$  Platelets", *J. Eur. Ceram. Soc.* **5**, 193-200 (1989).
- [7] Sakai H., Matsuhiro K. y Furuse Y., "Mechanical Properties of SiC Platelet Reinforced

- Ceramic Composites", *Ceramics Transactions* vol. 19: *Advanced Composite Materials*, 765-771 (1991).
- [8] Sanders G. y Swain M.V., "Mechanical Property and Microstructural Observations for some Silicon Carbide-Reinforced Alumina Composites", *Mat. Forum* **14**, 60-69 (1990).
- [9] Fischer W.F., Haber R.A. y Anderson R.M., "Mechanical Properties of Alumina Matrix Composites Reinforced with Silicon Carbide Platelets and Particulate", *Ceramics Transactions* vol. 19: *Advanced Composite Materials*, 773-779 (1991).
- [10] Claussen N., "Ceramic Platelet Composites" en *Proc. 11th. RISO International Symposium en "Structural Ceramics Processing, Microstructure and Properties"*, Ed. J.J. Bentzen et al., RISO National Laboratory, 1-12 (1990).
- [11] Faber K.T., "Toughening Mechanisms for Ceramics in Automotive Applications", *Ceram. Eng. Sci. Proc.* **5** (5-6), 408-439 (1984).
- [12] Belmonte M., Moreno R., Requena J., Moya J.S. y Miranzo P., "Processing of  $Al_2O_3$  and SiC Reinforced Composites", *Proc. 2<sup>nd</sup> European Ceramic Society Conference*, (1991).

## INICIACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA A COMPRESIÓN EN CERÁMICAS TENACES

Jesús Solís, Carlos Lapetra y Jaime Domínguez.

E.T.S.I.I., Universidad de Sevilla.  
Avda Reina Mercedes s/n, 41012-Sevilla

**Resumen.** Se presenta el procedimiento empleado para la iniciación de grietas mediante fatiga a compresión en el fondo de entallas de probetas de flexión de  $ZrO_2$  parcialmente estabilizada con  $Y_2O_3$ . La iniciación se obtiene aplicando compresión cíclica a probetas prismáticas con una entalla lateral. A partir de análisis numéricos de las tensiones en las proximidades de la entalla generada, se definen los niveles de carga a aplicar. Dicho análisis permitirá predecir de manera aproximada la longitud final a la que se producirá la detención de la grieta en compresión. Esta será función de la geometría y nivel de tensiones. Se analiza la variación de velocidad de crecimiento con la longitud de la grieta para diferentes geometrías y cargas máximas. Finalmente, se hacen algunas consideraciones prácticas sobre la geometría, la carga máxima a aplicar y el sistema de centrado para asegurar una buena distribución de la carga.

**Abstract.** In this work, the fatigue crack initiation and propagation of  $ZrO_2$  partially stabilised with  $Y_2O_3$  is analysed. The initiation is produced by applying fully compressive far field cyclic loads to a single edge-notched specimen. An analysis of the necessary conditions to produce the fatigue crack growth from the notch tip, considering the maximum compressive stresses at the notch root. The stress distribution at the front of the notch is studied and correlated with the maximum crack length that can be obtained for each geometry and far field compressive load. The crack grow rate variation with the length of the crack is also analysed for different notch geometries and maximum load. Some practical considerations about the specimen geometry, the maximum recommended far field load, and the system to assure a uniform far field stress distribution are done.

## 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años se ha producido un creciente interés por las aplicaciones de las cerámicas en ingeniería. Uno de los principales factores que han limitado el crecimiento de estas aplicaciones ha sido su fragilidad. No obstante, en los últimos años se ha producido el desarrollo de nuevos materiales cerámicos con tenacidades más altas, entre los que se incluyen las zirconias. Cerámicas que sufren transformación tenaz [1].

Entre las nuevas aplicaciones en ingeniería se han presentado casos en los que aparecen cargas cíclicas. El fallo más frecuente en estos casos es la fatiga. Se ha comprobado [2] que el límite de fatiga en probetas lisas de determinadas cerámicas tenaces es aproximadamente el 50% de la resistencia a tracción. Similarmente a lo que ocurre en los metales, las cargas cíclicas de determinada magnitud producen crecimiento estable de grietas. A diferencia de los materiales metálicos, en los cerámicos el crecimiento es intergranular. Con grietas de tamaño

suficientemente grande comparadas con las dimensiones microestructurales hay un factor de intensidad de tensiones umbral ( $\Delta K_{th}$ ), que es aproximadamente el 50% de  $K_{Ic}$  por debajo del cual no se produce crecimiento. La velocidad de crecimiento ( $da/dN$ ) depende del factor de intensidad de tensiones de la misma manera que lo hacen los metales -ley de Paris o similar-, pero con exponentes de  $\Delta K$  bastante mayores. Si la grieta tiene un tamaño del orden de las dimensiones microestructurales, el crecimiento puede producirse con valores de  $\Delta K$  bastante inferiores al umbral.

Para determinar la velocidad de crecimiento con grietas grandes comparadas con la microestructura se suelen emplear probetas entalladas, preagrietadas, sometidas a flexión en tres o cuatro puntos, o tipo compact [3], aunque estas últimas son menos frecuentes. La dimensión de la grieta inicial debe ser al menos un orden de magnitud superior a las dimensiones microestructurales y suficientemente grande para que el borde quede fuera del campo de influencia

de la entalla, con lo que se eliminan factores que modifican el comportamiento.

El agrietado previo se puede realizar por varios procedimientos. A veces, sometiendo la probeta entallada a cargas cíclicas que produzcan tensiones de tracción hasta que se genera una grieta. Tan pronto como se detecta la existencia de la grieta hay que disminuir la carga para evitar el crecimiento inestable. Posteriormente, con cargas adecuadas, se continúa el crecimiento de la grieta hasta que sale del campo de tensiones de la entalla. Este método tiene el inconveniente de que se producen muchas fracturas no deseadas durante la primera fase al aparecer el crecimiento inestable antes de que se haya detectado la grieta [3].

Otro procedimiento empleado es el del puente de compresión [4]. En él, sobre una probeta lisa rectangular apoyada a lo largo de su longitud, se aplican en los extremos, perpendicularmente a la superficie de apoyo, dos cargas iguales de compresión, como se muestra en la Figura 1. El estado de tensiones generado es tal que se produce tracción longitudinal en el centro del lado largo no apoyado y aparece una grieta que progresa hacia la superficie de apoyo. Al ir avanzando la grieta, las tensiones longitudinales que encuentra el borde van disminuyendo de magnitud, hasta que pasan a ser de compresión o son suficientemente pequeñas para producir la detención. Jugando con el valor de las cargas aplicadas pueden obtenerse distintas longitudes de grieta. Este procedimiento lo está aplicando con resultados prometedores el grupo del Departamento de Ciencia de Materiales de la U.P. de Madrid.

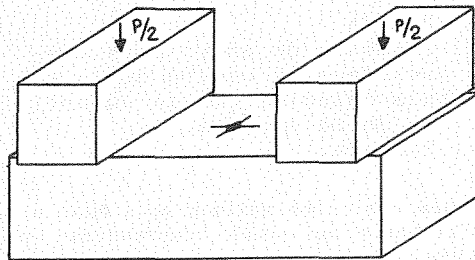


Fig.1 Puente de compresión

Un procedimiento que permite un mejor control de la longitud final de pregrieta es el de fatiga en compresión [5,6]. Consiste en aplicar carga cíclica de compresión a una probeta entallada de forma que se produzcan en el borde del concentrador tensiones máximas incluso superiores a la de rotura en compresión. Se genera así una grieta que crece de forma estable desde el fondo de la entalla y perpendicularmente a la tensión principal máxima. La grieta crece en un campo de tensiones residuales de tracción, disminuyendo la velocidad de crecimiento al ir alejándose del fondo de la entalla y reduciéndose por tanto la amplitud de tensiones y el valor de las residuales.

En este trabajo se muestra el procedimiento empleado para la iniciación de grietas por fatiga en compresión en el fondo de entallas de probetas de  $ZrO_2$  parcialmente estabilizada con  $Y_2O_3$  al 4 mol%.

2. CRECIMIENTO DE GRIETAS EN COMPRESION

Antes de explicar el método experimental empleado se harán algunas consideraciones sobre el crecimiento de grietas en compresión, y las razones por las que este se produce.

Cuando en el borde de la entalla se producen tensiones de compresión superiores a la de rotura, aparecen microgrietas intergranulares, dejando de ser el comportamiento lineal, disminuyendo la pendiente de la curva tensión-deformación [6]. Al descargarse la probeta, el material recupera de forma aproximadamente lineal, pero con una pendiente inferior a la producida durante el comportamiento lineal de carga en compresión, con un comportamiento del tipo mostrado en la Figura 2. Se generan así unas tensiones residuales de tracción, que serán mayores o menores, dependiendo de la pendiente indicada, y cuya distribución en la sección neta en el plano medio de la entalla será similar a la de la Figura 3.

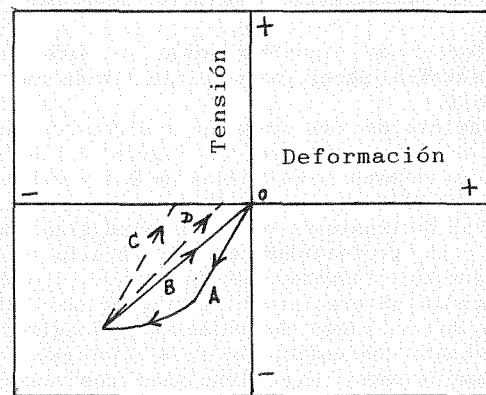


Fig.2 Esquema que describe la no linealidad tensión deformación durante cargas de compresión, y la linealidad en la descarga con o sin tensiones residuales.

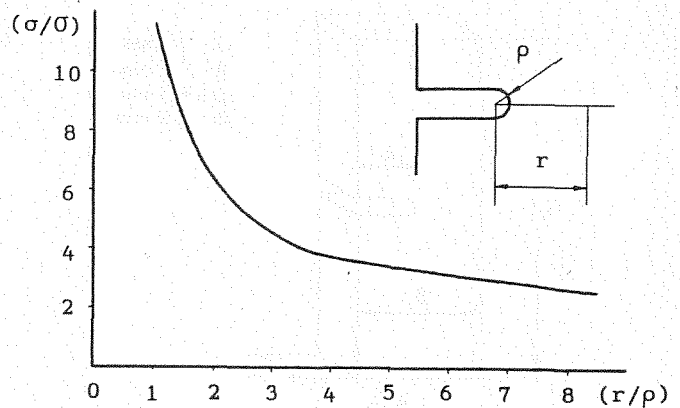


Fig.3 Distribución de tensiones en el plano medio de la entalla.

Las microgrietas generadas estarán sometidas al campo de tensiones residuales de tracción, produciéndose crecimiento intergranular de las mismas al aplicar una carga cíclica de compresión. Dicho crecimiento será estable debido a las barreras que suponen los distintos cristales entre los que va evolucionando. La variación de la orientación de las microgrietas para adaptarse al perfil intergranular y las diferentes tensiones residuales existentes entre los granos, producirán detenciones cada ciclo.

A medida que la grieta se aleja del borde de la entalla disminuyen las tensiones máximas de compresión, reduciéndose la cantidad de microgrietas producidas por la carga. Igualmente disminuyen las tensiones residuales de tracción. Todo ello ocasionará una reducción de la velocidad de crecimiento, llegándose a valores de longitud para los que se produce la detención total.

Estas grietas generadas mediante compresión tienen un borde con un campo de tensiones y deformaciones relativamente pequeño, lo que hace igualmente pequeño el daño sufrido por el material. Ello permite emplear estas probetas preagrietadas para la determinación de la tenacidad y para ensayos de crecimiento de grietas por fatiga [7,8].

### 3. METODO EXPERIMENTAL Y MATERIAL EMPLEADO.

El material de experimentación ha sido Zr O<sub>2</sub> policristalina parcialmente estabilizada con Y<sub>2</sub> O<sub>3</sub> al 4 mol%.

La geometría de las probetas y dirección de la carga se representa en la Figura 4. Se han realizado ensayos con entallas de 0.4 y 0.7 mm de ancho para analizar el efecto de este parámetro y del nivel de tensiones en la longitud final de la grieta. La profundidad de la entalla se ha seleccionado intentando que sea pequeña, de manera que permita un crecimiento posterior por fatiga dentro de un rango de relaciones longitud de grieta/canto con soluciones de K<sub>I</sub> fiables, y que al mismo tiempo, bajo tensiones nominales no demasiado altas para hacer peligrar la integridad de la probeta, produzca niveles suficientemente altos de tensiones en el fondo.

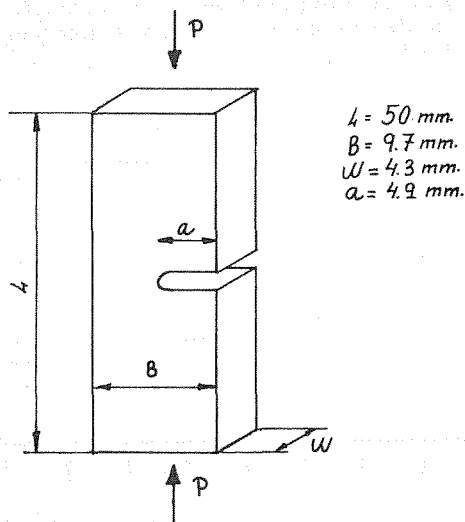


Fig.4 Geometría de las probetas ensayadas.

Las entallas se han obtenido con discos adiamantados de 0.4 y 0.7 mm de espesor. Estos discos producen fondos de entalla casi rectos, con los vértices redondeados. Para asegurar en el fondo de la entalla una zona central en la que se produzcan las tensiones máximas ha sido necesario redondearlos. Lo que se ha llevado a cabo con pasta de diamante, aplicada mediante una lámina del espesor de la entalla con los cantos redondeados.

Los ensayos se han realizado en una máquina dinámica hidráulica controlada numéricamente. En la figura 5 se representa la disposición de los elementos para el ensayo. Para eliminar cualquier efecto de flexión por falta de alineamiento o paralelismo entre las superficies, la carga de compresión se ha aplicado interponiendo dos rótulas axiales, el centro de cuyas superficies esféricas coincide con el de las superficies de la probeta. El centrado se ha realizado con un útil que asegura un error inferior a 0.05 mm. Este último aspecto es de vital importancia para garantizar un crecimiento estable de la grieta y evitar problemas para la integridad de la probeta.

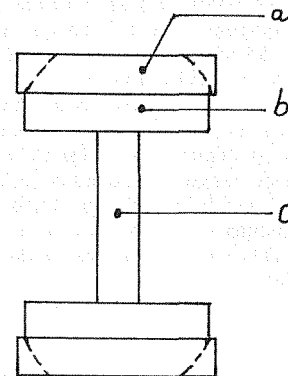


Fig.5 a) Rótula  
b) Elemento de apoyo para asegurar que el centro de la rótula coincide con la superficie de la probeta.  
c) Probeta.

Las tensiones nominales máximas aplicadas a las distintas probetas han estado comprendidas entre 165 y 210 MPa, con un coeficiente de asimetría de los ciclos (R) próximo a 10. Los coeficientes de concentración de tensiones correspondientes a estas entallas son y para las probetas de 0.4 y 0.7 mm de ancho de entalla, respectivamente.

### 4. RESULTADOS

Se han ensayado varias probetas. Dos con geometría algo distinta a la indicada previamente, con una entalla de 0.4 mm de espesor, pero sin redondear el fondo de la misma. La tensión nominal máxima aplicada ha sido 175 MPa y el coeficiente de asimetría R=10. El coeficiente de concentración de tensiones, referido a la sección sin entalla, producido con esta geometría es 23.1. En la Figura 6a se muestra una fotografía de la zona del fondo de la entalla de una de ellas, después de 300.000 ciclos con 152 MPa de valor máximo, sin que se produjera crecimiento apreciable, y 150.000 más con 175 MPa, durante los que el crecimiento fue el

mostrado. Puede apreciarse la existencia de dos grietas progresando al mismo tiempo. En la Figura 6b se muestra la evolución de la longitud de las dos grietas por una de las caras a partir de los 300.000 ciclos iniciales sin crecimiento.



Fig.6a 450000 ciclos(300000 ciclos sin grieta).

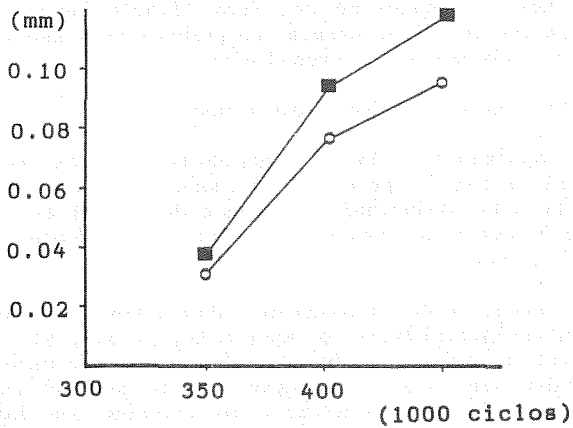


Fig.6b Evolución de la longitud de dos grietas en una de las caras de las probetas.

La geometría del fondo de entalla producido por el disco, con dos arcos unidos por una parte recta, hace que las tensiones máximas se produzcan en la zona de estos arcos en vez del centro de la ranura. En la Figura 7 se muestra la evolución de las tensiones en una línea prolongación del centro de la entalla y en otra prolongación de un radio trazado a 45 grados. Los valores corresponden a la solución elástica obtenida mediante el programa ANSYS.

Teniendo en cuenta que las grietas crecen al someter a las probetas a tensiones nominales de compresión, cualquier grieta existente, sea de mayor o menor longitud, se cerrará y no producirá ninguna descarga en el resto de ellas aunque sean más cortas. Al ser las tensiones residuales de tracción de carácter local, dos grietas a una distancia del orden de magnitud del radio de la entalla no interaccionarán entre ellas, con lo que la de mayor longitud de las dos tampoco producirá la descarga de la otra. Todo ello hace que, aunque una grieta pueda crecer más que otra, las dos

continúen haciéndolo independientemente.

Empleando probetas de 0.35 y de 0.2 mm de radio de entalla se han sometido a cargas cíclicas de compresión cinco probetas, tres de 0.35 y dos de 0.2 mm, con valores de R=10. En la figura 8 se muestra la evolución de tensiones en la sección neta de la probeta para ambas geometrías para una tensión nominal de 100 MPa.

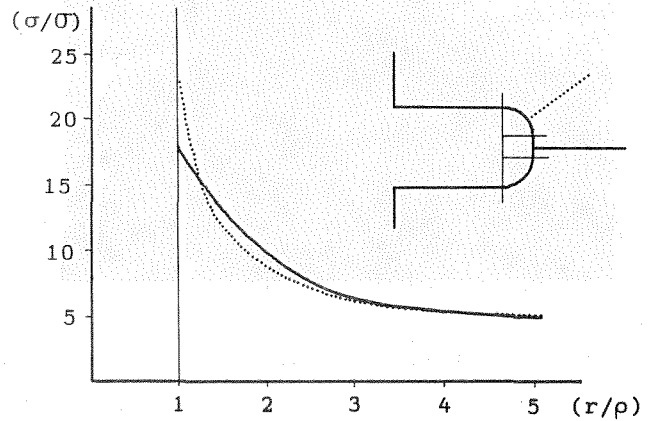


Fig.7 Distribución de tensiones según las dos direcciones indicadas en la figura.

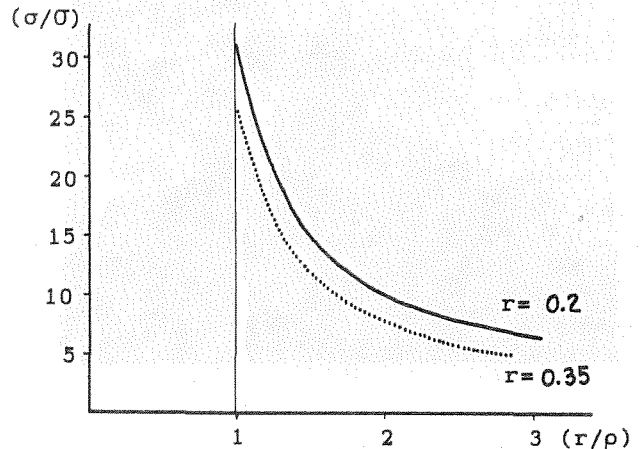


Fig.8 Distribución de tensiones en la sección neta de dos probetas de radio de entalla 0.2 y 0.35 mm.

En las probetas de 0.35 mm de radio de entalla, se comenzó aplicando tensiones no excesivamente elevadas, para controlar el crecimiento. Se comprobó que en cada caso era necesario alcanzar un nivel distinto de tensiones para obtener la iniciación de la grieta después de un número suficientemente alto de ciclos. Esta diferencia entre uno y otro caso llegó a ser del orden del 20%. Igualmente, para una carga determinada, suficientemente alta para hacer crecer la grieta, la longitud final alcanzada al detenerse varía apreciablemente de un caso a otro. Ello puede ser debido a tres razones: aleatoriedad en el comportamiento del material; diferencias en el alineamiento; y aleatoriedad en la geometría. Esta última causa se produce por el desgaste que se origina en la lámina generadora del radio. Ello hace que, de una probeta a otra, varíe apreciablemente la geometría del fondo de la

entalla. En la figura 9 se muestran dos fotografías de la evolución de la grieta en una las probetas de radio 0.35 mm.

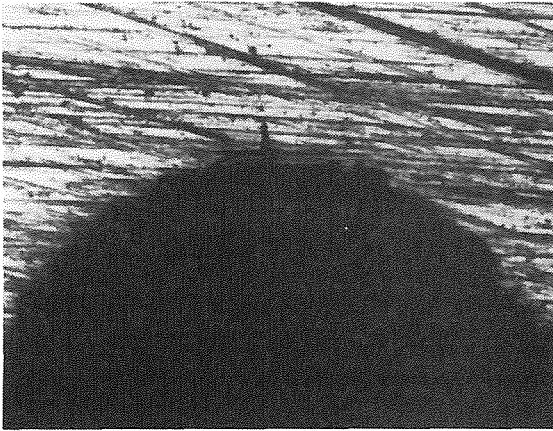
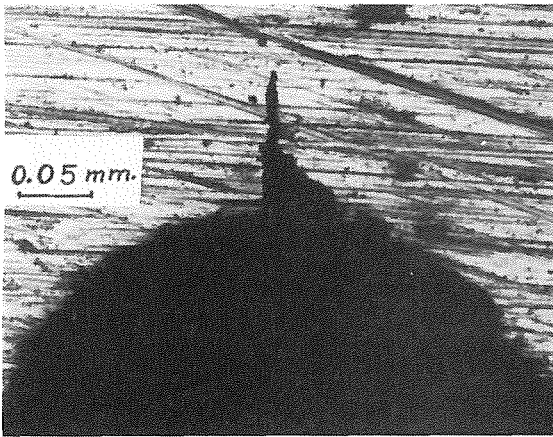


Fig.9 Hasta los 300000 ciclos.



Hasta los 800000 ciclos.

En las probetas con entallas de 0.2 mm de radio se ha hecho un seguimiento más detallado de la grieta durante el crecimiento. En la figura 10 se aprecia la evolución de la misma en las dos caras de una probeta, sometida al nivel de tensión nominal indicado. Se presentan las longitudes en función del número de ciclos. Puede apreciarse la disminución de la velocidad de crecimiento a medida que avanza la grieta en el campo de tensiones hacia zonas en las que los niveles son más bajos. También se aprecia una diferencia importante en la longitud final de la grieta en las dos caras, fenómeno producido en mayor o menor grado en prácticamente todos los casos estudiados. Ello puede ser debido a las mismas razones indicadas previamente: aleatoriedad del crecimiento; diferencia entre la geometría de la entalla en uno y otro lado; y, sobre todo, falta de centrado de la carga, que, aunque pequeño, puede ser importante.

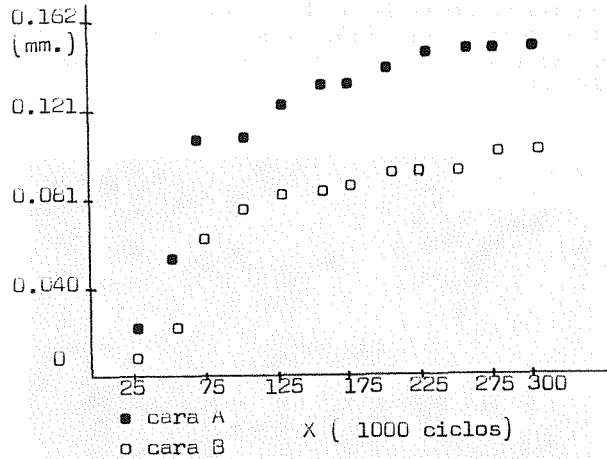


Fig.10 Evolución de la grieta por las dos caras para un radio de entalla de 0.2 mm.

## 5. CONCLUSIONES

El trabajo presentado es un primer paso para la determinación de las características a fatiga de cerámicas tenaces de una forma fiable, ensayos para los que es necesaria una probeta previamente agrietada por algún procedimiento.

Entre las conclusiones puede decirse:

Es importante cuidar el centrado de la carga, que hará crecer la grieta longitudes distintas por cada lado. Reduciendo el tamaño de la rótula un mismo error de centrado reducirá los momentos producidos.

La obtención de un fondo de entalla semicircular sin irregularidades es importante, ya que, si el nivel de tensiones es alto las irregularidades pueden dar lugar a la aparición de más de una grieta, de forma similar a lo ocurrido con las primeras probetas ensayadas.

Dado que la grieta final a obtener por fatiga en compresión debe ser suficientemente larga para que el borde esté fuera de la zona de influencia de la entalla, será importante la definición de la geometría y del nivel de carga a aplicar en cada caso.

## 6. REFERENCIAS

- [1] Evans A.G. y Heuer A.H., "Review-Transformation Toughening in Ceramics: Martensitic Transformations in Crack-Tip Stress Fields", J. Am. Ceram. Soc., 63, 241-248 (1980).
- [2] Steffen A.A., Dauskardt R.H. y Ritchie R.O., "Cyclic Fatigue-Crack Propagation in Ceramics: Long and Small Crack Behavior", en Fatigue 90 (Ed Kitagawa H. y Tanaka T.) pp 745-752, MCE Publications Ltd.
- [3] Dauskardt R.H. y Ritchie R.O., "Cyclic Fatigue Crack Growth Behavior in Ceramics", Closed Loop, 17, 7-17 (1989).

- [4] Warren R. y Johannesson B., "Creation of Stable Cracks in Hardmetals Using 'Bridge' Indentation", Powder Metallurgy, 27, 25-29 (1984).
- [5] Ewart L. y Suresh S., "Dynamic Fatigue Crack Growth in Polycrystalline Alumina Under Cyclic Compression", Journal of Mat. Science Letters, 5, 774-778 (1986).
- [6] Ewart L. y Suresh S., "Crack Propagation in Ceramics Under Cyclic Loads", Jou. of Mat. Science, 22, 1173-1192 (1987).
- [7] Suresh S., Ewart L., Maden W.S., Slaughter S. y Nguyen M., "Fracture Toughness Measurements in Ceramics: Pre-Cracking in Cyclic Compression", Jou. of Mat. Science, 22, 1271-1276 (1987).
- [8] Davidson D.L., Campbell J.B. y Lankford J., "Fatigue Crack Growth Through Partially Stabilized Zirconia at Ambient and Elevated Temperatures", Acta Metall. Mater., 39, 1319-1330 (1991).



## MEDIDA DE LA TENACIDAD DE FRACTURA EN MATERIALES CERAMICOS

J.Y. Pastor, J. Planas, y M. Elices.

Departamento de Ciencia de Materiales.  
Universidad Politécnica de Madrid.  
ETS de Ingenieros de Caminos.  
Ciudad Universitaria, s/n.  
E-28040-Madrid.

**Resumen.-** En este artículo se exponen los resultados de medida de la tenacidad para una alúmina comercial por tres métodos distintos, analizándose la bondad de cada uno de ellos. Dos de estos métodos están ampliamente extendidos, son el método de indentación (IM), y el de flexión en tres puntos de una probeta entallada (SENB). El tercero, flexión en tres puntos de probetas fisuradas (SEPB), es de reciente desarrollo y ha creado razonables expectativas. También se muestra en este artículo un dispositivo experimental, desarrollado por los autores, que permite la medida del CMOD o el desplazamiento en materiales cerámicos hasta temperaturas de 1900°C.

**Abstract.-** This paper presents and analyzes the results the fracture toughness of a commercial alumina measured by three different methods. Two of these methods are widely known, these are the indentation method (IM) and the single edge notch beam (SENB) method. The third method, a new one is the single edge precracked beam (SEPB) method, which has been developed recently. An experimental setup, developed by the authors, to measure CMOD or displacement in ceramics testing up to 1900°C is also shown.

### 1.- INTRODUCCION.

Los materiales cerámicos poseen excelentes propiedades físicas y químicas que los hacen ideales para múltiples aplicaciones, especialmente en ambientes agresivos y a alta temperatura. No obstante, tienen una característica intrínseca, su fragilidad [1-3], que limita su aplicación como material estructural. Este hecho ha motivado el desarrollo de estrategias para aumentar su tenacidad.

En los últimos años han sido muchos los métodos desarrollados para medir la tenacidad de fractura de estos materiales [4]. Todos ellos presentan algunas ventajas y ciertos inconvenientes. Como resumen del estado de la cuestión se puede decir que el debate se centra entre utilizar métodos en los cuales se introduce una entalla, como en el SENB (Single Edge Notch Beam), o métodos en los que se introduce una grieta, como el IM (Indentation Method). El primero de los mencionados tiene la ventaja de ser fácilmente reproducible en distintos laboratorios ya que se usa una máquina universal de ensayos mecánicos y presenta el inconveniente de utilizar una entalla (que no es una grieta, cuyo radio en el fondo se supone prácticamente

nulo). El segundo método presenta la ventaja de crear una grieta real a nivel microscópico, pero el inconveniente de que al crecer poco la grieta aparecen fenómenos debidos a la interacción de la grieta con la microestructura. Además, las tensiones residuales y fricciones generadas en el punzonamiento con la punta de diamante, así como el estado tensional de la superficie sobre la cual se hace la medida, pueden originar valores distorsionados de la tenacidad.

Una vía para intentar conjugar las ventajas de estos métodos es la utilización del método de medida de la tenacidad por medio de flexión en tres puntos de probetas previamente fisuradas (Single Edge Precracked Beam, SEPB) [5-6], recientemente desarrollado. Este método, que se describe de forma más detallada en secciones posteriores, consiste básicamente en crear una grieta inicial mediante un punzonamiento con una punta de diamante Vickers o Knoop y posteriormente, mediante un dispositivo hiperestático de carga, propagarla en el material de forma estable. La probeta así fisurada se ensaya a

flexión, obteniéndose un valor de la tenacidad a partir de la carga máxima. Este método presenta las ventajas de los dos anteriores y ninguno de sus inconvenientes, ya que la medida de la tenacidad se hace a partir de una grieta real y no de una entalla. Por otro lado, evita las tensiones residuales de la deformación plástica debida al punzonamiento inicial al hacer crecer la grieta un par de milímetros.

En este artículo se presentan los resultados comparativos de la medida de la tenacidad por estos tres métodos (SENB, IM, SEPB) para un óxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ) comercial de 99,7% de pureza.

Otro de los problemas que aparece en la caracterización en fractura de los materiales cerámicos, debido al pequeño tamaño de las probetas que se suelen utilizar, es el de la medida del CMOD y del desplazamiento, sobre todo a alta temperatura. En los ensayos realizados para la determinación de la tenacidad de fractura (métodos SENB y SEPB) se ha utilizado un dispositivo que permite la medida de estas magnitudes en condiciones extremas de alta temperatura, con resolución por debajo de la micra. Una descripción detallada del dispositivo se realiza en el apartado 2.2.

**2.- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.**

**2.1.- Material.**

El material utilizado en los ensayos fue un óxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ) comercial de 99,7% de pureza suministrado por CERATEN, S.A. en forma de placas rectificadas de dimensiones 50x100x10 mm. Estas placas fueron posteriormente cortadas con un disco diamantado hasta obtener el tamaño de probeta deseado, manteniendo siempre las superficies rectificadas como superficies de apoyo de las probetas. Algunas de las propiedades a temperatura ambiente del material son: módulo de elasticidad 400 GPa, densidad 3.9 g/cm<sup>3</sup>, dureza Vickers 19 GPa, tensión de rotura en flexión 340 MPa, y resistencia a compresión 3800 MPa.

**2.2.- Medida del CMOD.**

La medida del CMOD - y también el desplazamiento - se puede realizar mediante el uso de un sistema de extensometría óptica. Este está basado en un dispositivo láser de metrología. Consiste en esencia en un emisor y un detector. El emisor realiza un barrido paralelo, sobre la base de medida, con un haz láser de He/Ne de menos de un milímetro de espesor. El barrido se produce ciento veinticinco veces por segundo, siendo la base de medida de cincuenta milímetros. El detector está perfectamente alineado con el emisor, de forma que si sobre la base de medida existen un par de obstáculos que bloqueen el paso del haz, parcial o totalmente, se originan sendas sombras. El detector es capaz de medir continuamente la distancia entre ambos obstáculos con una resolución por debajo de la micra. El proceso de medida se basa en que la intensidad del haz láser tiene un perfil Gaussiano y por tanto la señal electrónica durante la transición luz-sombra-luz será la integral de esta función. Esta señal se amplifica y se diferencia dos veces respecto al tiempo electrónicamente (fig. 1) obteniendo una función en forma de S con un cero en el centro, allí donde la pendiente es cero, que corresponde al centro exacto del obstáculo. El tiempo en

pasar el haz entre los dos obstáculos multiplicado por la velocidad de barrido determina la distancia entre los mismos. Este proceso de diferenciación permite además eliminar las fluctuaciones de potencia del haz láser.

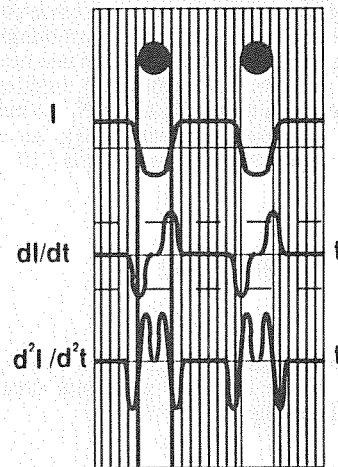


Fig. 1. Esquema del proceso de derivación para la determinación de la distancia entre obstáculos.

Los dos obstáculos pueden corresponder bien a la distancia entre la parte inferior de la probeta y el dispositivo de ensayo, en cuyo caso obtendríamos el valor del desplazamiento de la probeta durante el ensayo. Si en lugar de esto se hace el barrido en dirección horizontal (fig. 2), y se pegan un par de barritas de material cerámico en la cara inferior de la probeta, a ambos lados de la grieta o entalla, se puede medir el CMOD.

Además a este dispositivo se le ha acoplado un filtro de objetos calientes que permite realizar medidas dinámicas de los parámetros antes indicados hasta los 1900°C sin más que acoplar a un sistema calefactor como el descrito en [7] una mirilla a través de la cual pase el haz láser.

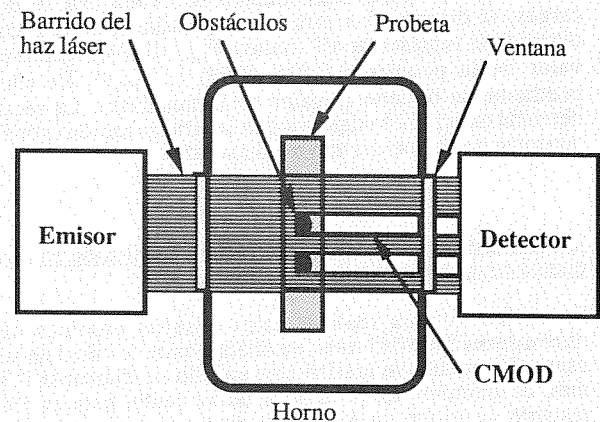


Fig. 2. Esquema del dispositivo de medida de CMOD, vista inferior.

### 2.3.- Medida de la tenacidad de fractura por el método de punzonamiento (IM).

En una placa de 5 mm. de espesor de material rectificado y posteriormente pulido con pasta de diamante de una micra, se realizaron punzonamientos con un durómetro universal Vickers. Las longitudes de grieta introducidas por el punzonamiento fueron determinadas con una resolución de 10 micras. En el ensayo se utilizó un amplio rango de cargas ( $P_{\text{punz}}$ ) que van desde 30 a 600 N. La tenacidad de fractura dada por este método [8-9], se determinó utilizando la expresión propuesta por Antis [10]:

$$K_{IC} = 0.016 (E/H)^{1/2} (P_{\text{punz}}/a^{3/2}) \quad (1)$$

donde  $E$  es el módulo de elasticidad,  $H$  la dureza Vickers, y  $a$  es la mitad de la longitud de grieta creada por el penetrador Vickers (fig. 3).

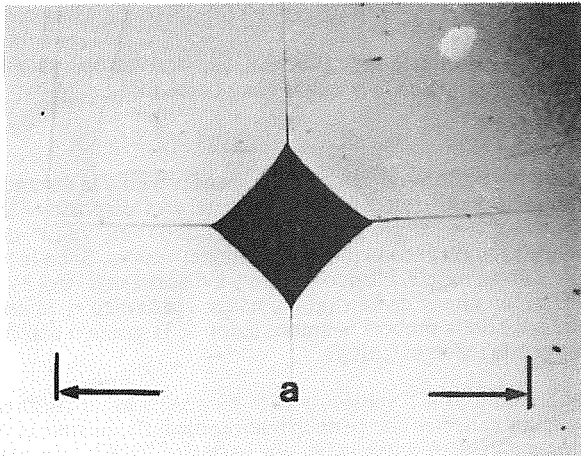


Fig. 3. Huella creada por el penetrador Vickers.

La tenacidad de fractura en vez de calcularse a partir de la media de los valores individuales para cada una de las cargas, se determinó a partir de la pendiente de la recta obtenida al representar  $a^{3/2}$  frente a  $P_{\text{punz}}$  (fig. 4), siendo el valor de la pendiente  $0.016 (E/H)^{1/2} 1/K_{IC}^{2/3}$ . De esta pendiente se obtiene el valor de la tenacidad. La recta obtenida pasa por el origen ya que las grietas creadas por el punzonamiento son del tipo medio y radial.

### 2.4.- Medida de la tenacidad de fractura por flexión en tres puntos en probetas entalladas (SENB).

Se utilizaron para realizar estos ensayos probetas de dimensiones  $50 \times 10 \times 5$  mm., entalladas hasta la mitad de su canto. La entalla se realizó con un hilo de diamante 0.3 mm. de diámetro hasta el 45% de su canto, para el 5% restante se utilizó un hilo diamantado de 130 micras de diámetro, con lo que se consiguió un radio de fondo de entalla de unas 70 micras. La luz entre apoyos fue de 40 mm., y la velocidad del pistón de 5 micras por segundo durante todo el ensayo. Como sistema de carga se utilizó un dispositivo Instron hecho en material cerámico para aumentar la rigidez del sistema, y una máquina hidráulica de ensayos Instron 8501.

La tenacidad en este caso fue calculada a partir de la relación de Tada [11], para la determinación del factor de intensidad de tensiones crítico:

$$K_{IC} = \sigma (\pi a)^{1/2} Y(a/D) \quad (2)$$

donde  $\sigma$  es la tensión para la carga máxima,  $a$  es la longitud de entalla, y  $D$  es el canto de la probeta.  $Y(a/D)$ , es una expresión polinomial que depende de la geometría de la probeta y de la longitud de entalla.

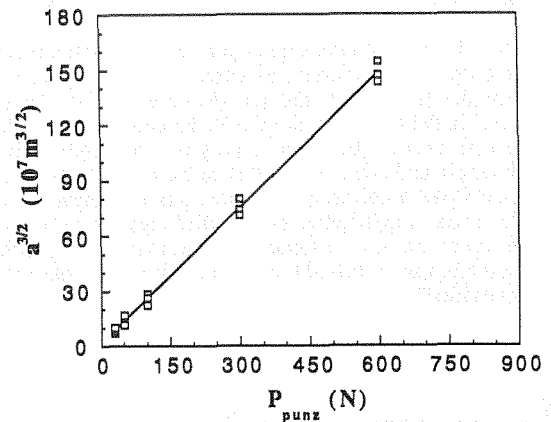


Fig. 4. Relación lineal de  $a^{3/2}$  frente a  $P_{\text{punz}}$ .

### 2.5.- Medida de la tenacidad de fractura por flexión en tres puntos en probetas fisuradas (SEPB).

Las probetas utilizadas fueron de las mismas dimensiones que en el caso anterior y fueron ensayadas en las mismas condiciones, utilizándose la misma expresión para la determinación de la tenacidad de fractura, con la única salvedad de que ahora  $a$ , en la expresión (2), representa la longitud de grieta inicial.

La fisuración se realizó usando una punta Vickers y aplicando una carga de punzonamiento de 1000 N en el centro de la cara que será sometida a flexotracción, con lo que se consiguió una grieta superficial (fig. 3) y hacia el interior. A continuación se colocó la probeta, con la cara del punzonamiento hacia abajo, en el dispositivo que se muestra en la figura 5, realizado en acero de alta dureza. Una vez perfectamente alineados probeta y dispositivo de carga, se aplicó la carga lentamente con una máquina universal de ensayos. El crecimiento de la probeta se detectó mediante un amplificador acústico. Si en este momento se descarga la probeta se tiene una grieta de cierta longitud, que se puede aumentar cargando la probeta después de detectar la propagación de la grieta.

La longitud de la grieta final se controla variando tres factores: carga de punzonamiento,  $P_{\text{punz}}$ ; longitud entre apoyos,  $d$ ; carga máxima aplicada,  $P$

Los valores nominales utilizados para fisurar nuestras probetas fueron;  $P_{\text{punz}} = 1000$  N,  $d = 15$  mm, y  $P = 30$  kN, consiguiéndose en estas condiciones longitudes de grieta  $c$  de 3 a 4 mm (fig. 6), para probetas de dimensiones  $50 \times 10 \times 5$  mm.

La reproducibilidad de las condiciones de crecimiento de

grieta dependen de tres condiciones según se pudo observar. i) La perfecta alineación de todas las partes del dispositivo con la probeta, ii) superficies perfectamente planas y paralelas, iii) Una huella del penetrador regular y perfectamente alineada con los bordes de la probeta que origine una única grieta.

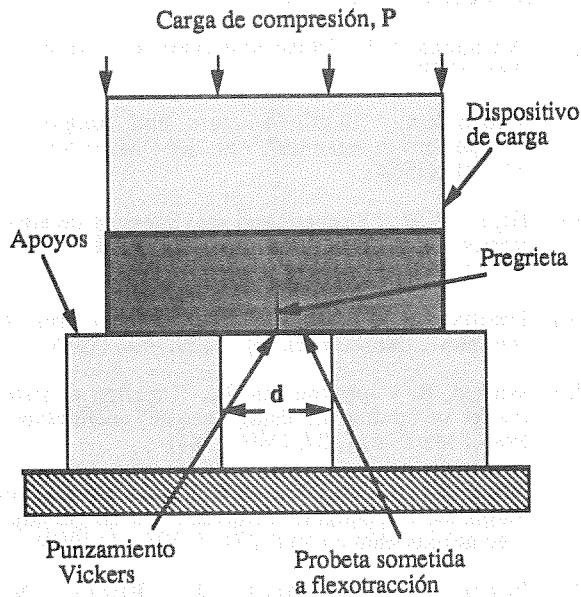


Fig. 5. Dispositivo de propagación de grietas

### 3.- RESULTADOS.

Los resultados obtenidos por los tres métodos de medida de la tenacidad utilizados aparecen resumidos en la tabla 1, mientras que en la figura 4 se representa la gráfica a partir de la cual se determinó el valor de la tenacidad por el método de punzamiento (IM).

Los valores de tenacidad obtenidos para las probetas con entalla recta (SENB) son mayores que los que se obtienen de las probetas previamente fisuradas (SEPB). El motivo de este comportamiento es que con las probetas entalladas se tiene un radio finito en el fondo de la entalla, mientras que con las probetas previamente fisuradas se tiene una grieta mucho más afilada. Este comportamiento está en concordancia con los resultados obtenidos por Orange et Al. [12] para carburo de silicio comparando resultados de tenacidad obtenidos a partir de entallas romas y de grietas afiladas. En la figura 7 se puede observar una curva característica de los ensayos de flexión en tres puntos.

Los valores de la tenacidad obtenidos mediante el punzamiento con la punta Vickers (IM), son ligeramente inferiores a los dados por el método de fisuración y un 25% menores que los obtenidos a partir de probetas entalladas. Esto posiblemente es debido a que este método crea una grieta corta, y por tanto no alcanza el estado estacionario de crecimiento de la grieta (entendiéndose como estado estacionario aquel en el cual las tensiones en el frente de grieta no varían al propagarse la grieta en el material), obteniéndose consecuentemente valores de la tenacidad menores que con el método de fisuración previa.

Para comprobar que en la determinación de la tenacidad por

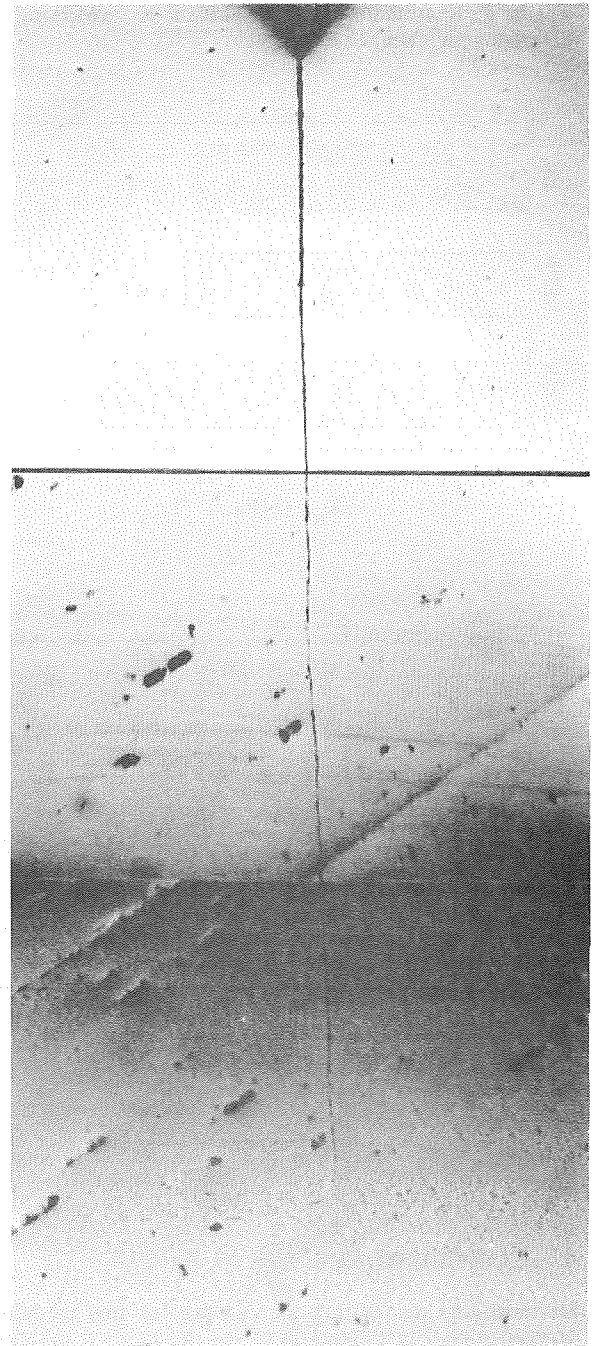
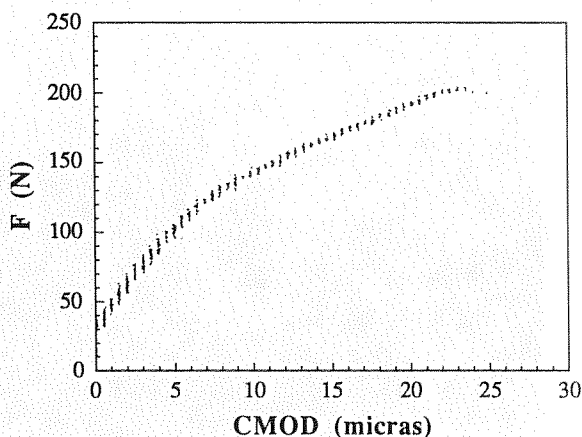
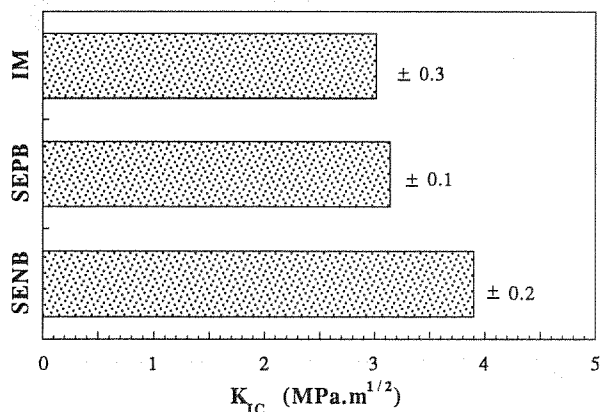


Fig. 6. Probeta con grieta propagada en la superficie perpendicular al punzamiento.

el método de fisuración no había influencia apreciable de las tensiones residuales generadas por el punzamiento, a tres probetas previamente fisuradas se les introdujo un pequeño corte, de 0.5 mm de profundidad, de forma que se eliminó la zona dañada por el punzamiento y la fisura restante se ve libre de las posibles tensiones residuales. Los valores de la tenacidad obtenidos después de ensayarlas, de forma análoga a como se describe en el apartado 2.5 fueron, 3.28, 3.20, y 3.10  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , siendo el valor medio de estos valores  $3.19 \pm 0.05 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Este resultado es similar al obtenido sin retirar el material dañado por el punzamiento, lo que nos lleva a pensar que la influencia del punzamiento inicial en la tenacidad es despreciable una vez se ha propagado la fisura un par de milímetros.

**Tabla 1.** Resultados de la tenacidad,  $K_{IC}$  ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ), obtenidos por distintos métodos.



**Fig. 7.** Gráfico de carga frente a CMOD.

#### 4.- CONCLUSIONES.

La tenacidad de fractura medida por los tres métodos utilizados en este estudio da en los tres casos resultados reproducibles, si bien con la técnica de entalla recta (SENB) se obtienen los valores más elevados de la tenacidad, ya que el fondo de entalla es romo. Los valores obtenidos a partir de huellas Vickers (IM), son similares a los obtenidos a partir de probetas prefisuradas (SEPB), lo que indica que ambos métodos son equivalentes para este material, pero el último (SEPB) presenta ventajas respecto al primero ya que es una medida directa de la tenacidad y no el resultado de una correlación para ciertos tipos de materiales y su utilización a alta temperatura resulta más sencilla. Por último también se analizó la influencia del punzonamiento inicial para las probetas prefisuradas, viéndose que era despreciable.

#### Agradecimientos.

Este trabajo ha sido realizado gracias a la financiación aportada por la Acción Especial MAT 90-1153-E y el proyecto PB90-0276 de la CICYT.

#### 5.- REFERENCIAS.

- [1] Wachtman, J. B., "Structural ceramics", Academic Press (1989).
- [2] Wiederhorn, "Brittle fracture and toughening mechanisms in ceramics", *Ann. Rev. Mater.Sci.*, **14**, 373-403 (1984).
- [3] Hillig, W.B., "Strength and toughness of ceramics matrix composites", *Ann. Rev. Mater.Sci.*, **17**, 341-383 (1987).
- [4] Freiman, S.W., "Brittle fracture behaviour of ceramics", *Ceram. Bull.*, **67**, 2, 392-402 (1988).
- [5] Warren, R. y Johannesson, B., "Creation of stable cracks in hardmetals using "brigde" indentation", *Power Metallurgy*, **27**, 25-9 (1984).
- [6] Nose, T., y Fujii, T., "Evaluation of fracture toughness for ceramic materials by a single-edge-precracked-beam method", **71**, 5, 328-33 (1988), .
- [7] Pastor, J.Y., Planas, J., Elices, M., "Comportamiento mecánico a altas temperaturas de compuestos de carburo de silicio nitrurado", *Anales de Mecánica de la Fractura*, **8**, 94-99 (1991).
- [8] Ostojic, P., McPherson, R., "A review of indentation fracture theory", *Int. J. Fract.*, **33**, 293-312 (1987).
- [9] Binner, J.P., "The measure of toughness by indentation" *Brit. Ceram. Trans. J.*, **83**, 168-72 (1984).
- [10] Antis, G.R. et al, "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness. I: Direct crack measurements", *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**, 533-8 (1981).
- [11] Tada, H., Paris, P., y Irwin, G., "The stress analysis of cracks handbook", Del Resaarch Corp., Hillertown, PA (1973).
- [12] Orange, G., Tanaka, H., Fantorzi, G., "Fracture toughness of pressureless sintered SiC: A comparison of  $K_{IC}$  measurement methods", *Ceram. Inter.*, **13**, 159-67 (1987).

## FRACTURE OF ANCHORS IN ROCK

A. Fathy, J. Planas, M. Elices y G.V. Guinea

Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad Politécnica de Madrid.  
E. T. S de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos.  
Ciudad Universitaria s/n, 28040-Madrid.

**Resumen.** Este artículo analiza el problema, propuesto por el RILEM Technical Committee 90, de un anclaje en tensión plana en una placa de material casi-frágil. El problema se abordó experimentalmente mediante ensayos de anclajes en placas de granito. Se consideraron varios tamaños y luces de carga para conseguir un cuadro completo del comportamiento. Se usó la simulación numérica de fractura elástica lineal (FEL) mediante el programa interactivo de elementos finitos FRANC<sup>®</sup> para conseguir una primera interpretación del comportamiento observado. Los resultados muestran, como se esperaba, que la FEL no puede predecir con exactitud las cargas máximas, excepto para tamaños grandes, y que para ello se necesitan modelos más realistas. Sin embargo el análisis también indica que esta geometría es frágil y que el comportamiento está mucho más próximo a la FEL que al estado límite de agotamiento plástico. Para este tipo de geometría, tanto la FEL como los resultados experimentales indican que la fractura tiende a producirse a lo largo de una única fisura bilateral aproximadamente perpendicular al eje de carga. El mecanismo de fractura para esta probeta bidimensional y relativamente esbelta no es nunca cónico, y la extrapolación a situaciones tridimensionales es inútil. El análisis numérico basado en FEL es capaz de predecir las trayectorias de las fisuras siempre que se establezcan adecuadamente las condiciones de contorno, que resultan ser no lineales.

**Abstract.** This paper analyzes the problem, proposed by RILEM Technical Committee 90, of a plane stress anchor in a quasi-brittle material. The problem was tackled experimentally by testing anchors in granite plates. To achieve a complete picture of the behaviour, various sizes and loading spans were considered. Numerical simulation using linear elastic fracture mechanics (LEFM) and the interactive finite element code FRANC<sup>®</sup> were used to get the first rough interpretation of the observed behaviour. The results show, as expected, that LEFM cannot accurately predict peak loads, except for the largest sizes, and more realistic models are needed for such purposes. However, the analysis also shows that this is a brittle geometry, and the behaviour is much closer to LEFM than to limit analysis. For this type of geometry, both LEFM computations and experimental measurements indicate that failure tends to be through a single bilateral crack roughly perpendicular to the load axis. The failure mechanism of this slender two dimensional 2D model is never conical, and extrapolation to 3D axisymmetric pull-out tests is useless. Numerical analysis based on LEFM is able to predict crack trajectories provided the boundary conditions—which turn out to be nonlinear—are properly stated.

## 1. INTRODUCTION

The analysis of the strength of anchor bolts embedded in concrete and rock has received great attention in the last decade, as is shown by the RILEM activity in this field [1-3]. In particular, the application of fracture mechanics techniques to predict rupture loads is under consideration. In this paper, an experimental study and an initial theoretical analysis are presented for the case of a plane stress geometry for a steel anchor bolt in a granite plate. Several sizes with different supporting distances were tested and analyzed.

After presenting the experimental and numerical methodology in sections 2 and 3, a comparison of the experimental results and of the LEFM predictions are undertaken in section 4. It is shown that nonlinear fracture theories must be considered if the behaviour, particularly the size effect behaviour, is to be accurately predicted, and that the results may be sensitive to precise boundary conditions

The more detailed analysis presented in section 5 shows that this is indeed the case. It also shows that the crack path may be very well approximated by LEFM, provided that the actual boundary conditions are brought into play. The essential conclusions are summarized in section 6, closing the paper.

## 2. EXPERIMENTAL WORK

The geometry of the plane-stress problem given by RILEM is depicted in Fig. 1. Pull-out test specimens were scaled up to four anchor depths  $d=30, 50, 75$  and  $150$  mm in order to study the size effect phenomenon. Three loading spans were investigated, corresponding to  $a=d/2, d$  and  $2d$ .

Rectangular plates were cut using a water-cooled diamond saw from a single commercial granite plate 30 mm thick. To avoid bias due to potential material anisotropy, the orientation of the specimens was always the same. Three specimens were fabricated for each size and geometry, giving a total of 30 specimens.

The anchor opening (T shape) was made using a water-jet cutting system which resulted in a good precise opening of very high accuracy ( $\pm 0.15$  mm). Granite plates were machined to leave a 0.5 mm gap opening to facilitate housing process of anchors. The anchor bolts were made of steel, with a yield limit of 325 MPa.

The test set-up was carefully designed to give clear boundary conditions so as to help in numerical analysis modelling. The load bearing parts of the system (rollers, bearing plates) were scaled in accordance with specimen depth to preserve geometrical similarity.

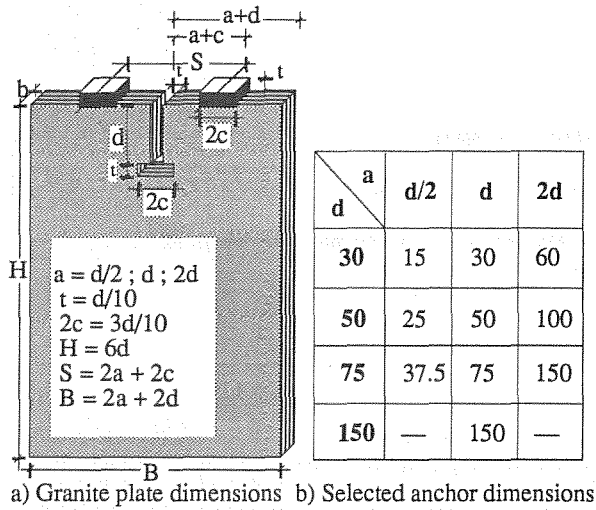


Fig. 1. Specimen geometry and plate dimensions.

All tests were performed with the fixture depicted in Fig. 2, based on a hydraulic testing machine INSTRON 8501 equipped with a 25 kN capacity load-cell of better than 50 N precision. The displacement at point O, the centre of the anchor head, was measured using two displacement transducers, one on each side of the specimen, and the average of their readings was taken as a measure of the centre-line displacement  $\delta$ . The strain-gauge-based transducers, manufactured in our department, are accurate to within 5 microns.

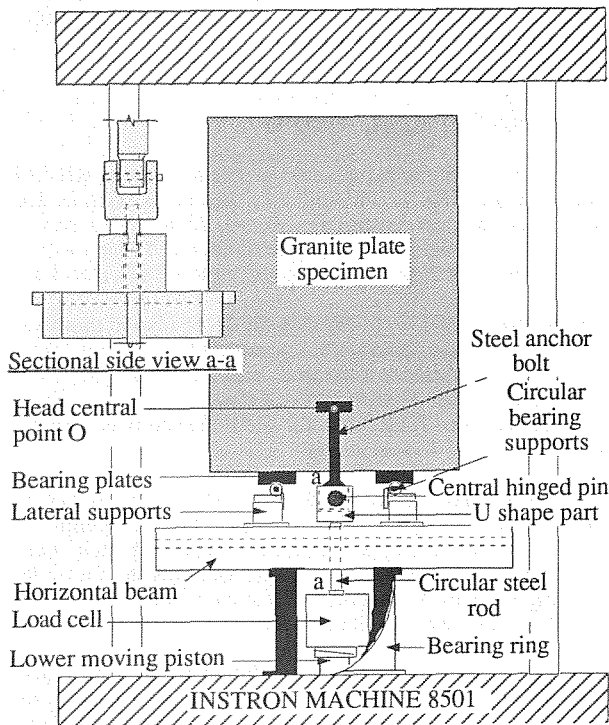


Fig. 2. Pull-out testing device.

The tests were performed in actuator position control, at a constant displacement rate proportional to the anchor bolt depth  $d$ , and the rate was chosen to reach the maximum load 3 to 5 minutes after test initiation.

The load and displacement measurements were recorded automatically using a Hewlett-Packard Data Acquisition System (DAS) composed of a VISHAY unit driven by a HP 9825 computer. Five hundred readings of the load  $P$ , the vertical displacements  $\delta_1$  and  $\delta_2$  were scanned and stored in a matrix of 500x3 data.

### 3. NUMERICAL ANALYSIS

The first approach to modelling the fracture of granite plates was made using linear elastic fracture mechanics (LEFM). The simulation was conducted using the finite element code FRANC<sup>®</sup> (FRacture ANalysis Code), running on a Deck Station 5000/200 [4, 5]. Although granite is thought to behave as a cohesive material rather than as linear elastic, LEFM provides useful insight into the large size limiting behaviour.

To allow LEFM calculations, a short initial crack ( $\Delta a \approx 0.02 d$ ) was introduced at the lower corner of the anchor housing in such a direction as to give zero mode II stress intensity factor (more precisely,  $K_{II} \leq \pm 0.01K_{IC}$ ). As the crack propagated, the mesh was automatically rebuilt along the crack, leaving element dimensions at the crack tip unchanged. A maximum circumferential stress criterion was used to decide the cracking direction, and the increment in crack length was selected in such a way that the new crack tip was in pure mode I,  $K_{II} = 0$ , within the limits  $K_{II} \leq \pm 0.03K_{IC}$ . The critical stress intensity factor was taken to be  $K_{IC} = 2.60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , obtained from the plane stress relationship  $K_{IC} = \sqrt{E G_F}$ . At each propagation step, the load, crack mouth displacements and anchor head displacement were recorded.

The geometry and dimensions of the analyzed specimens were exactly the same as those used in the experimental tests. Four anchor depths and three support distances for  $d=50 \text{ mm}$  were checked. The mechanical properties of the granite (measured in [6]) are summarized in Table 1. The steel support and the anchor bolt were modelled with  $E = 200 \text{ GPa}$  and  $\nu = 0.3$ .

Table 1. Mechanical properties of the granite

Property	Mean $\pm$ Std.Dev
Young Modulus, $E$ (GPa)	$39 \pm 4$
Tensile Strength, $f_t$ (MPa)	$12.6 \pm 1.1$
Fracture Energy, $G_F$ (J/m <sup>2</sup> )	$173 \pm 17$

Only half of the specimen was modelled by finite elements as is shown in Fig. 3 (symmetric behaviour is assumed). The anchor was modelled in the same way and was separated from the specimen by a 0.5 mm gap except on the load transmitting area, where perfect adhesion was assumed as dictated by the RILEM description of the numerical round robin. The finite element mesh for all specimens is composed of eight-node quadrilateral elements at the initial propagation region and six-node triangular elements elsewhere, as shown in Fig. 3. The system was loaded by a uniform stress at the end of the anchor shaft.

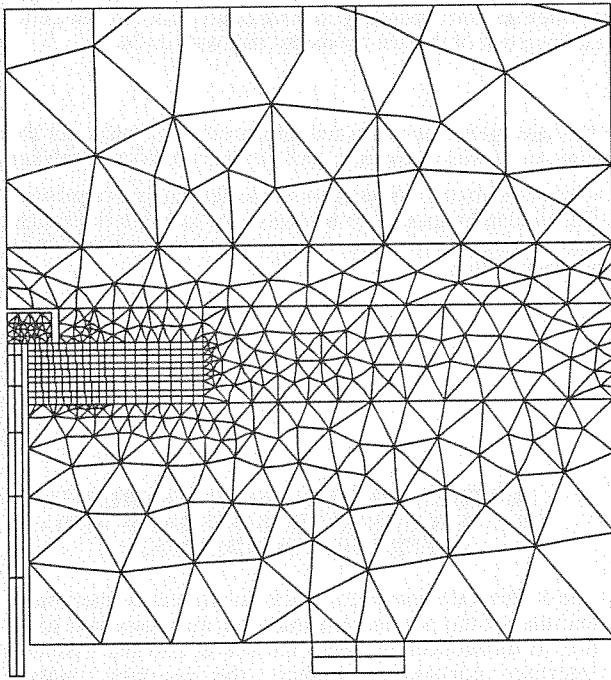


Fig. 3. Finite element mesh.

4. RESULTS

4.1 Peak loads and size effect

The maximum peak loads are summarized in Table 2. Experimental results indicate that the failure load is not increasing proportionally to the anchor embedded depth  $d$ , i.e. size effect exists. Also there is no significant change of the load when changing the support distance  $a$ , as frequently predicted from numerical modelling, see [3].

These results show that although the order of magnitude is captured, LEFM is unable to predict accurately the maximum loads; more involved procedures —such as cohesive models— should be used for numerical modelling.

It is worth noting that the numerical predictions deviate much more for the case  $a= d/2$  than for the other two geometries.

Table 2. Maximum pull-out loads for tested anchor bolt.

depth $d$ (mm)	Peak Load $\pm$ std dev. (kN)					
	$a=d/2$		$a=d$		$a=2d$	
	Exp.	Num.	Exp.	Num.	Exp.	Num.
30	7.6 $\pm$ .2	17.0	6.7 $\pm$ .6	10.8	8.7 $\pm$ .7	10.5
50	9.9 $\pm$ .4	21.9	10.2 $\pm$ .7	13.9	10.5 $\pm$ .6	13.6
75	10.6 $\pm$ .9	26.8	10.3 $\pm$ .6	17.0	11.9 $\pm$ .2	16.7
150	--	--	22.7 $\pm$ .7	24.1	--	--

With the above results, the dimensionless log-log size effect plots of Figs. 4-6 were drawn. In these plots, the limit for very small sizes (strength of materials theory) was estimated using the rigid-perfectly plastic mechanism depicted in Fig. 7 . The LEFM solution is obtained from

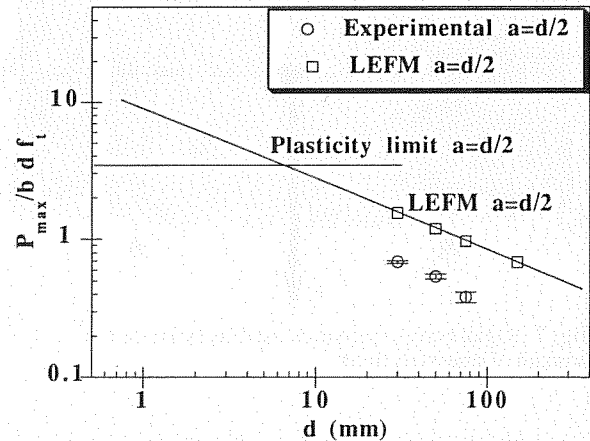


Fig. 4. Size effect plot for  $a=d/2$ .

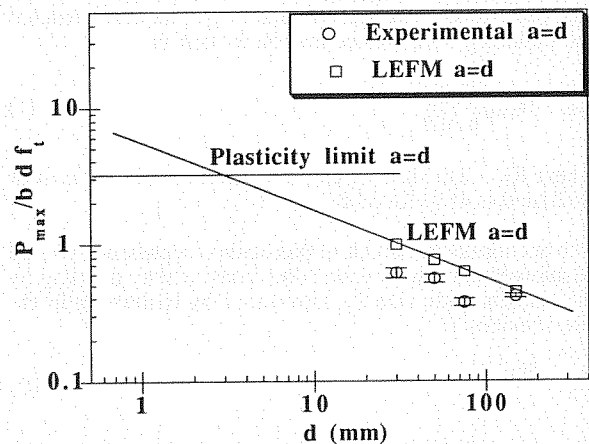


Fig. 5. Size effect plot for  $a=d$ .

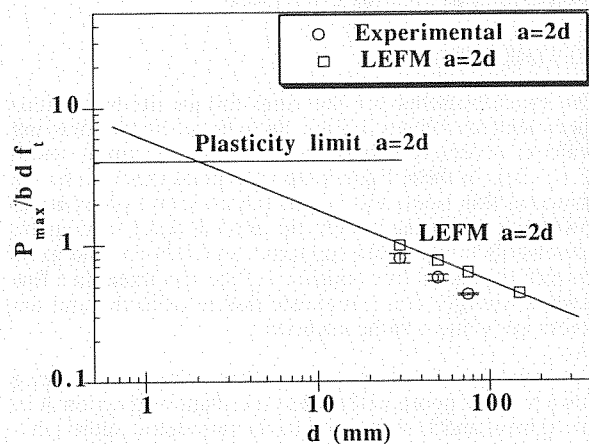


Fig. 6. Size effect plot for  $a=2d$ .



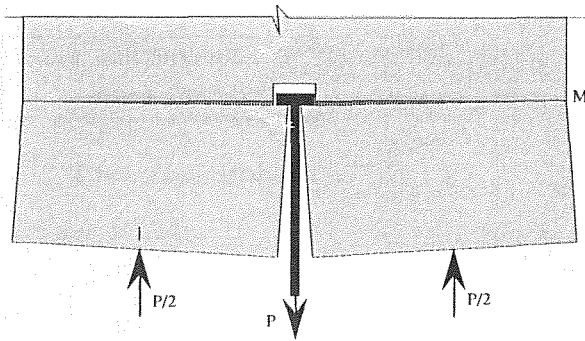


Fig. 7. Rigid-body kinematics used to estimate the strength of materials limit.

numerical analysis; it happens that this geometry is a negative geometry [7], which means that the stress intensity factor first decreases when the crack extends at constant load, then goes through a minimum and starts to increase. The peak load is obviously attained when the crack reaches the stationary point, which may be written as

$$K_{Ic} = \alpha_{\min} \frac{P_{\max}}{b \sqrt{d}} \quad (1)$$

where  $K_{Ic} = 2.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  and  $\alpha$  is equal to 1.25 for  $a=d$  or  $a=2d$  and  $\alpha=0.80$  for  $a=d/2$ .

The anchor depth (which in this context represents the size of the specimen) was made nondimensional by dividing by the characteristic size  $\ell_{ch}$  introduced by Hillerborg in the late seventies:

$$\ell_{ch} = \frac{E G_F}{f_t^2} \quad (2)$$

The dimensionless size  $d/\ell_{ch}$  is sometimes called the brittleness number, and is taken as an indicator of the brittleness of the structure, which, as shown in Figs. 4-6, approaches LEFM as  $d/\ell_{ch}$  increases.

#### 4.3 Crack patterns

The crack patterns for the final failure of the various specimens are shown in Figs. 8a to 8c where the drawing scale is inversely proportional to the specimen width ( $2.3d+2a$ ). In these figures the individual crack paths are shown as thin lines, and in general are seen to start at the lower corner point under the anchor head, propagate downwards (towards the supports), and then rise and grow towards the lateral free boundary of the specimen. In a few cases a strongly non-symmetric failure occurred and the cracks grew down to the supports.

The envelope of the dominant patterns, those not running down to the support, is shown as the shadowed region A in the figures, and is seen to be fairly symmetric, although a very slight asymmetry may anyway be appreciated. The envelope of the few cracks that ran to the supports is the shadowed area B (not present in specimens with  $a=d/2$ ), and corresponds to totally asymmetric fractures.

The numerical crack paths corresponding to LEFM prediction are represented in these figures as a thick line which is symmetric because of the symmetry enforced by the finite element modelization. The essential point is that the LEFM patterns are quite close to the average crack pattern for the dominant (quasi-symmetric) mode for the

geometries corresponding to  $a=d/2$  and  $a=d$ , but run quite far from that of the last geometry, that with  $a=2d$ .

This divergence of actual and predicted crack paths for the case  $a=2d$  was intriguing, and further numerical analyses were performed to investigate the underlying mechanisms. This deviation appears to be due to the fact that the actual interfacial conditions are strongly nonlinear, as shown in the next section.

### 5. FURTHER NUMERICAL RESEARCH ON THE INFLUENCE OF BOUNDARY AND INTERFACE CONDITIONS

The difference between the crack path found in experiments and that of the numerical prediction was suspected to be due to differences between the actual and the assumed interface conditions. Indeed, the assumed contact conditions correspond to perfect adherence, which implies infinite friction, and very small horizontal and rotational movement on the contact area, because of the high relative stiffness of the steel. In reality, there is no adherence, but some kind of frictional contact, so that—since a gap always exists between the steel shaft and the granite—a frictional force will act at the beginning of the loading with a free horizontal movement, and later, when the horizontal movement closes the gap, the loading will proceed at a nearly fixed horizontal displacement.

To check that the above picture could match the actual behaviour, preliminary computations were performed to show that the difference between free horizontal movement and fully constrained movement was enough to explain the differences. The results of such computations are shown in Fig. 9. It appears that when no horizontal kinematic restriction exists, the crack path tends to propagate at approximately  $45^\circ$  right to the bottom free boundary (path ob in Fig. 9). When the horizontal displacements at the anchor head are restricted in any way, however, the path is completely different and grows nearly horizontally towards the lateral free boundary (paths oc and od in Fig. 9). The experimental paths run between the above extreme cases and it is possible, in principle, to reproduce them by using non-linear mixed boundary conditions.

To see how an intermediate path may be obtained, the above hypothesized behaviour was simulated in the following very rough way: The load of the anchor bolt was concentrated in one node as depicted in Fig. 10. The three cases shown were analyzed in order to get a feeling about the implied error by concentrating the load in a single node. At the beginning of the calculation, a horizontal frictional force  $X = 0.3 P$  was assumed (constant friction equal to 0.3). The crack was then propagated under this proportional loading under a point where the horizontal gap was exhausted, and then the computation proceeded at fixed horizontal displacement of the loaded node.

The results are shown in Fig. 11 where it becomes apparent that the crack paths for the three cases (Fig. 10) show the same trend except for very short crack lengths (which may be expected from Saint Venant's principle), and that one may indeed obtain intermediate crack paths by assuming an

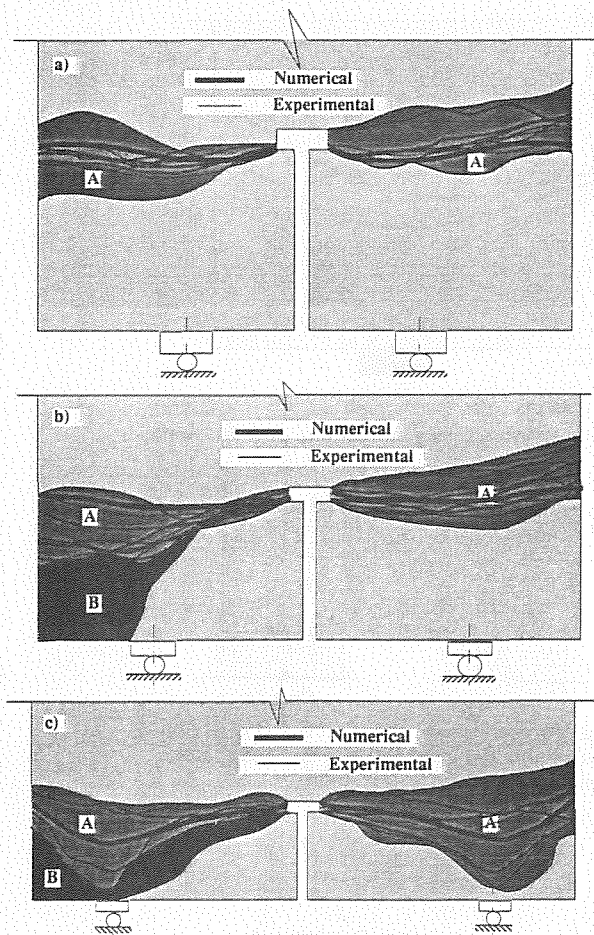


Fig. 8. Comparison of numerically predicted crack patterns with experimental results: a) supports at  $a=d/2$ , b) supports at  $a=d$ ; c) supports at  $a=2d$ .

adequate friction coefficient and an initial gap. This fully supports the idea that the actual crack path is obtained by a mixed mechanism as described in Fig. 12, where for small displacements a frictional force exists, while for larger displacements the gap is exhausted and a horizontal bearing force appears on the granite.

6. CONCLUSIONS

From the above results, the following conclusions can be drawn

1. LEFM cannot accurately predict peak loads, except for the largest sizes, and more realistic models are needed for such purposes.
2. Numerical evaluation of the stress intensity factor along the crack path shows that —at constant load— it first decreases and goes through a minimum for a crack extension of about 0.1 d. This means that the geometry is negative and hence brittle, as discussed in [7]. This tendency is confirmed by the size effect plot, which shows that the experimental peak loads are much closer to LEFM than to the strength of materials limit.

3. For this type of geometry, both LEFM computations and experimental measurements indicate that failure tends to be through a single bilateral crack roughly perpendicular to the load axis. The failure mechanism of this slender 2D model is never conical and extrapolation to 3D axisymmetric pull-out tests is useless.
4. Numerical analysis based on LEFM is able to predict crack trajectories provided the boundary conditions are properly stated. Experimental crack patterns were numerically reproduced by splitting the process in a frictional initial phase, followed by a fixed displacement phase after the gap between concrete and steel is closed.

7. ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank Prof. A. Ingraffea for providing them with FRANC<sup>®</sup> and Dr. Javier Llorca for helping with computation. Financial support for this research was provided by the Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología, CICYT, Spain, under grant PB90-0276, and by the Polytechnic University of Madrid under grant A-91 0020 02-31.

8. REFERENCES

- [1] RILEM TC 90-FMA, "Round-Robin Analysis of Anchor Bolts-Invitation", Materials and Structures, Vol. 23, Nº. 133, pp. 78, Jan., 1990.
- [2] RILEM TC 90-FMA, "Round-Robin Analysis and Tests of Anchor Bolts-Invitation", RILEM News, 1, 1991<sup>1</sup>.
- [3] RILEM TC 90-FMA, "Round-Robin Analysis of Anchor Bolts", RILEM TC 90-FMA Fracture Mechanics of Concrete-Applications, Preliminary report, second ed., Delft, June, 1991.
- [4] FRANC<sup>®</sup>, "FRacture ANalysis Code (FRANC)", Users Guide & Programmers Guide, version 2.0, Rand Hall, Cornell University, Ithaca, New York, February 20, 1988.
- [5] FRANC<sup>®</sup>, "FRacture ANalysis Code (FRANC)", version 2.4, Rand Hall, Cornell University, Ithaca, New York, April, 1990.
- [6] Fathy A., "Aplicación de la Mecánica de la Fractura a Rocas y Materiales Pétreos", Tesis Doctoral, Universidad Politecnica de Madrid, 1992.
- [7] Planas J. and Elices M., "Anomalous Structural Size Effect in Cohesive Materials Like Concrete", in Serviceability and Durability of Construction Materials, Vol. 2, ed. B. A. Suprenant, American Society of Civil Engineers, New York, pp. 1345-1356, 1990.

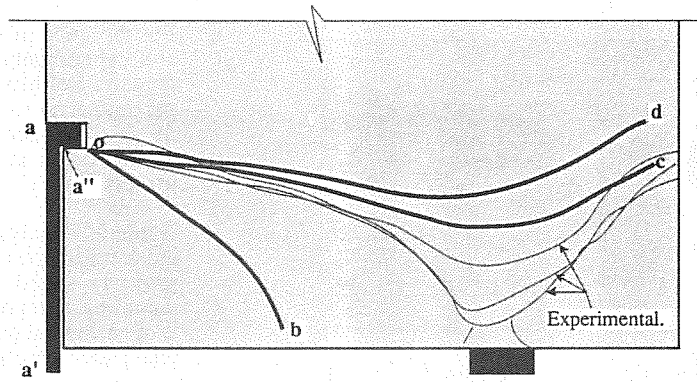


Fig. 9. Crack patterns for various boundary conditions. **ob**: crack path for no horizontal forces. **oc**: crack path for zero horizontal displacement along  $oa''$ . **od**: crack path for zero horizontal displacement along  $aa'$ .

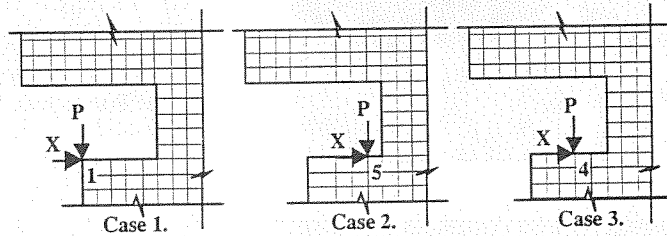


Fig. 10. Simplified loading cases. The horizontal force  $X$  is set equal to  $0.3 P$  (friction coefficient  $=0.3$ ) until the horizontal displacement fills the initial gap between steel and granite. Subsequent loading proceeds at fixed horizontal displacement of the loaded node.

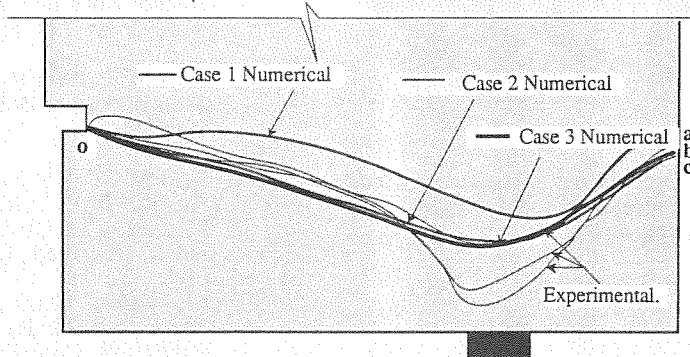


Fig. 11. Crack patterns for the specimens with  $a=150$  mm,  $d=75$  mm. The numerical loading cases correspond to those defined in Fig. 10.

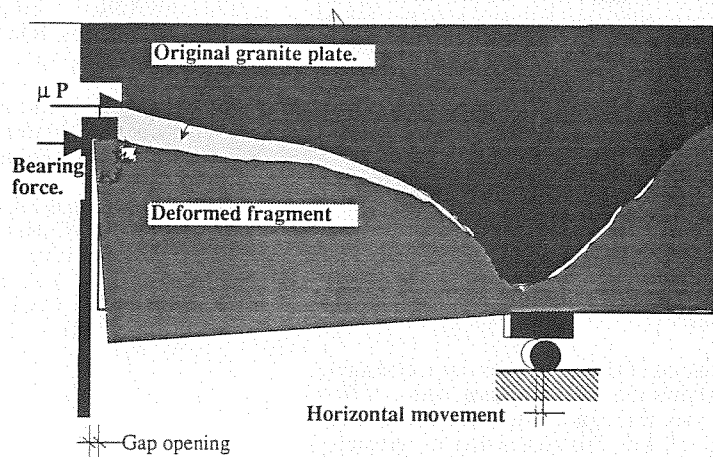


Fig. 12. Failure process in the pull-out plane stress problem: Initial cracking proceeds under frictional contact force  $\mu P$ , while the gap between the granite and the anchor decreases and the crack grows downwards (light grey picture). When the gap is exhausted, a horizontal bearing force appears that prevents further horizontal displacements, and the crack kinks upward (dark grey picture).

## NUMERICAL ANALYSIS OF MIXED-MODE FRACTURE PROCESSES

Pere C. Prat, Ignacio Carol and Ravindra Gettu

E.T.S. Enginyers de Camins, Canals i Ports  
Universitat Politècnica de Catalunya  
Gran Capità, s/n — 08034 Barcelona

**Resumen.** En el presente trabajo se presenta un modelo de fisuración distribuida, que puede ser utilizado para análisis por el método de los elementos finitos de estructuras de hormigón, macizos rocosos y otros procesos de fractura en la corteza terrestre. El modelo, fundamentado en la técnica de los microplanos, puede representar la iniciación y la propagación de las fisuras bajo condiciones de tracción y corte. Las leyes de comportamiento se definen para un plano arbitrario, mientras que las ecuaciones constitutivas a nivel macroscópico se obtienen por combinación del efecto de todos los planos posibles. La coacción entre el comportamiento microscópico, a nivel de plano, y el macroscópico es del tipo estático. En este trabajo se presenta también un modo de fractura por corte que no presenta ambigüedades (Modo IIa), el cual está desacoplado del Modo I.

**Abstract.** A smeared crack model is described, which can be used in the finite element analysis of concrete structures, rock masses and crustal fault zones. The microplane-based approach can represent the initiation and propagation of tension and shear fracture. Behavioral laws for an arbitrary plane are prescribed and the macroscopic constitutive relations are obtained by combining the effects of all possible planes. A static constraint is imposed between the micro- and macro-relations. Also, an unambiguous shear mode (Mode IIa), which is uncoupled from the opening mode, is defined.

## 1. INTRODUCTION

The structural geometry, the presence of reinforcement and complex loading patterns prevent cracks in concrete structures from being planar or self-similar. Such behavior, known usually as mixed-mode fracture, has been observed in several types of brittle failure. One case, where the application of fracture mechanics is straightforward, is the cracking of dams [1]. The failure of reinforced concrete beams in diagonal tension [2] and torsion [3], have also been analyzed by nonlinear fracture mechanics. Other examples of mixed-mode fracture on concrete include the punching of slabs and plates, pullout of rebars and anchor bolts, and the failure of monolithic joints.

Another type of mixed-mode fracture is evident in the cracking of quasi-brittle materials such as concrete, rock and ceramics. Due to the heterogenous nature of these materials, the crack faces are uneven and rough, even when the cracks are macroscopically self-similar. The tortuosity is of the order of the size of the heterogeneities.

Therefore, a crack propagating under shear loading not only undergoes slip but also opening. This phenomenon is critical in several aspects of concrete behavior such as shear transfer, aggregate interlock and the effects of confinement (see review in [4]).

It has been observed that shear failure of rock and, on a larger scale, fracture along fault zones involve bands of discontinuous tensile cracks (see discussions in [5] and [6]). Failure occurs when the tensile microcracks coalesce into a throughgoing macrocrack or fault. To account for these features, cohesive zone and crack band models based on fracture mechanics have been applied [7]. These are, to a certain extent, similar to those used for modeling concrete (see [8]). However, in geomechanics the effects of crack dilatancy and compressive stresses are of greater significance than in concrete [9].

In order to analyze the response satisfactorily, fracture parameters of the material need to be defined unambiguously and determined easily from experiments. The

identification of mixed-mode properties of concrete and rock, and in particular the shear fracture properties, is not straightforward. It has been shown that the mixed-mode fracture toughness increases significantly with a decrease in the Mode I component [10]. The shear fracture toughness also depends strongly on the crack dilatancy [11,12]. The inevitable coupling between the shear and opening modes could result in shear and mixed-mode fracture parameters that are influenced by the geometry of the test specimen and the magnitude of the compressive stresses across the crack. This also explains the wide discrepancy between the values obtained for the fracture toughness in Modes II and III [13]. On the basis of the crack model described here, an unambiguous shear mode of fracture, called Mode IIa, has been defined [14]. This can be described as uncoupled Mode II fracture devoid of the effects of dilatancy and transverse compression.

For analyzing mixed-mode fracture problems in concrete and geomaterials, finite element analysis seems to be the best available technique when coupled with the smeared crack approach. The effects of the crack tortuosity, the fracture process zone and the discontinuous cracking in fault zones are represented by a continuum with an equivalent constitutive relation. This method, however, has some drawbacks that have been discussed elsewhere [8,15-17]. In general, the constitutive model used should be formulated (1) to represent not only Mode I cracking but all the fracture modes, (2) with parameters defined in terms of material fracture properties, (3) such that cracks in different directions can occur simultaneously and co-exist, (4) to be used in conjunction with any model which represents the uncracked material, and (5) taking into account possible interactions between the fracture modes. The present model (proposed previously in [14]) possesses these qualities, and in addition can handle crack initiation in shear, as well as tension. The microplane concept [18,19] is used to formulate the equivalent crack model. Laws for the behavior of a plane of generic orientation in the material are prescribed. The constitutive relations are obtained by mathematically combining the effects of all possible planes around a point.

## 2. CRACKING MODEL

### 2.1 Model for a single crack

The laws for a single crack are defined in terms of the normal ( $\sigma$ ) and shear ( $\tau$ ) stresses applied on the crack plane. The two corresponding strain components are  $\epsilon^{cr}$  and  $\gamma^{cr}$ . The crack is assumed to start when the stresses on the  $\sigma$ - $\tau$  space reach the hyperbolic "cracking surface"  $F(\sigma, \tau)=0$  shown in Fig. 1a, (tensile stresses are positive). The "cracking function"  $F$  is defined by the following equation:

$$F = \tau^2 - (c - \sigma \tan \phi)^2 + (c - \chi \tan \phi)^2 \quad (1)$$

where  $\tan \phi$ ,  $c$  and  $\chi$  are model parameters. From Fig. 1a one can distinguish two limiting situations: (a) cracking under pure tension with zero shear stresses (Mode I), and (b) cracking under shear and very high compression. In the latter case, the hyperbola approaches its asymptote, which in fact represents the Mohr-Coulomb criterion. We call this the "asymptotic Mode II" or Mode IIa of cracking. The hyperbola used provides a smooth transition for crack formation (mixed-mode cracking) between these two limiting states.

tote, which in fact represents the Mohr-Coulomb criterion. We call this the "asymptotic Mode II" or Mode IIa of cracking. The hyperbola used provides a smooth transition for crack formation (mixed-mode cracking) between these two limiting states.

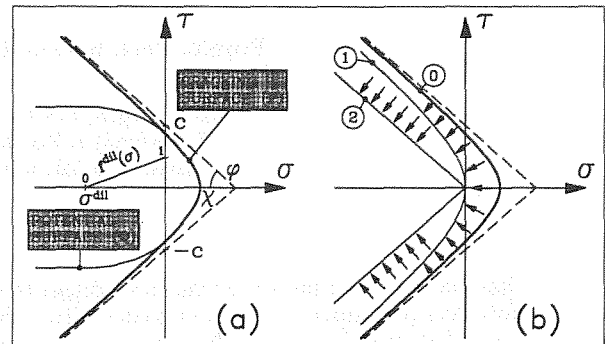


Fig. 1. (a) Hyperbolic cracking surface; (b) Evolution of the cracking surface.

As cracking progresses, the cracking surface shrinks so that the current stress point always remains on the surface. The initial shape of the cracking surface is represented by the curve labeled "0" in Fig. 1b, while its final shape depends on the mode of cracking. In pure tension (Mode I), the crack usually follows the weak interfaces between aggregate and hardened cement paste (Fig. 2a). The only kinematic condition once the crack is completely formed, is that both sides of the crack can separate from each other. Due to crack face roughness, the final surface is another hyperbola (curve "1" in Fig. 1b). On the other hand, Mode IIa would occur when shear displacement is kinematically admissible and no dilatancy is allowed. According to these restrictions, the only possible path for the crack is a straight line cutting through aggregates (Fig. 2b), and the corresponding surface is defined by a pair of straight lines representing pure frictional behavior (curve "2" in Fig. 1b).

We consider the evolution of the cracking surface for both modes as a single process, in which the evolution of parameters  $c$  and  $\chi$  ( $\tan \phi$  is assumed to remain constant) is controlled by a single internal variable  $w^{cr}$  (i.e. the work spent on the formation of the crack) defined as:

$$\begin{aligned} dw^{cr} &= \sigma d\epsilon^{cr} + \tau d\gamma^{cr}, & \text{if } \sigma > 0 \\ dw^{cr} &= (|\tau| - |\sigma \tan \phi|) d\gamma^{cr}, & \text{if } \sigma < 0 \end{aligned} \quad (2)$$

Note that in compression the frictional work is not included in  $w^{cr}$  as already suggested elsewhere [20,21]. The parameters  $c$  and  $\chi$  are assumed to decrease with  $w^{cr}$  from their initial values ( $c_0$  and  $\chi_0=f'_t$ ) to zero at  $w^{cr} = g_f^I$  and  $w^{cr} = g_f^{IIa}$ , respectively (see Fig. 3). Here,  $f'_t$ =material tensile strength,  $g_f^I$  and  $g_f^{IIa}$ =fracture energies in Modes I and IIa. The variation is assumed to be linear in terms of the intermediate scaling function  $S$ :

$$S(\xi) = \frac{e^{-\alpha \xi}}{1 + (e^{-\alpha} - 1)\xi} \quad (3)$$

where  $\xi = w^{cr}/g_f^I$  and  $\alpha = \alpha_\chi$  for parameter  $\chi$ , and  $\xi =$

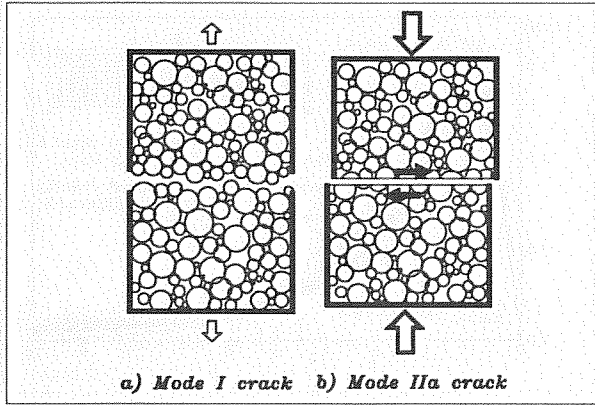


Fig. 2. Crack paths in the microstructure.

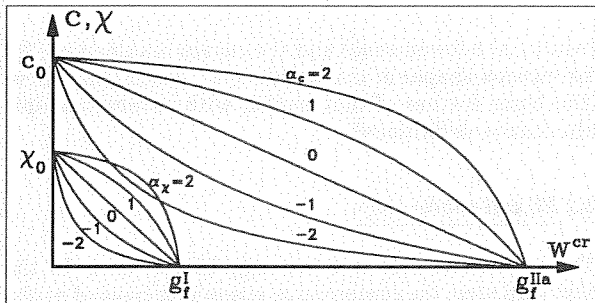


Fig. 3. Evolution of the cracking surface parameters with  $w^{cr}$ .

$w^{cr}/g_f^{IIa}$  and  $\alpha = \alpha_c$  for parameter  $c$ . This definition provides a family of descending curves for  $c$  and  $\chi$  depending on the values of parameters  $\alpha_\chi$  and  $\alpha_c$  (Fig. 4). A linear function is obtained if  $\alpha = 0$ , i.e.  $S(\xi) = \xi$ .

To calculate the direction of the crack strain increments, we assume that they follow a path perpendicular to the "potential surface"  $Q=0$  shown in Fig. 1a. In tension, this surface coincides with the cracking surface, i.e. the crack strains follow an associated rule. In compression, the rule is non-associated so that for high compression ( $|\sigma| > |\sigma^{dil}|$ ) the crack shows no dilatancy. To this end, the horizontal component of the vector normal to the cracking surface is reduced by the factor  $f^{dil}$ , which is defined by a decreasing function of the compressive stress also represented in Fig. 1a. The equations defining  $Q$  are:

$$\frac{\partial Q}{\partial \sigma} = 2 \tan \phi (c - \sigma \tan \phi) f^{dil}, \quad \frac{\partial Q}{\partial \tau} = 2\tau \quad (4)$$

**2.2 Formulation of the macroscopic model**

To formulate a consistent macroscopic model including both continuum and cracks, a static constraint between macroscopic and crack plane levels has been assumed (i.e. the stresses acting on a crack plane, the microplane, are assumed to be equal to the resolved components of the macroscopic stress tensor). According to the static constraint, the stresses  $\underline{s}_i = [\sigma, \tau]^t$  on a given plane of orientation  $\underline{n}$ , can be expressed in terms of the macroscopic stress tensor  $\underline{\sigma}$  as:

$$\underline{s}_i = N_i^t \underline{\sigma}, \quad N_i = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & -\cos \theta \sin \theta \\ \sin^2 \theta & \cos \theta \sin \theta \\ 2 \cos \theta \sin \theta & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta \end{bmatrix} \quad (5)$$

where  $\theta$  is the angle between the normal to the crack plane  $i$  and the  $x$ -axis. The total macroscopic strain tensor is obtained from the contributions of the continuum and crack components:

$$\underline{\epsilon} = \underline{\epsilon}^{co} + \sum_{i=1}^{N_c} \underline{\epsilon}_i^{cr}, \quad \underline{\epsilon}_i^{cr} = N_i \underline{\epsilon}_i^{cr} \quad (6)$$

where  $N_c$  is the total number of active cracks and  $\underline{\epsilon}_i^{cr} = [\epsilon_i^{cr}, \gamma_i^{cr}]^t$  is the crack strain vector in local coordinates. This kind of approach has already been used for similar purposes by other authors [22-24]. In some of these works devoted to cracking, however, different hypotheses concerning the conditions for crack formation and evolution lead to different formulations which, although less expensive in computational terms, are restricted to crack formation only in pure Mode I.

The direction of the crack strain increment is given by the plastic potential:

$$d\epsilon_i^{cr} = \left[ \frac{\partial Q}{\partial \underline{s}} \right]_i d\lambda_i \quad (7)$$

where  $d\lambda_i$  is a scalar factor. Note that in the present derivation repetition of subindex  $i$  does not imply summation, unless otherwise indicated.

As in classical plasticity, macroscopic stress increment  $d\sigma$  is related exclusively to the continuum part of the strain tensor increment  $d\epsilon^{co}$ :

$$d\sigma = D^{co} d\epsilon^{co} \quad (7)$$

From this point, a classical derivation leads to the final incremental relationship between macroscopic stress and strain tensor increments:

$$d\sigma = D^{crco} d\epsilon; \quad D^{crco} = D^{co} \left( I - \sum_{i=1}^{N_c} N_i \left[ \frac{\partial Q}{\partial \underline{s}} \right]_i \left[ \frac{\partial \lambda_i}{\partial \underline{\epsilon}} \right]^t \right) \quad (8)$$

where  $D^{crco}$  is the tangent stiffness matrix of the equivalent medium representing continuum-plus-cracks. The vectors  $\partial \lambda_i / \partial \underline{\epsilon}$  are from the solution of an algebraic system of equations, which is obtained by enforcing the consistency condition for the cracking function  $F$  of every active crack.

**2.3 Numerical implementation**

The proposed cracking model has been implemented with linear elasticity for the uncracked continuum. It has a total of 10 parameters: 2 ( $E$  and  $\nu$ ) for the continuum model, and 8 ( $\tan \phi$ ,  $c_0$ ,  $\chi_0$ ,  $g_f^I$ ,  $g_f^{IIa}$ ,  $\sigma^{dil}$ ,  $\alpha_\chi$  and  $\alpha_c$ ) for the crack model. A classical incremental plasticity procedure is used to integrate Eqs. 8. However, these equations are valid for a known set of active cracks but they do not specify the active cracks, and if some of them stop being active or start opening during a prescribed step. Establishing a correct scheme to check crack opening and closing is also an important part of the model implementation. As in previous microplane formulations, a fixed number of planes of pre-established orientation have been considered. 12 sample directions have been used in this work, distributed at constant intervals over a upper half hemicircle, and therefore, the same number of 12 internal variables ( $w^{cr}$  for each direction) need to be stored and updated during computations.

### 3. EXAMPLES OF APPLICATION

Two application examples are presented to demonstrate the performance of the proposed model for Mode I and mixed-mode (I+II) tests. Both are constitutive model examples, i.e. relations between stress and strain at a single material point carried out under 2-D plane strain conditions. The influence of the parameters  $g_f^I$  and  $g_f^{IIa}$  in the results has been investigated. The remaining parameters have been chosen as:  $E=1,000,000$  psi,  $\nu=0.18$ ,  $\tan \phi=0.8785$ ,  $c_0=416$  psi,  $f_t^I=230$  psi and  $\sigma^{dil}=1000$  psi. Also, a simple example of finite element analysis of Mode I fracture using the proposed model is presented. Similar analyses for mixed-mode fracture are currently under way.

#### 3.1 Mode I tests

Two types of results are presented: results at the constitutive equation level and results for the boundary value problem (finite element analysis) level. The same set of constitutive subroutines are used for both types of analysis, whether they are called from a "single point" main program or from a finite element program, according to the scheme reported in [19].

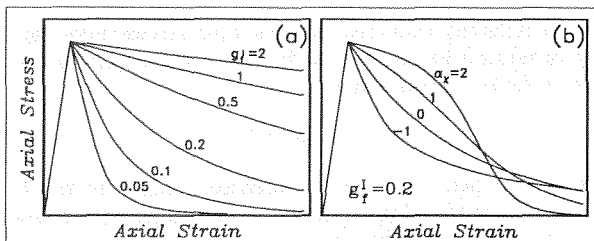


Fig. 4. Mode I cracking with different values of parameters: (a)  $g_f^I$  and (b)  $\alpha_\chi$ .

Fig. 4a shows the influence of parameter  $g_f^I$  on the stress-strain relation obtained for a pure tensile loading test. In the way the model has been defined, the area under each curve of the diagram is equal to the corresponding value of the parameter  $g_f^I$ . Fig. 4b shows the influence of parameter  $\alpha_\chi$  on the same relation. As expected, the shape of the softening law for  $\chi$  (Fig. 3) is somehow reproduced in the  $\sigma-\epsilon$  diagram: negative values of  $\alpha_\chi$  give  $\sigma-\epsilon$  curves with a sharp drop at the beginning and a long asymptote reaching the  $x$ -axis slowly, while positive values give slowly decreasing curves at the beginning, then a sharp drop to zero (step-shaped variation). All curves have been obtained with constant values for the other parameters, thus retaining the same area under the load-deflection curve (value of  $g_f^I$ ).

In Fig. 5, the results of the finite element analysis of a plain concrete beam tested under three-point bend conditions [25], and analyzed by Rots [26] are presented. For the sake of comparison, the number and order of the finite elements are the same used in [26], including the special integration rule with a single integration point in the horizontal direction for the elements ahead of the notch, along which the crack is to propagate. In Fig. 5, the results of the analysis, (load-displacement at the top midpoint of the beam) for three different values of parameter  $\alpha_\chi$  are shown, together with experimental

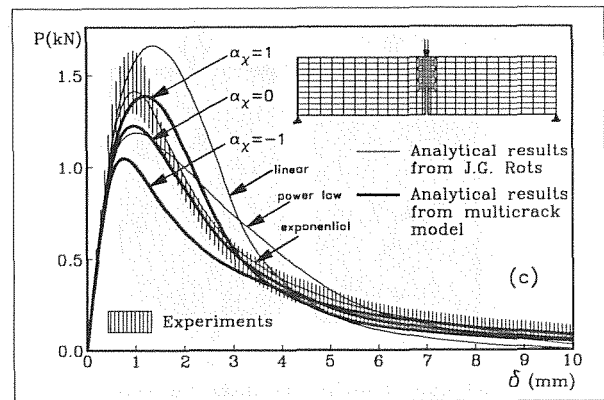


Fig. 5. Force-displacement diagram for the three-point bend tests and finite element mesh of Kormeling's beam.

results (shadowed zone) and the curves obtained in [26] for various shapes of the tensile  $\sigma-\epsilon^{cr}$  descending curve (the basic feature of that model, with several possible alternative definitions).

#### 3.2 Mixed-mode tests

The second example is a two-step biaxial test. In the first load step, the compressive stress is increased at the same time for both axes. Then, the strain is increased for the  $x$ -axis while the stress is kept constant on the  $y$ -axis. Various runs have been carried out with different values of  $\sigma_y$  and the fracture energies  $g_f^I$  and  $g_f^{IIa}$ . In this example the values of  $\alpha_\chi$  and  $\alpha_c$  have been taken equal to zero. The results obtained are presented in Figs. 6-9. The cracks develop in two sample directions simultaneously, corresponding to planes symmetrically placed at  $30^\circ$  both sides of the  $x$ -axis. The final stress must have a residual value which can be statically determined in terms of  $\sigma_y$ ,  $\tan \phi$  and the angle of the crack,  $\theta$ :

$$\sigma_x^\infty = \sigma_y \frac{\cos \theta \sin \theta - \sin^2 \theta \tan \phi}{\cos \theta \sin \theta + \cos^2 \theta \tan \phi} \quad (11)$$

This feature is correctly reproduced after smoothly descending curves, with a change of slope at the point in which  $w^{cr}$  reaches  $g_f^I$  and  $\chi$  vanishes (Figs. 6-8). The influence of  $g_f^I$  is less pronounced and almost nonexistent for a high lateral compressive stress (Figs. 6 and 9) as expected since that loading case represents almost a pure Mode IIa state.

### 4. SUMMARY AND CONCLUDING REMARKS

A new constitutive model for the analysis of concrete cracking in the context of a smeared finite element analysis has been presented. In this model, based on the microplane concept with static constraint, the laws for crack formation and evolution are established on a plane of generic orientation in terms of the stresses on that plane, which are assumed to be the resolved components of the macroscopic stress tensor. The behavior of the crack is governed by a hyperbolic cracking surface. This

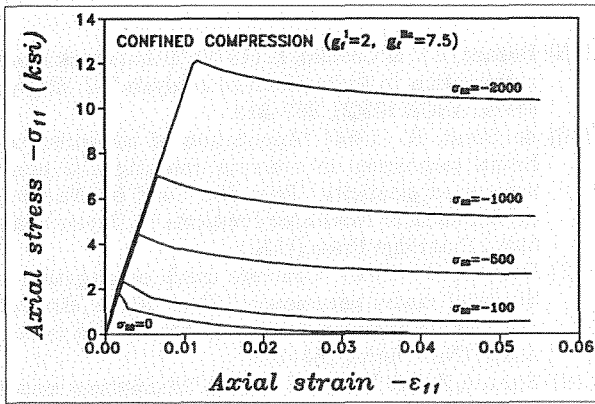


Fig. 6. Mixed mode cracking with different values of lateral stress.

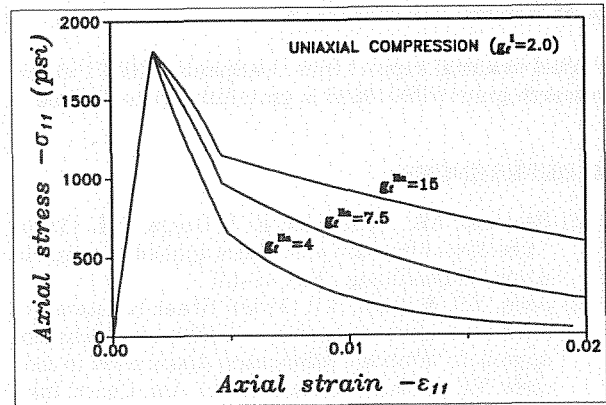


Fig. 8. Mixed-mode cracking in a uniaxial test with different values of  $g_f^{IIa}$ .

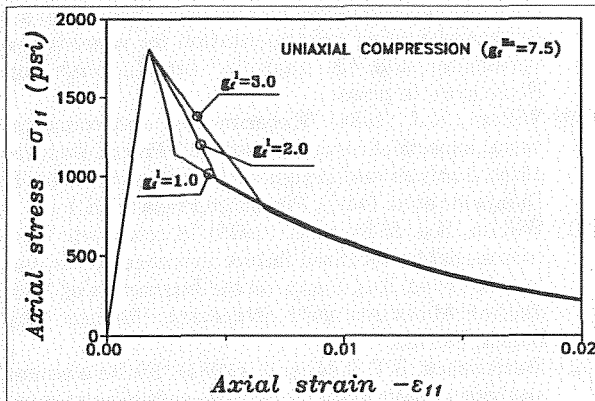


Fig. 7. Mixed-mode cracking in a uniaxial test with different values of  $g_f^1$ .

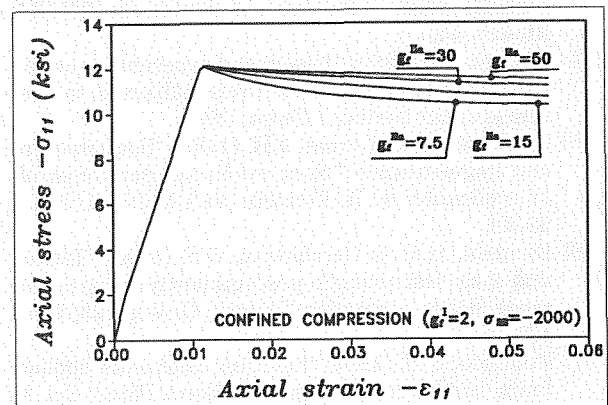


Fig. 9. Mixed-mode cracking under high confinement with different values of  $g_f^{IIa}$ .

surface shows two limiting situations for cracking: the classical Mode I in pure tension, and a newly introduced asymptotic Mode IIa for very high shear-compressive stresses with an independent  $g_f^{IIa}$  fracture energy in which friction is not included. Between these two limit states, the hyperbola provides a smooth transition so that a crack can start and develop under tension, shear-tension or shear-compression stress states. Both Mode I and Mode IIa fracture energies are parameters of the model. This makes the model adequate for smeared crack analysis in which automatic adjustment of parameters is performed at each integration point.

Although not yet supported by experimental evidence, the Mode IIa fracture provides new possibilities for theoretical interpretation and model development. The proposed definition of Mode IIa is an alternative to other definitions of a second mode of fracture (and its associated energy parameter) that can be found in the existing literature [23,24,27]. Compared to the latter possibilities, the proposed approach has some important advantages: it has a simple and clear definition in terms of the stresses on the crack plane, it is a "true" shear mode (the crack can start under shear-tension or shear-compression stress states, and not necessarily under pure tension), and it is defined completely uncoupled from the tensile Mode I, with independent energy parameters. In this context, the existing shear fracture tests under low or null confinement stresses [28,29] would represent combinations of Mode I and Mode IIa. New series of shear tests with

increasing confining stress normal to the expected crack plane seem essential to clarify the adequacy of the model proposed.

The formulation of an overall macroscopic model including cracks in various directions and the possibility of using any existing continuum model for the uncracked material has also been presented. Its structure is of a multisurface non-associated plasticity type, from which the formulation of the tangent stiffness matrix and the step-by-step integration techniques have been borrowed. A number of pre-established sample directions over a circle around a point are checked systematically, and crack opening and arrest can be detected. The model has been implemented in a computer subroutine which performs strain-to-stress calculations and can be used in conjunction with either a "single-point" program or a finite element code.

Numerical results for both constitutive and finite element analysis show good qualitative agreement with experimental results as well as with other numerical results available in the literature. Numerical and experimental developments are currently under way in order to verify the hypothesis of Mode IIa fracture, and to extend the application of the model to the finite element analysis of mixed-mode fracture problems.



## 5. ACKNOWLEDGEMENTS

Partial financial support from the Spanish CICYT under research grant PB90-0598 is gratefully acknowledged.

## 6. REFERENCES

- [1] Saouma, V.E., Brühwiler, E. & Boggs, H.L. (1990) "A review of fracture mechanics applied to concrete dams." *Dam Engng.*, **1**(1), 41-57.
- [2] Jenq, Y.S. & Shah, S.P. (1989) "Shear resistance of reinforced concrete beams — a fracture mechanics approach." *Fracture Mechanics: Application to concrete*. V.C. Li & Z.P. Bažant (eds.), Am. Concr. Inst. (U.S.A.), 237-258.
- [3] Bažant, Z.P., Şener, S. & Prat, P.C. (1988) "Size effect tests of torsional failure of plain and reinforced concrete beams." *Materials & Structures RILEM*, **21**, 425-430.
- [4] Fréney, J.W. (1990) "Theory and experiments on the behaviour of cracks in concrete subjected to sustained shear loading." *Heron*, **35**(1).
- [5] Fairhurst, C. & Cornet, F.H. (1981) "Rock fracture and fragmentation." *Rock mechanics from research to application*. H.H. Einstein (ed.), M.I.T. (U.S.A.), 23-48.
- [6] Einstein, H.H. & Dershowitz, W.S. (1990) "Tensile and shear fracturing in predominantly compressive stress fields — a review." *Engng. Geology*, **29**, 149-172.
- [7] Rudnicki, J.W. (1980) "Fracture mechanics applied to the earth's crust." *Ann. Rev. Earth Planet Sci.* **8**, 489-525.
- [8] Bažant, Z.P. & Oh, B.H. (1983) "Crack band theory for fracture of concrete." *Materials & Structures RILEM*, **16**, 155-177.
- [9] Meredith, P.G., Ayling, M.R., Murrell, S.A.F. & Sammonds, P.R. (1991) "Cracking, damage and fracture in stressed rock: a holistic approach." *Toughening mechanisms in quasi-brittle materials*. S.P. Shah (ed.), Kluwer Academic (The Netherlands), 67-89.
- [10] Swartz, S.E., Lu, L.W. & Tang, L.D. (1988) "Mixed-mode fracture toughness testing of concrete beams in three-point bending." *Materials & Structures RILEM*, **21**, 33-40.
- [11] Izumi, M., Mihashi, H. & Nomura, N. (1986) "Fracture toughness of concrete for mode II." *Fracture toughness and fracture energy of concrete*. F.H. Wittmann (ed.), Elsevier Sc. (The Netherlands), 347-354.
- [12] Luong, M.P. (1991) "Measuring toughness indices on brittle materials." *Fracture processes in concrete, rock and ceramics*. J.G.M. van Mier et al. (eds.), E.&F.N. Spon (U.K.), 727-736.
- [13] Bažant, Z.P., Prat, P.C., & Tabbara, M.R. (1990) "Anti-plane shear fracture tests (Mode III)." *ACI Materials Journal* **87**(1), 12-19.
- [14] Carol, I. & Prat, P.C. (1990) "A statically constrained microplane model for the smeared analysis of concrete cracking." *Proc. 2nd. Int. Conf. on Computer Aided Analysis and Design of Concrete Structures, "Sci-C 1990."* N. Bićanić & H. Mang (eds.), Pineridge Press (U.K.), Vol. 2, 919-930.
- [15] Bažant, Z.P. & Cedolin, L. (1979) "Blunt crack band propagation in finite element analysis." *J. Engrg. Mech. ASCE* **105**(2), 287-315.
- [16] de Borst, R. (1984) "Application of advanced solution techniques to concrete cracking and non-associated plasticity." *Proc. Int. Conf. on Numerical Methods for Nonlinear Problems*. C. Taylor et al. (eds.) Pineridge Press (U.K.)
- [17] Darwin, D. (1985) "Concrete crack propagation—Study of model parameters." *Proc. Finite element analysis of reinforced concrete*. C. Meyer et al. (eds.), ASCE (New York), 184-203.
- [18] Bažant, Z.P. & Prat, P.C. (1988) "Microplane model for brittle-plastic material. I: Theory & II: Verification." *J. Engrg. Mech. ASCE*, **114**(10), 1672-1702.
- [19] Carol, I., Bažant, Z.P. & Prat, P.C. (1992) "New explicit microplane model for concrete: theoretical aspects and unified implementation for constitutive verification and F.E. analysis." *Int. J. Solids and Structures*, in press.
- [20] Willam, K.J. (1984) "Experimental and computational aspects of concrete fracture." *Proc. Computer aided analysis and design of concrete structures*. F. Damjanić et al. (eds.), Pineridge Press (U.K.)
- [21] Willam, K.J. & Sture, S. (1985) "A composite fracture model for localized failure in cementitious materials." *Proc. 2nd. Symp. on the Interaction of Non-nuclear Munitions with Structures*, Panama City Beach, Florida.
- [22] Pietruszack, S.T. & Mróz, Z. (1981) "Finite element analysis of deformation of strain-softening materials." *Int. J. of Numerical Methods in Engineering*, **17**, 327-334.
- [23] de Borst, R. & Nauta, P. (1984) "Smeared crack analysis of reinforced concrete beams and slabs failing in shear." *Proc. Computer aided analysis and design of concrete structures*. F. Damjanić et al. (eds.) Pineridge Press (U.K.)
- [24] Rots, J.G. & de Borst, R. (1987) "Analysis of mixed-mode fracture in concrete." *J. Engrg. Mech. ASCE*, **113**(11), 1739-1758.
- [25] Kormeling, H.A. & Reinhardt, H.W. (1983) *Determination of the fracture energy of normal concrete and epoxy modified concrete*. Report 5-83-18, Stevin Lab., Technische Universiteit Delft (The Netherlands).
- [26] Rots, J.G. (1988) *Computational Modeling of Concrete Fracture*. Ph.D. Thesis presented to the Technische Universiteit Delft, The Netherlands.
- [27] Oliver, J., Cervera, M., Oller, S. & Lubliner, J. (1990) "Isotropic damage model and smeared analysis of concrete." *Proc. 2nd. Int. Conf. on Computer aided analysis and design of concrete structures "Sci-C 1990."* N. Bićanić & H. Mang (eds.), Pineridge Press (U.K.), Vol. 2, 945-958.
- [28] Arrea, M. & Ingraffea, A.R. (1981) "Mixed-mode crack propagation in mortar and concrete." Rep. 81-13. Dept. of Struct. Engrg., Cornell Univ., Ithaca, New York.
- [29] Bažant, Z.P. & Pfeiffer, P.A. (1986) "Shear fracture tests of concrete." *Materials & Structures RILEM*, **19**, 111-121.

## MECANISMOS DE FRACTURA EN LA ALEACION Al 2618 REFORZADA CON SiC

J. LLorca, J. Ruiz y M. Elices

Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid.  
E. T. S. de Ingenieros de Caminos. 28040 - Madrid

**Resumen.** Se presenta un estudio de los mecanismos de fractura en una aleación de Al 2618 reforzada en un 15% en volumen con partículas de SiC. Se han identificado dos procesos de daño durante la deformación: nucleación y crecimiento de huecos en la matriz alrededor de las inclusiones, y fractura de las partículas cerámicas. La importancia relativa de cada uno depende de los tratamientos térmicos, de modo que al mejorar las propiedades mecánicas de la matriz se incrementa la fracción de partículas rotas. Se concluye que la ductilidad de estos materiales compuestos se puede mejorar disminuyendo el tamaño de las inclusiones y de las partículas de SiC.

**Abstract.** The fracture mechanisms in a 2618 Al alloy reinforced with 15% Vol. SiC particulates were studied. Two main damage processes were identified: nucleation and growth of voids in the matrix around the inclusions, and particulate fracture. The relative weight of each mechanism depends on the thermo-mechanical condition of the matrix, in such a way that the volume fraction of broken particulates increases with matrix strength. It is concluded that the ductility of these composites can be improved by reducing the size of both the intermetallic inclusions and the ceramic particulates.

### 1. INTRODUCCION

La ductilidad de los materiales compuestos de matriz de Al reforzados con SiC se ve limitada por el desarrollo de diversos procesos de fractura durante la deformación. La buena adherencia entre el Al y el SiC da lugar a una transferencia de carga eficaz entre la matriz y el refuerzo, que produce una rotura gradual de las partículas cerámicas, empezando por aquellas que tienen defectos mayores [1]. Por otro lado, las deformaciones plásticas en la matriz son amplificadas por la presencia del refuerzo cerámico, especialmente en aquellas zonas con una concentración local de SiC más elevada, generándose huecos alrededor de las inclusiones presentes en la matriz. Estos huecos crecen rápidamente debido a las tensiones hidrostáticas positivas a las que se encuentra sometida la matriz (debido a las limitaciones geométricas a la deformación impuestas por las partículas cerámicas), produciendo la rotura de la matriz por el mecanismo clásico de crecimiento y coalescencia de huecos [2]. Ambos fenómenos (rotura

de la matriz y de las partículas) se encuentran imbricados, porque las partículas rotas actúan como huecos y, a su vez, la generación de huecos en la matriz disminuye su capacidad de endurecimiento por deformación y aumenta la carga soportada por los elementos cerámicos.

La mejora de la ductilidad de un material compuesto Al-SiC requiere conocer cual de los dos mecanismos antes mencionados es dominante y precipita la rotura final. En este artículo se presenta el estudio realizado sobre una aleación de Al 2618 reforzada con un 15% en volumen con partículas de SiC. Los resultados de los ensayos mecánicos se han complementado con estudios numéricos de la evolución de los campos de tensiones durante la deformación, y con el análisis fractográfico de las superficies de rotura, permitiendo elaborar unas recomendaciones para mejorar la ductilidad a temperatura ambiente.

Tabla 1. Propiedades mecánicas

Material	$E$ (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)	$K_{Ic}$ (MPam <sup>1/2</sup> )
2618 (T4)	70	222	470	16.4	—
2618 (T651)	70	418	445	7.2	22.7
2618+SiC (T4)	94	254	482	12.3	—
2618+SiC (T651)	95	484	503	4.1	21.3

## 2. MATERIAL Y TECNICAS EXPERIMENTALES

El material utilizado es una aleación de Al 2618 reforzada con un 15% en volumen con partículas de SiC. El material, suministrado por Alcan Int. Ltd., fue fabricado por la técnica de *spray forming*, y se recibió en forma de barras extruídas con sección rectangular (25.4 x 62.5 mm). Las barras recibieron un tratamiento termo-mecánico del tipo T651, consistente en un tratamiento de solubilización a 530°C durante 1 h., enfriamiento por inmersión en agua, y posterior deformación en frío hasta un 2% para eliminar las tensiones residuales. A continuación se envejecieron artificialmente a 190 °C durante 10 h. y se mecanizaron las probetas para su ensayo. Otras probetas fueron sometidas al tratamiento de solubilización (1h. a 530 °C) con objeto de eliminar el efecto de los tratamientos térmicos anteriores y envejecidas a temperatura ambiente (condición T4). Se dispuso también de la aleación Al 2618 sin reforzar, que fue sometida a los mismos tratamientos termo-mecánicos, con la única diferencia de que el tiempo de envejecimiento a 190°C fue 24 h. Esta diferencia permite compensar la mayor velocidad de nucleación de precipitados en la matriz que se ha observado en los materiales compuestos [3], y conseguir que las propiedades mecánicas de la matriz en el material compuesto y de la aleación sin reforzar sean semejantes.

Se realizaron ensayos de tracción por duplicado en las condiciones T4 y T651 a una velocidad de deformación media de 10<sup>-4</sup> seg<sup>-1</sup>, de acuerdo con la norma ASTM E8M. Además, en el material compuesto se llevaron a cabo otros ensayos de tracción, donde las probetas fueron cargadas y descargadas periódicamente para estudiar la evolución del módulo de Young con la deformación. También se realizaron ensayos de fractura por duplicado sobre probetas compactas con un espesor de 25.4 mm en los materiales en la condición T651, de acuerdo con la norma ASTM E399. Las fisuras estaban orientadas en la dirección L-T.

Las superficies de fractura fueron examinadas con un microscopio electrónico de barrido para discernir los principales mecanismos de fractura en cada condición y material. También se realizaron estudios mediante energía dispersiva de rayos X para establecer la composición de las inclusiones presentes en la matriz.

## 3. RESULTADOS

Las propiedades mecánicas medidas en los ensayos de tracción y fractura se encuentran recogidas en la tabla 1 (cada valor es la media de dos ensayos). Como puede observarse, la adición de partículas de SiC a la aleación de Al produce un notable incremento en la rigidez y la resistencia, y una reducción en la ductilidad para los mismos tratamientos térmicos. Sin embargo, dos resultados merecen especial atención. En primer lugar, la ductilidad del material compuesto en la condición T4 es muy buena, y se consigue sin que exista una gran reducción en la tensión de rotura. En segundo lugar, la tenacidad de fractura en la condición T651 no se ve apenas afectada por la adición de las partículas cerámicas. Estos dos resultados presentan enorme interés porque la principal dificultad práctica para usar estos materiales compuestos reside en su comportamiento frágil a temperatura ambiente.

Los ensayos de carga y descarga durante de la deformación mostraron que las propiedades elásticas de los materiales compuestos se degradan al progresar la deformación. La evolución del módulo de Young,  $E_c$ , con la deformación y la tensión aplicadas se ha dibujado en las Figs. 1a y 1b, respectivamente. Los resultados de la Fig. 1a ponen de manifiesto que la disminución de  $E_c$  es mucho más rápida en el material de alto límite elástico, cuando se supone que la variable que controla el proceso es la deformación. Sin embargo, cuando  $E_c$  se dibuja frente a la tensión, se observa que ambos materiales se degradan moderadamente mientras la tensión no alcanza 360 MPa. A partir de ese momento, el material en la condición T4 experimenta una disminución mayor de  $E_c$  al aumentar la tensión. La reducción en el módulo de Young durante la deformación está asociada a procesos de daño, que finalmente dan lugar a la fractura. Los fenómenos principales son la rotura de las partículas de refuerzo [1], la fractura de las intercaras matriz-refuerzo [4], y la nucleación de huecos en la matriz a partir de las inclusiones. Sin embargo, este último solo parece tener importancia para deformaciones muy cercanas a la de rotura, cuando la cavitación se generaliza en la matriz [1].

El análisis de las superficies de fractura mostró que la rotura de la aleación sin reforzar (en la condición T4 y T651) viene producida por la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos alrededor de inclusiones (Fig.

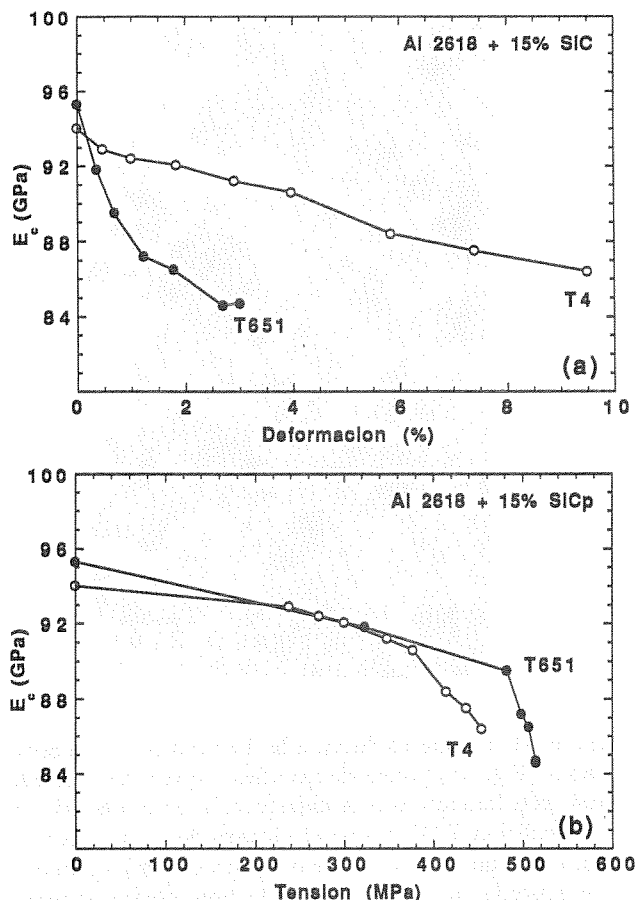


Fig. 1. Variación del módulo de Young del material compuesto,  $E_c$ , en los ensayos de tracción en función de (a) la deformación (b) la tensión.

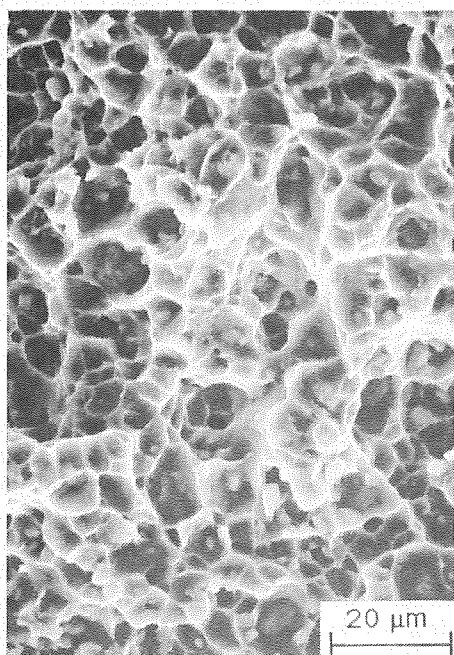


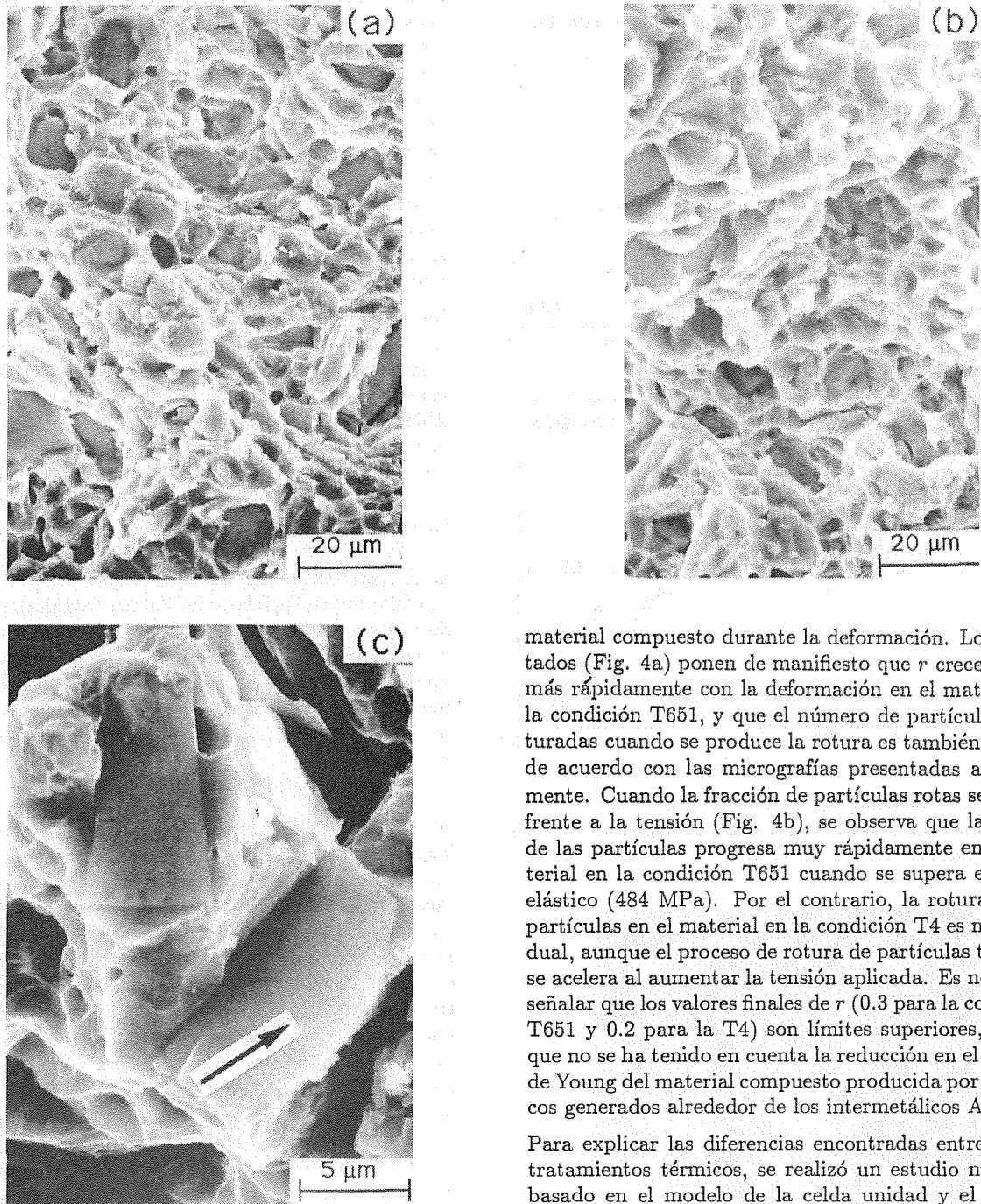
Fig. 2. Superficie de fractura de la aleación 2618 (T4).

2), con una distribución amplia de tamaños centrada en las 4  $\mu\text{m}$ . El estudio por energía dispersiva de rayos X indicó que las inclusiones estaban formadas por Al, Ni y Fe. Estos dos últimos elementos se añaden (en, aproximadamente, un 1% en peso) para mejorar la estabilidad microestructural a altas temperaturas y, debido a su baja solubilidad, aparecen en forma de compuestos intermetálicos en las condiciones T4 y T651. El análisis de su estructura cristalina por difracción de rayos X ha puesto de manifiesto que son cristales monoclinicos de  $\text{Al}_3\text{NiFe}$  y que se encuentran distribuidos dentro de los granos y en los bordes de grano [5].

Las superficies de rotura de los materiales compuestos (Fig. 3) revelan que el aspecto microscópico de la fractura es dúctil. Las partículas de SiC, de tamaño igual o superior a las 10  $\mu\text{m}$  en su mayoría, son claramente visibles en las superficies de fractura, aunque la densidad de partículas en la condición T651 (Fig. 3a) es superior que en la condición T4 (Fig. 3b). A mayor número de aumentos, se puede observar que las partículas de SiC se encuentran adheridas a la matriz, sin que se haya producido rotura de las intercaras (Fig. 3c). Las partículas de SiC presentan una fractura limpia, aunque en algunas se aprecian las líneas de Wallner (señaladas con una flecha) producidas durante la rotura frágil materiales cerámicos y vítreos [6]. Estos resultados permiten afirmar que la rotura de los materiales compuestos se ve precipitada por la fractura de las partículas cerámicas durante la deformación, especialmente en la condición T651.

4. DISCUSION

La evolución del módulo de Young con la deformación y las observaciones de las superficies de fractura señalan que la rotura de las partículas cerámicas es uno de los mecanismos de fractura dominantes en este material compuesto. Además, las diferencias en la ductilidad bajo los dos tratamientos térmicos pueden explicarse en virtud de este mismo mecanismo. La relación entre la degradación del módulo de Young y la fracción volumétrica de partículas rotas ha sido estudiada por Mochida *et al.* [7], que usaron una técnica analítica basada en el método de la inclusión equivalente de Eshelby [8] y en el análisis de la tensión de retorno de Mori y Tanaka [9]. Mediante el método de Eshelby se puede calcular la modificación de las propiedades elásticas de un sólido homogéneo producida por la presencia de una inclusión elipsoidal. Con la técnica de la tensión de retorno de Mori y Tanaka es posible tener en cuenta la interacción entre los dos tipos de inclusiones (partículas y partículas rotas) y entre cada inclusión y el contorno libre del sólido, de manera que los resultados son válidos para grandes fracciones volúmetricas de refuerzo. Las partículas de SiC se consideran esferas con unas propiedades elásticas dadas por  $E_p=450$  GPa y  $\nu_p=0.17$  [2]. Las partículas rotas se simulan con grietas circulares, con la superficie de la grieta perpendicular a la dirección de carga. Las propiedades elásticas de la matriz son  $E_m=70$  GPa y  $\nu_m=0.33$ . La relación entre el módulo de Young del material compuesto dañado,  $E_c$  y el valor inicial,  $E_{c0}$ , viene expresada por [6],



**Fig. 3.** Superficies de fractura de los materiales compuestos. (a) Condición T651 (b) Condición T4 (c) Detalle de dos partículas rotas en la condición T651.

$$\frac{E_c}{E_{c0}} = \frac{1 + \eta_1 f}{1 + \eta_1(1-r)f + \eta_2 fr} \quad (1)$$

donde  $f$  es la fracción volumétrica de refuerzo,  $r$  es la fracción de partículas rotas, y  $\eta_1$  y  $\eta_2$  son coeficientes que dependen de las propiedades elásticas de la matriz y del refuerzo y que pueden encontrarse en [7]. Mediante (1) se puede estimar la fracción de partículas rotas en el

material compuesto durante la deformación. Los resultados (Fig. 4a) ponen de manifiesto que  $r$  crece mucho más rápidamente con la deformación en el material en la condición T651, y que el número de partículas fracturadas cuando se produce la rotura es también mayor, de acuerdo con las micrografías presentadas anteriormente. Cuando la fracción de partículas rotas se dibuja frente a la tensión (Fig. 4b), se observa que la rotura de las partículas progresa muy rápidamente en el material en la condición T651 cuando se supera el límite elástico (484 MPa). Por el contrario, la rotura de las partículas en el material en la condición T4 es más gradual, aunque el proceso de rotura de partículas también se acelera al aumentar la tensión aplicada. Es necesario señalar que los valores finales de  $r$  (0.3 para la condición T651 y 0.2 para la T4) son límites superiores, puesto que no se ha tenido en cuenta la reducción en el módulo de Young del material compuesto producida por los huecos generados alrededor de los intermetálicos  $Al_3FeNi$ .

Para explicar las diferencias encontradas entre ambos tratamientos térmicos, se realizó un estudio numérico basado en el modelo de la celda unidad y el análisis por elementos finitos. Este modelo [2] estudia un material compuesto ideal, formado por una celda unidad que se repite indefinidamente. Cada celda está constituida por una partícula situada en el centro y embebida dentro de la matriz. La partícula cerámica se comporta elásticamente, mientras que la matriz de Al es un material elasto-plástico, con endurecimiento isótropo y criterio de plastificación de Von Mises. Las propiedades de la matriz para cada tratamiento térmico se obtuvieron a partir de los ensayos mecánicos de la aleación de Al sin reforzar. Debido a las simetrías del problema, el análisis se puede realizar estudiando el comportamiento de un cuarto de la celda unidad con simetría de revolución. Las partículas, por lo tanto, se supone que tienen forma

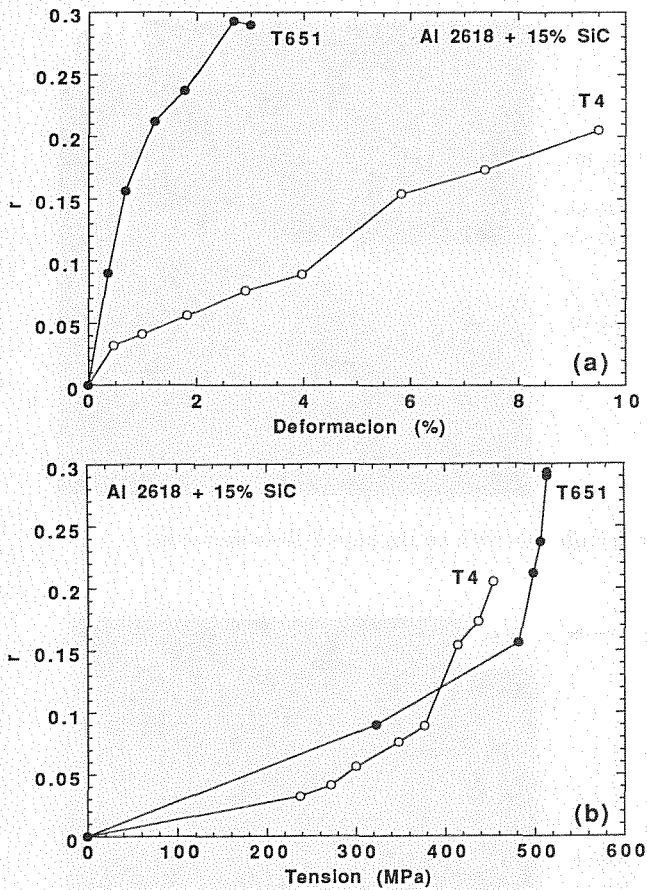


Fig. 4. Estimations de la fracción volumétrica de partículas de SiC fracturadas,  $r$ , en función de (a) la deformación (b) la tensión.

cilíndrica, con una altura igual al diámetro. La forma de aplicar las cargas y las demás condiciones de contorno para simular un ensayo de tracción viene recogida con detalle en [2].

Los resultados de los análisis se encuentran en las Figs. 5 a 7. La Fig. 5 muestra la distribución de defor-

maciones plásticas en la matriz para una deformación remota  $\epsilon$  igual a la de rotura ( $\epsilon=0.12$  en la condición T4 y  $\epsilon=0.04$  en la T651) en ambos materiales compuestos. En la Fig. 6 se han dibujado los contornos de tensión hidrostática,  $\sigma_p$ , para la misma deformación remota y materiales. La adición de partículas cerámicas produce una localización de las deformaciones en la matriz, que facilita la iniciación de huecos a partir de las inclusiones. Además, las tensiones hidrostáticas positivas aceleran el proceso de crecimiento de los huecos, que coalescen mucho antes que en la matriz sin reforzar, reduciendo la ductilidad del material compuesto. Otra fuente de daño es la rotura de las partículas. Los contornos de la tensión principal máxima,  $\sigma_1$ , dentro de las partículas de SiC se han dibujado en la Fig. 7 para ambos materiales cuando la deformación remota es 0.02. Como puede apreciarse, las tensiones en el SiC son mas elevadas en el material en la condición T651, explicando que la fracción de partículas rotas sea mayor en este caso.

5. CONCLUSIONES

La adición de partículas de SiC a una aleación de Al 2618 mejora notablemente las propiedades mecánicas, a excepción de la tenacidad de fractura (que no cambia apreciablemente) y la ductilidad, que se reduce en 25% en la condición T4 y en un 42% en la condición T651, en comparación con las matrices sin reforzar. Los mecanismos de fractura dominantes son la rotura dúctil de matriz por nucleación y crecimiento de huecos alrededor de las inclusiones de  $Al_3NiFe$ , y la fractura de las partículas de SiC durante la deformación. La mayor reducción de la ductilidad en la condición T651 se explica porque las tensiones transmitidas a las partículas son muy superiores, produciendo la rotura de un mayor número de partículas para el mismo valor de la deformación remota.

La mejora de la ductilidad de material se puede lograr reduciendo el tamaño de las inclusiones intermetálicas y de las partículas de SiC. Con lo primero se retarda la iniciación de los huecos en la matriz, mientras que

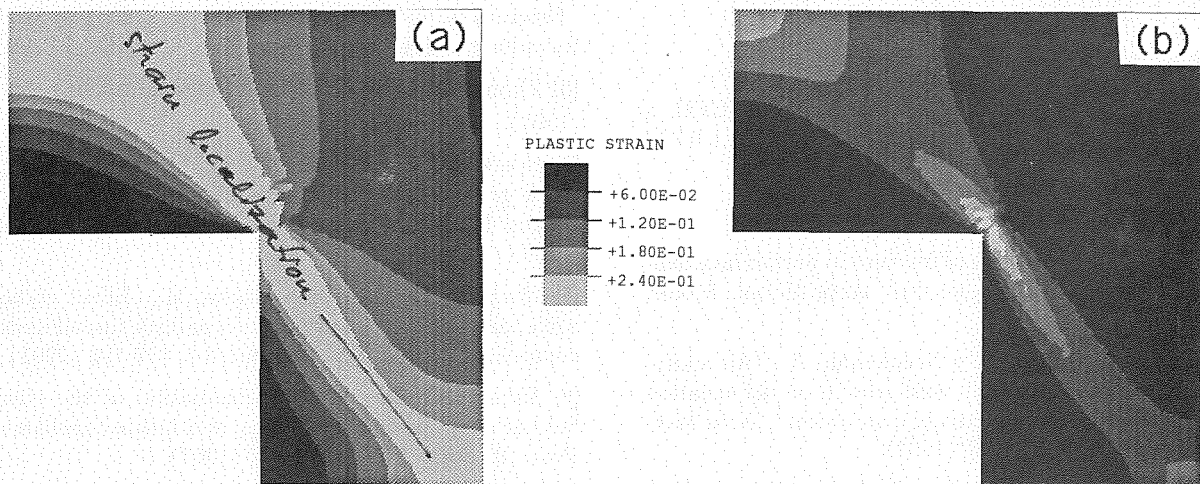
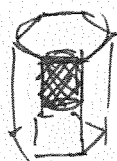


Fig. 5. Distribución de deformaciones plásticas en la matriz. (a)  $\epsilon = 0.12$ , T4 (b)  $\epsilon = 0.04$ , T651.



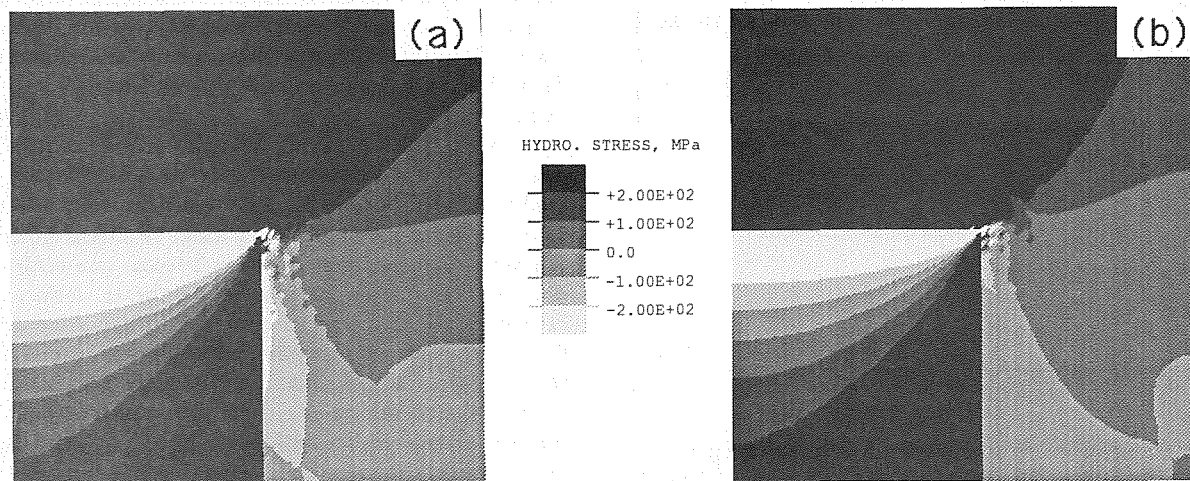


Fig. 6. Distribución de las tensiones hidrostáticas en la matriz y en las partículas cerámicas. (a)  $\epsilon=0.12$ , T4 (b)  $\epsilon=0.04$ , T651.

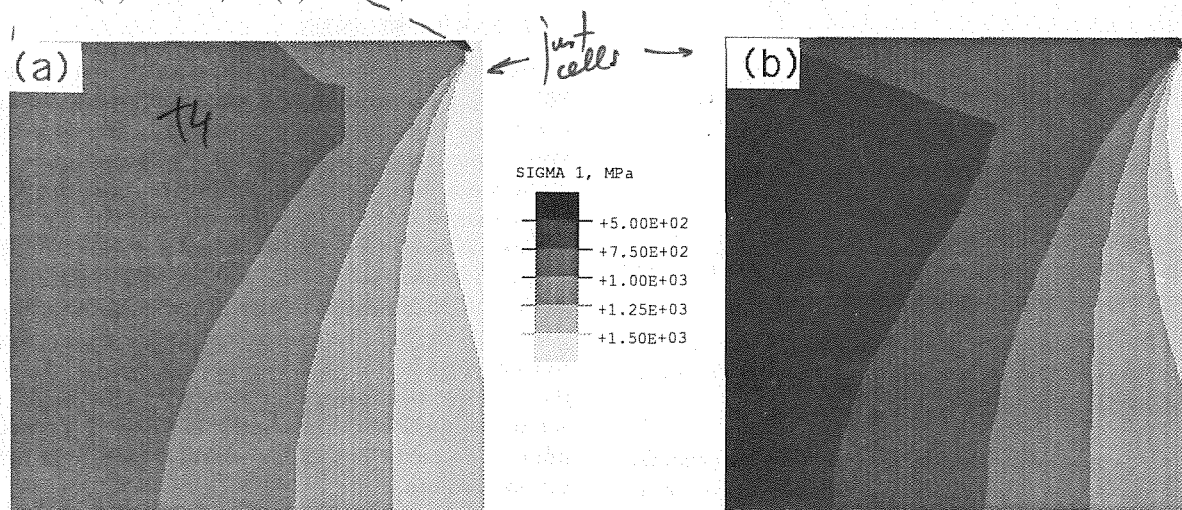


Fig. 7. Contornos de la tensión principal máxima en las partículas de SiC (a)  $\epsilon=0.02$ , T4 (b)  $\epsilon=0.02$ , T651.

la segunda medida permite incrementar la tensión de rotura de las partículas cerámicas.

#### Agradecimientos

Esta investigación ha sido financiada por la CEE, a través del proyecto de investigación BRITE-EURAM 3398-89.

#### 6. REFERENCIAS

- [1] Lloyd, D. J., "Aspects of fracture in particulate reinforced metal matrix composites", *Acta Metall. Mater.* **39**, 59-71 (1991).
- [2] Llorca, J., Suresh, S. y Needleman, A., "An analysis of the effects of matrix void growth on deformation and ductility in metal-ceramic composites", *Acta Metall. Mater.* **39**, 2317-2335 (1991).
- [3] Suresh, S., Christman, T., y Sugimura, Y., "Accelerated aging in cast Al alloy-SiC particulate composites", *Scripta Metall.*, **23**, 1599-1602 (1989).
- [4] Ruiz, J., Caballero, L., Llorca, J., y Elices, M., "Fractura de materiales compuestos de matriz de Mg reforzados con SiC", *Anal. Mec. Fract.*, **8**, 32-37 (1991).
- [5] Zhang, D. L., y Cantor, B., comunicación privada (1991).
- [6] Healy, J. C., y Beevers, C. J., "A study of fatigue crack growth in a particulate-reinforced Al-Si alloy at 23 and 220°C", *Mater. Sci. Engng.*, **A142**, 183-192 (1991).
- [7] Mochida, T., Taya, M. y Obata, M., "Effect of damaged particles on the stiffness of a particle/metal matrix composite", *JSME Int. Journal*, **34**, 187-193 (1991).
- [8] Eshelby, J. D., "The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems", *Proc. R. Soc.*, **A241**, 376-396 (1957).
- [9] Mori, T., y Tanaka, K., "Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions", *Acta Metall.*, **21**, 571-574 (1973).

APLICACION DE LOS METODOS DE INDENTACION PARA EL ESTUDIO DE LA TENACIDAD A FRACTURA  
Y LA FATIGA DE HUESO CORTICAL

M. Ontañón y J.A. Planell

Depto. Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad Politécnica  
de Cataluña, E.T.S.I.I.B.,  
Avda. Diagonal 647.08028-Barcelona.

**Resumen.**— Las técnicas de indentación están siendo ampliamente utilizadas para la evaluación de la tenacidad a fractura de materiales frágiles. El sistema de grietas generado por la aplicación de un indentador Vickers sobre la superficie de un material, da lugar a diferentes modelos para la determinación de  $K_{Ic}$ . La indentación repetida hasta la aparición de desconchamiento, representa un método recientemente introducido para el estudio de la fatiga cíclica en cerámicos. En el presente trabajo, se han aplicado estos métodos en hueso cortical: fémur bovino y bulla timpánica de ballena. Se ha demostrado que dichas técnicas dan buenos resultados en bulla timpánica mientras que en bovino, si bien los resultados son similares a los existentes en la literatura, la microestructura anisotrópica introduce cierta complejidad en su interpretación.

**Abstract.**— Indentation techniques are being widely used for the evaluation of fracture toughness of brittle materials. The different types of cracks produced on the surface of the specimen when it is loaded by a Vickers indenter give rise to different models used to determine  $K_{Ic}$ . Repeated indentation loading to surface chipping has recently been introduced as a valuable method for the study of the cycle fatigue of ceramics. In the present investigation such methods have been applied to cortical bone: bovine femur and whale tympanic bulla. It has been shown that such methods yield good results for the latter material whilst results similar to those existing in the literature are obtained for the former although its anisotropic microstructure introduces complexity in their interpretation.

## 1. INTRODUCCION

Los métodos de indentación están siendo actualmente muy utilizados para el estudio de las propiedades mecánicas de vidrios y cerámicos [1,2,3,4]. La aplicación de un indentador sobre la superficie de un material frágil genera la aparición de un sistema de grietas de diversas características. Fig.1. En concreto, la aplicación de un indentador de punta de diamante de tipo Vickers, produce una huella plástica remanente en la superficie. Este tipo de contacto se conoce como contacto "elástico-plástico". Se observa la aparición de grietas radiales paralelas al eje de carga, que surgen de los extremos de la indentación y que se propagan próximas a la superficie. Las grietas mediales se propagan paralelas al eje de carga y se generan por debajo de la zona plástica en forma de círculos completos o como segmentos circulares. Las grietas laterales se generan también por debajo de la zona deformada, propagándose paralelamente a la superficie y presentando una forma circular.

La aparición de un determinado tipo de grieta en una indentación dada, depende del material, de su estado superficial, del indentador y de la secuencia de carga-descarga del ciclo de contacto. En general, las grietas radiales pueden formarse y crecer tanto en el ciclo de carga como en el de descarga. Las grietas mediales se nuclean durante el ciclo de carga después de la formación de las radiales. Finalmente, las grietas laterales aparecen durante el ciclo de descarga del indentador [3,5,6].

De entre los distintos modelos existentes para la determinación de la tenacidad a la fractura, en este trabajo se proponen dos de ellos basados en la longitud de las grietas radiales:

a) El modelo de Anstis, Chantikul, Lawn y Marshall [7] que relaciona la  $K_{Ic}$  con el tamaño de la grieta y la carga aplicada, según la siguiente expresión:



$$K_{Ic} = 0.016 \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (1)$$

donde E es el módulo de Young, H la dureza evaluada mediante una indentación Vickers, P la carga aplicada por el indentador, y c la longitud de la grieta radial. Dicho modelo puede ser aplicado si se cumple que la longitud de las grietas radiales es mayor que la longitud de las diagonales de la huella, y si la deformación plástica generada por la indentación queda acomodada por la matriz elástica del material.

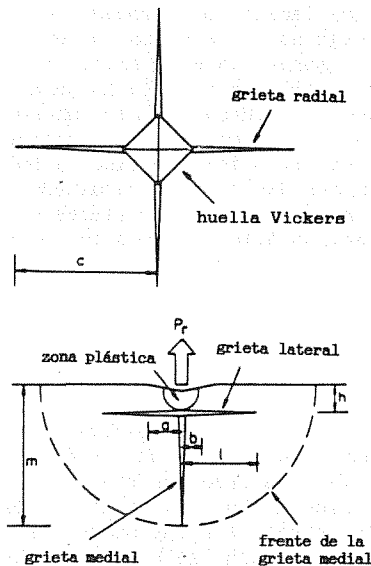


Fig. I Esquema de una huella Vickers y el sistema de grietas asociado a ella.

b) En el modelo de Liang, Orange y Fantozzi [8] los valores de  $K_{Ic}$  son función de parámetros tales como la relación de Poisson, la dureza y el módulo elástico,

$$\left( \frac{K_{Ic} \phi}{H a^{1/2}} \right) \left( \frac{H}{E \phi} \right)^{0.4} \alpha = \left( \frac{c}{a} \right)^{(c/18a) - 1.51} \quad (2)$$

donde  $\phi$  es un factor de constricción ( $\approx 3$ ), H la dureza, E el módulo elástico, a el radio de la indentación, c la longitud de la grieta y  $\alpha$  una constante adimensional cuyo valor se expresa como

$$\alpha = 14 \left[ 1 - 8 \left( \frac{4\nu - 0.5}{1 + \nu} \right)^4 \right] \quad (3)$$

siendo  $\nu$  la relación de Poisson con un valor de 0.41 en hueso cortical. Este modelo es independiente de la carga aplicada y no impone restricciones al tamaño de la grieta radial c.

Algunos trabajos recientes proponen una técnica sencilla basada en la aplicación de indentaciones repetidas sobre la superficie de un material, para llegar a caracterizar el efecto de la fatiga cíclica en los materiales cerámicos [2,9]. Dicha técnica consiste en la formación de una cavidad de indentación estandar mediante una pre-carga, P, siendo luego esta cavidad indentada repetidamente con una carga  $P' < P$  hasta el desconchamiento del material (o "chipping"). La pre-carga, P, genera un sistema de grietas radiales y laterales inicialmente sujetas a tensiones residuales. Dichas tensiones residuales se producen como resultado de mantener constante el volumen de la zona plástica mediante la compresión elástica del material próximo. La fuerza residual en las grietas laterales actúa en sentido normal y externamente a la superficie, presentando su valor máximo,  $P_{r0}$ , cuando la grieta está totalmente cerrada, y un valor mínimo,  $P_r$ , cuando está relajada y abierta. Cuando la cavidad es cargada repetidamente con una fuerza,  $P'$ , la fuerza en las grietas laterales varía de  $P_r$  (fuerza a tracción) a  $P_{r0} - P'$  (fuerza a compresión si  $P' > P_{r0}$ ).

El estudio del comportamiento a fractura y fatiga del hueso cortical presenta serias dificultades tanto en la extracción de probetas como en el número de las mismas que se pueden obtener de un hueso dado. Si el tamaño es pequeño y la forma complicada, la extracción de probetas se hace incluso más difícil. Además de estos factores limitantes, aspectos tan importantes como la anisotropía del hueso cortical y su caracterización mecánica a nivel local, son variables difíciles de analizar mediante las técnicas convencionales. En el presente trabajo se aplican las técnicas de indentación para la determinación de la tenacidad a la fractura y el estudio del comportamiento a fatiga del hueso cortical, con objeto de comprobar su validez para dicho material y poder, en su caso, ser consideradas como técnicas alternativas a las convencionales en un futuro. Estos métodos de indentación se caracterizan por su gran sencillez requiriendo únicamente de una pequeña superficie pulida para la obtención de un gran número de datos.

## 2. MATERIALES

Los huesos empleados en ambos estudios han sido fémur bovino y bulla timpánica de ballena. La bulla timpánica ha sido objeto de estudio debido a que su elevado grado de mineralización da lugar a propiedades mecánicas que lo asemejan a un material frágil tanto por su elevada dureza como por su elevado módulo elástico. Las técnicas de preparación de muestras han sido ya descritas [10]. Su objetivo principal es de obtener superficies planas y pulidas. En ambos casos se realizaron cortes en sentido transversal, radial y circunferencial al eje de simetría con objeto de analizar la anisotropía del hueso. Las indentaciones se realizaron mediante un indentador Vickers con un ángulo

24=1489. Las cargas aplicadas para la determinación de  $K_{Ic}$  oscilaron entre 62.5Kg y 150Kg para hueso bovino, y fueron de 10Kg para bulla timpánica. El tiempo de aplicación de la carga fue de 15seg. en ambos casos. Los valores de  $a$  y  $c$  fueron medidos mediante una retícula en el ocular de un microscopio.

Los ensayos de indentaciones repetidas se realizaron en una máquina de ensayos Instron a una frecuencia de 0.35 Hz. Las pre-cargas máximas aplicadas en hueso bovino fueron de 2000N en la orientación transversal y radial del hueso, y de 3000N en la circunferencial. Las pre-cargas empleadas en la orientación transversal de bulla timpánica de ballena fueron de 200N, 150 y 100N. Las secuencias de ensayo fueron desde 1 ciclo hasta 100 ciclos.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

Los valores de tenacidad a la fractura obtenidos mediante la aplicación de los modelos descritos anteriormente, se presentan en la tabla I. Para hueso bovino sólo se utilizaron muestras en la orientación transversal puesto que en las orientaciones radial y circunferencial no se observaron grietas susceptibles de ser medidas. En la sección transversal, las grietas presentan una clara asimetría. Las grietas radiales emergentes de los vértices de la indentación orientados predominantemente en el sentido láminas, presentan longitudes de grieta mucho mayores a las observadas en los otros vértices

Tabla I Valores de tenacidad a la fractura calculados en una sección transversal de hueso bovino. Tenacidad en el sentido circunferencial, tenacidad en el sentido radial y tenacidad media calculada según el modelo de Anstis y el de Liang.

HUESO BOVINO	$K_{Ic}$ circunf.	$K_{Ic}$ radial	Anstis et al. $K_{Ic}$ media	Liang et al. $K_{Ic}$ media
1	2.51 (0.15)	3.67 (0.46)	2.6 (0.58)	2.25 (0.47)
2	2.27 (0.26)	2.6 (0.10)	2.42 (0.53)	2.87 (0.51)
3	1.9 (0.30)	2.4 (0.10)	2.11 (0.10)	2.21 (0.04)

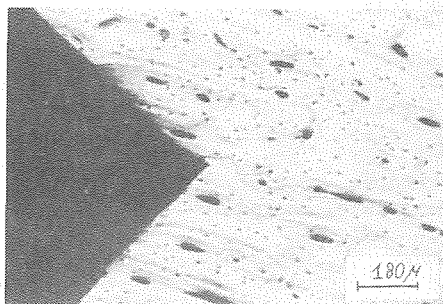


Fig. II Micrografía óptica de una grieta emergente de una indentación Vickers en un plano transversal de fémur bovino.

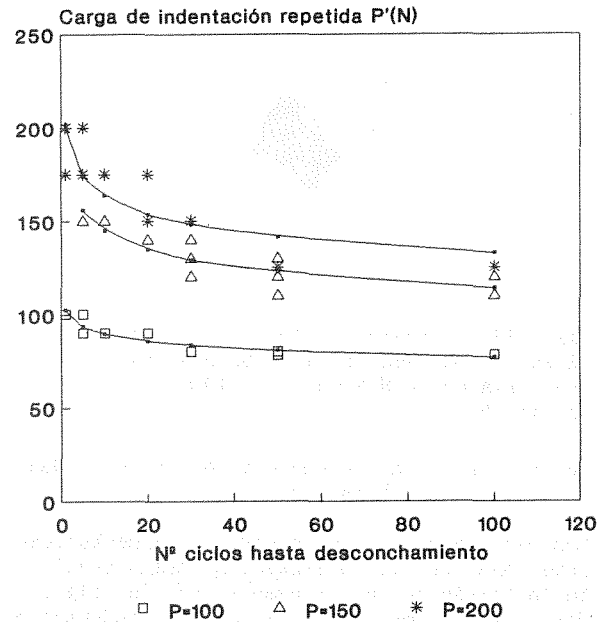


Fig. III Resultados de los ensayos de indentación repetida realizados en bulla timpánica de ballena.

Fig.II. Se observa también, que si el vértice no coincide con una lámina, la grieta se propaga progresivamente hasta orientarse con la microestructura. Este tipo de comportamiento ha sugerido que existe anisotropía en la propagación de las grietas y que por consiguiente debe considerarse que existe una tenacidad a la fractura en dirección radial distinta a una tenacidad a la fractura en dirección circunferencial. El cálculo de la tenacidad se ha hecho considerando este hecho, incluyendo así mismo, una tenacidad media. En los tres casos, los valores obtenidos son similares a los existentes en la literatura que oscilan entre 2.4 y 8 MPam<sup>1/2</sup> [11,12,13]. Se observa una tenacidad ligeramente superior en el sentido radial de la muestra lo que indica una mayor dificultad de la grieta a propagarse atravesando láminas y vasos sanguíneos orientados circularmente alrededor de la cavidad medular.

En bulla timpánica, las grietas emergen de los cuatro vértices y con longitudes similares. Los valores obtenidos son de 0.7, 0.8 y 0.7 MPam<sup>1/2</sup> en la sección transversal, radial y circunferencial respectivamente. Si bien no existen valores de tenacidad en bulla timpánica, los resultados obtenidos concuerdan con la isotropía del material.

La aplicación de dos modelos diferentes para la obtención de  $K_{Ic}$  tiene como objeto valorar la importancia de las variables que intervienen en cada caso. En el primer modelo, existen condiciones y limitaciones para la aplicación de la ecuación. En el segundo modelo  $K_{Ic}$  depende únicamente de H, E y  $\nu$ . La similitud de los resultados obtenidos demuestra que parámetros tales como longitud de la grieta y la carga aplicada no imponen

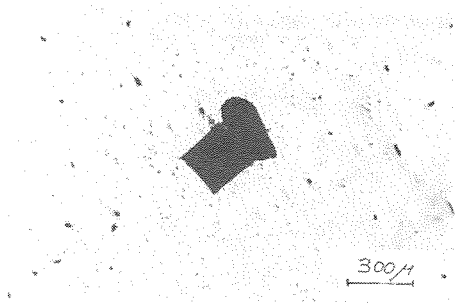


Fig. IV Micrografía óptica de una huella Vickers con desconchamiento realizada a una pre-carga de 100N y una  $P'$  de 100N (5 ciclos).

restricciones en la medición de la tenacidad a la fractura del hueso cortical.

Los resultados de los ensayos de indentaciones repetidas en la orientación transversal de bulla timpánica se presentan en la fig.III, donde el número de ciclos de indentación necesarios para producir desconchamiento, se relacionan con la carga de indentación repetida,  $P'$ , para distintos valores de pre-carga,  $P$ .  $P' = 76N$  representa el valor umbral o límite de fatiga por debajo del cual no se observa desconchamiento.

Se ha comprobado que las grietas radiales asociadas a la pre-indentación, no crecen durante los ensayos de indentación repetida. Esto confirma que las grietas laterales son conducidas a la superficie del material por efecto de la fatiga cíclica. La Fig.IV muestra una indentación de bulla timpánica realizada a una  $P = 100N$  y una  $P' = 100N$ . El desconchamiento apareció a los 5 ciclos.

Los ensayos realizados con distintas pre-cargas y posteriores cargas de indentación repetida sobre hueso cortical bovino, demuestran que no se produce desconchamiento

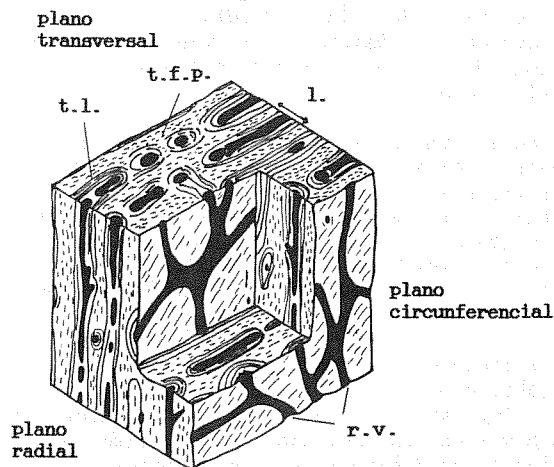


Fig. VI Esquema de hueso laminar. r.v.) red vascular; l.) lámina ósea; t.f.p.) tejido de fibras paralelas; t.l.) tejido lamelar.

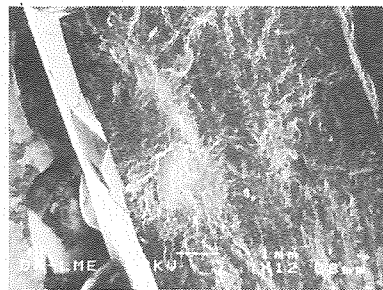


Fig. V Micrografía electrónica de barrido de una indentación realizada en un plano radial de hueso bovino.

en ninguna de las tres orientaciones. La microestructura anisotrópica del hueso cortical es la que debe explicar su especial comportamiento. La Fig.V muestra el perfil de una indentación en un plano radial de hueso bovino realizada a  $P = 3000N$  y  $P' = 3000N$ . Se observa el gran tamaño de la zona plástica así como las grietas radiales emergiendo de los vértices de la indentación y las grietas laterales apareciendo por debajo de la zona plástica. Sin embargo, su morfología es bien distinta a la descrita en materiales cerámicos. Las grietas laterales no parecen propagarse en forma de segmento circular hasta la superficie que sería lo que produciría el desconchamiento. Este comportamiento puede explicarse por la estructura laminar del hueso bovino. Del esquema de dicha microestructura en la Fig.VI, se observa la gran dificultad que tendrán las grietas laterales a propagarse al tener que cortar las láminas. Sin embargo, las grietas radiales y las grietas mediales pueden propagarse con mucha más facilidad entre láminas. Las grietas iniciadas en la orientación circunferencial tendrán enormes dificultades de propagarse ante una microestructura donde no existe una orientación predominante.

#### 4. AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo agradecen la financiación recibida de la CICYT a través del proyecto de investigación MAT89-0277.

#### 5. REFERENCIAS

- [1] Marshall, D.B. y Lawn, B.R. (1986) "Indentation of brittle materials", Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP 889. Eds. P.J.Blau y B.R.Lawn, American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- [2] Guiu, F., Reece, M.J. y Vaughan, D.A. (1991) "Cyclic fatigue of ceramics" J.Mat.Sci., 26, 3275-3286.
- [3] Cook, R.F. y Pharr, G.M. (1990) "Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics"

- J. Am. Ceram. Soc., **73(4)**, 787-817.
- [4] Reece, M. y Guiu, F. (1991) "Indentation fatigue of high-purity alumina in fluids environments" J. Am. Ceram. Soc., **74(1)**, 148-54.
- [5] Lawn, B.R., Evans, A.G. y Marshall, D.B. (1980) "Elastic/Plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system" J. Am. Ceram. Soc., **63(9-10)**, 574-581.
- [6] Marshall, D.B., Lawn, B.R. y Evans, A.G. (1982) "Elastic/Plastic indentation damage in ceramics: the lateral crack system" J. Am. Ceram. Soc., **65(11)**, 561-566.
- [7] Chantikul, P., Anstis, G.R., Lawn, B.R. y Marshall, D.B. (1981) "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I" J. Am. Ceram. Soc., **64(9)**, 533-38.
- [8] Liang, K.M., Orange, G. y Fantozzi, G. (1990) "Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials" J. Mat. Sci., **25**, 207-214.
- [9] Reece, M y Guiu, F., (1990) "Repeated indentation method for studying cycle fatigue in ceramics" J. Am. Ceram. Soc., **73(4)**, 1004-13.
- [10] Ontañón, M., Gil, F.J., Casinos, A., Guiu, F. y Planell J.A. (1991) "Evaluación de la tenacidad a la fractura y del módulo elástico de hueso cortical mediante técnicas de indentación" Anales de Mecánica de la Fractura, VIII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Santillana del Mar, 118-123. San Sebastián.
- [11] Wright, T.M. y Hayes, W.C. (1977) "Fracture mechanics parameters for compact bone-effects of density and specimen thickness" J. Biomechanics, **10**, 419-430.
- [12] Bonfield, W., Grynblas, M.D. y Young, R.J. (1978) "Crack velocity and the fracture of bone" J. Biomechanics, **11**, 473-479.
- [13] Moyle, D.D. y Gavens, A.J. (1986) "Fracture properties of bovine tibial bone" J. Biomechanics, **19(11)**, 919-927.

## ESTUDIO NUMERICO-EXPERIMENTAL DE LA FRACTURA DE MATERIALES OSEOS CON IMPLANTES

J.A. García, J.M. Martínez, Ch. K. Lau, C. Navarro, J. Planas  
y M. Elices

Departamento de Ciencia de Materiales  
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,  
Universidad Politécnica de Madrid.  
Ciudad Universitaria s/n, 28040-Madrid

**Resumen.** Este trabajo aborda la modelización numérica de los procesos de fractura ósea de distintos bioimplantes, realizados sobre cúbitos de conejo, con el fin de caracterizar las propiedades mecánicas del tejido óseo generado. Los resultados de la simulación permiten explicar y completar los resultados obtenidos experimentalmente, confirmándose así la validez del método de Elementos Finitos para el estudio de estos materiales.

**Abstract.** This paper deals with the numerical simulation of fracture process in rabbit ulnae bioimplants. The main goal is the characterization of the mechanical properties of the bone tissue which grows from the implant. Numerical results are able to explain and complete the experimental ones, assuming the validity of the Finite Element Method to analyze the mechanical behaviour of these biomaterials.

### 1. INTRODUCCION

En 1990 se emprendió un Proyecto de Investigación conjunto entre los Departamentos de Traumatología y Cirugía Ortopédica de la Ciudad Sanitaria La Paz, perteneciente a la Facultad de Medicina de la Universidad Autónoma de Madrid, y el de Ciencia de Materiales de la Universidad Politécnica de Madrid.

Este Proyecto tenía, como objetivo fundamental, la caracterización experimental del comportamiento de materiales óseos -concretamente cúbitos de conejo de 3 y 6 meses de edad- en los que se realizaron implantes de diferentes biomateriales, con el fin de cuantificar las diferencias biomecánicas, respecto al material óseo intacto, que estos bioimplantes generan.

El Proyecto, en lo que a su faceta mecánica se refiere, consta de varias fases: 1ª) Caracterización mecánica en un ensayo de torsión de huesos sin ningún tipo de alteración, denominados Casos de Control; 2ª) Caracterización mecánica, también a torsión, de huesos a los que se les

había realizado un implante de biomaterial, habiéndose regenerado el material óseo a su alrededor; y 3ª) Simulación numérica de todos los ensayos anteriores con objeto de explicar los diferentes tipos de comportamiento observados.

### 2. ESTUDIO EXPERIMENTAL

Para la realización de los ensayos mecánicos a torsión de este tipo de materiales, tuvo que ponerse a punto un dispositivo experimental que fué descrito en la VIII Reunión Anual del Grupo Español de Fractura [1].

En ese trabajo experimental se comprobó la repetitividad y fiabilidad del método de ensayo empleado. Para ello se ensayaron seis Casos Control correspondientes a conejos de 3 meses de edad. El máximo momento torsor resistido, así como el giro total relativo entre las secciones extremas de cada probeta (hueso ensayado), se observa en la Tabla 1.

TABLA 1

MUESTRA CONTROL	C7	C8	C9	C10	C11	C12	Valor Medio
MAXIMO MOMENTO TORSOR RESISTIDO (N/mm <sup>2</sup> )	494	502	542	494	483	538	509
GIRO MAXIMO (°)	14	13	13	15	12	13	13

Se observó, en los registros de los ensayos a torsión para cada uno de estos Casos Control, que la relación momento torsor aplicado-giro obtenido tenía una marcada dependencia lineal, lo que sugiere un comportamiento elástico-lineal hasta la rotura, de tipo frágil, del material óseo. A modo de ejemplo, en la Figura 1, se muestra el registro obtenido correspondiente al Caso Control 9 (C9).

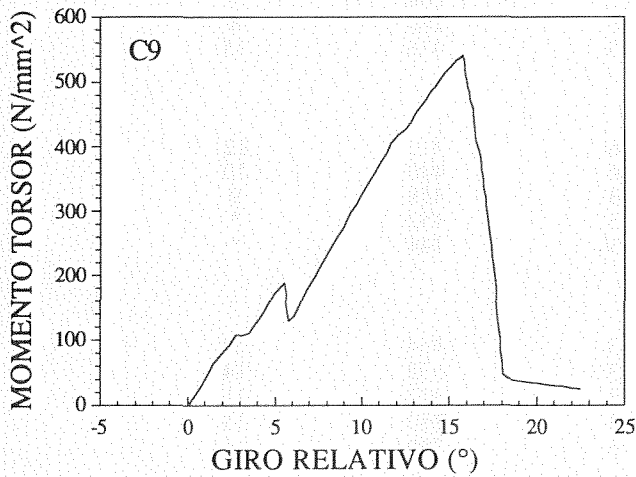


Figura 1

En una segunda fase se realizaron el mismo tipo de ensayo mecánico, pero empleando huesos con implantes de biomaterial. Estas muestras fueron realizadas de la siguiente manera: a) Extracción "in vivo" de un segmento de 20-22 milímetros de hueso cúbito; b) Reemplazamiento del segmento mediante el biomaterial escogido; c) Regeneración del material óseo en torno al implante, generalmente osteoinductor; y d) Extracción "post-mortem" del hueso cúbito en su totalidad.

Estas muestras se sumergieron en una disolución 0,6 % de HCl para eliminar los restos orgánicos adheridos al hueso. Posteriormente se conservaron a -20°C hasta el momento del ensayo.

Los biomateriales utilizados para los implantes pertenecen a tres grandes grupos bien diferenciados: a) Hueso de un animal de otra especie similar procedente de un banco de huesos (Heteroinjerto); b) Hueso de otro conejo de la misma raza (Aloinjerto); y c) Biomateriales sintéticos (Ostilit® y Pyrost®). A su vez, dentro del segundo grupo, habría que diferenciar entre aloinjerto descalcificado y sin descalcificar.

Los resultados de los ensayos mecánicos de torsión realizados sobre 19 muestras, con distintos tipos de bioimplantes, se recogen en la Tabla 2.

Varios ensayos, concretamente los indicados con (\*), no se han comportado como los de control. Es decir, no se ha

producido un crecimiento monótono del par hasta alcanzar el valor máximo y posteriormente una caída brusca. Estos ensayos anómalos se han caracterizado por una rotura progresiva. Tras el estudio anatómo-patológico que se llevó a cabo, se comprueba que las muestras de los casos denominados 13B y 3 sufren una infección patológica degenerativa. Los resultados de todos los ensayos no son tan repetitivos como los de la serie de control [1]. A modo de ejemplo se muestran en la Figura 2 los registros momento torsor-giro para los casos 1 y 14.

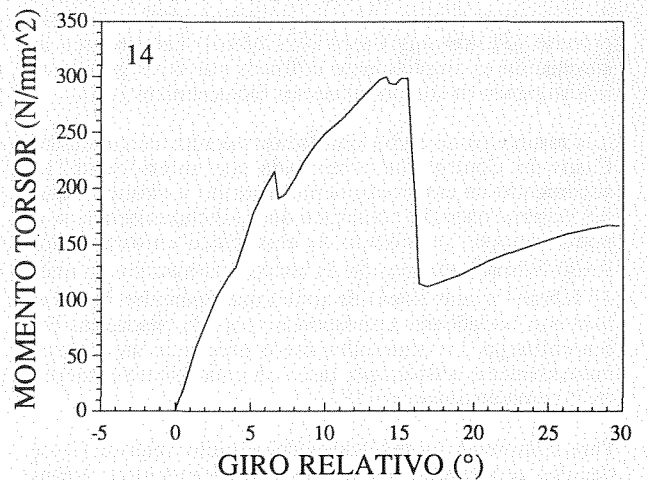
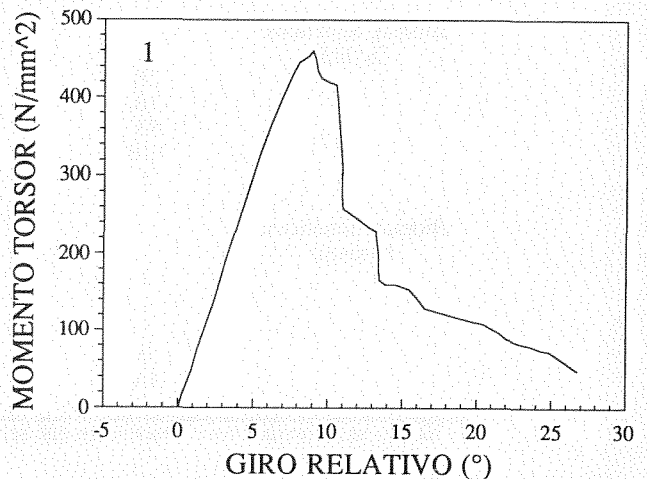


Figura 2

3. ESTUDIO NUMERICO

Con objeto de analizar más en profundidad los diferentes comportamientos observados en los ensayos a torsión de las muestras con implante, se decidió realizar una simulación numérica de los mismos.

TABLA 2

Clasificación	Muestra nº	Edad (meses)	Par Máximo (N•mm)	Giro (°)
Aloinjerto Descalcificado	01	3	128	15
	03	3	184	10
	61	3	180	10
	14	6	320	15
Aloinjerto sin Descalcificar	22	3	468	7
	43	3	624	10
Heteroinjerto	2	3	390	9
	02	3	280	8
	44	3	416	13
Biomat. Sintéticos: Ostilit®	2B	6	410	12
	3B	6	440	10
	5B	3	428	9
	13B	3	452	*
	3	3	144	*
Biomat. Sintéticos: Pyrost®	1	3	464	9
	4	3	532	14
	5	3	372	11
	38	3	380	13
	4A	6	760	16

- El giro se ha medido en el instante en que se alcanza el par máximo.

En un primer estudio se modelizaron, utilizando la técnica de Elementos Finitos [2] y un programa gráfico de post-proceso [3], los seis Casos de Control. Esta técnica de simulación es ampliamente utilizada por otros grupos de investigación en comportamientos biomecánicos [4,5].

Los resultados de dicha simulación para los denominados Casos de Control fué presentada con anterioridad [1], suponiendo un comportamiento isótropo y elástico-lineal del material óseo. Se comprobó que, a dicho material, se le podía suponer un módulo de elasticidad en torno a los 7.600 N/mm<sup>2</sup>, una tensión de rotura a la tracción de unos 45 N/mm<sup>2</sup> y unas líneas de rotura que coinciden bastante bien con las isóbaras correspondientes a la citada tensión. Sin embargo, los materiales óseos presentan un carácter marcadamente anisótropo, tanto en condiciones estáticas [6,7] como en dinámicas [8].

Para completar los resultados del estudio anterior [1] se decidió reprocesar los modelos de elementos finitos

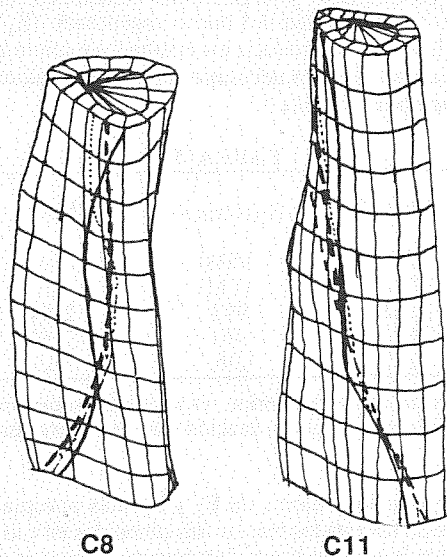
correspondientes a los Casos de Control C8, C9 y C11, puesto que el C8 y C11 correspondían a comportamientos extremos, mientras que el C9 correspondía a la media observada. El modelo del material supuesto era elástico transversalmente isótropo, tal como se sugiere en algunos trabajos [6,7]. El módulo de elasticidad en dirección transversal ( $E_T$ ) se supuso siempre igual a la mitad del correspondiente longitudinal ( $E_L$ ). Los valores de estos módulos, para que el giro obtenido de la simulación numérica fuera igual al experimental, toman los valores que se indican en la Tabla 3.

En la misma tabla se resumen también los valores del módulo de elasticidad ( $E$ ) en el caso del comportamiento isótropo. Se observa que, en esta última hipótesis, el módulo de elasticidad toma un valor intermedio entre los de  $E_L$  y  $E_T$  correspondientes al mismo caso.

TABLA 3

Caso de Control	$E_L$ (N/mm <sup>2</sup> )	$E_T$ (N/mm <sup>2</sup> )	$E$ (N/mm <sup>2</sup> )
C8	7.628	3.814	5.616
C9	9.206	4.603	8.174
C11	12.548	6.274	9.307
Valor Medio	9.794	4.897	7.699

Las tensiones de rotura, así como las correspondientes líneas de rotura, están muy próximas a las calculadas suponiendo un comportamiento isotrópico del material. En la Figura 3 se puede apreciar la circunstancia anterior para los casos C8 y C11.



--- Rotura Real.  
 — Rotura comportamiento isotrópico.  
 ..... Rotura comportamiento anisótropo.  
 Figura 3

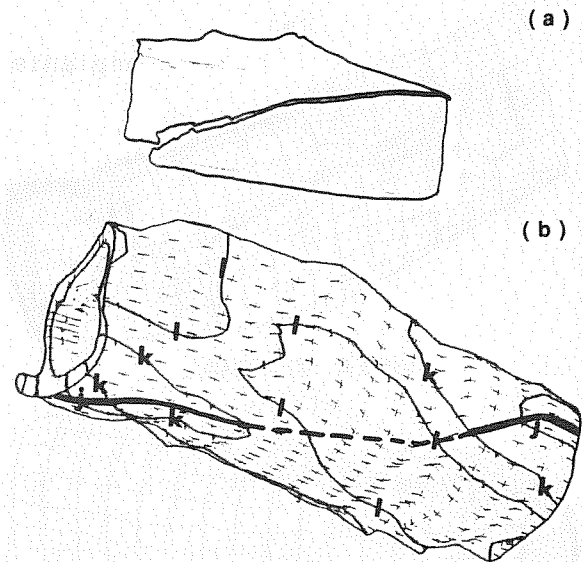
Por lo tanto, el comportamiento anisótropo del material no es causa suficiente que permita explicar la dispersión de las características elásticas del material óseo que ya se observó previamente [1].

Como en los casos de huesos con implante el número de incógnitas crece considerablemente, se decidió emplear modelos isotrópicos para los materiales intervinientes, si bien se consideraron diferentes propiedades según se tratara de hueso regenerado o del biomaterial empleado. Las técnicas empleadas para la obtención de la geometría del hueso están descritas en [1]. A continuación se describe brevemente los casos analizados y los resultados más interesantes.

a) Caso de Bioimplante de Aloinjerto descalcificado:

Dentro de este grupo se escogió el caso 14, puesto que presentaba una forma de rotura más clara que el resto del grupo, ya que, al corresponder a un conejo de 6 meses el material óseo está mejor regenerado. Se observó que el aloinjerto descalcificado había sido completamente reabsorbido para la generación del nuevo hueso, redistribuyéndose así el contenido mineral, quedando únicamente como residuo la médula. El resultado es, pues, un solo material. Para reproducir el valor experimental del giro fué necesario suponer que la materia ósea generada tenía un módulo de elasticidad de 2.980 N/mm<sup>2</sup>, que es 2,5 veces más pequeño que el valor medio obtenido para los casos de Control [1]. En la Figura 4 se recoge un esquema del hueso ensayado y de la forma de rotura del mismo (Figura 4 (a)) y las líneas de igual tensión principal de tracción obtenidas mediante la simulación numérica (Figura 4 (b)).

Se observa que las zonas en las que se producen las máximas tensiones de tracción (líneas j y k de la Figura 4(b)), se corresponde con el origen y extremo de la línea de rotura experimental. Puede estimarse en unos 25 N/mm<sup>2</sup> la



Rotura estimada ———  
 Líneas de isotensión  
 Nivel (N/mm<sup>2</sup>): j=25.0; k=16.5; l=8.0  
 Figura 4

máxima tensión de tracción que el material óseo regenerado es capaz de resistir. Dicho valor es del orden de la mitad del valor medio correspondiente al material óseo intacto [1].

b) Caso de Implante de Aloinjerto sin descalcificar:

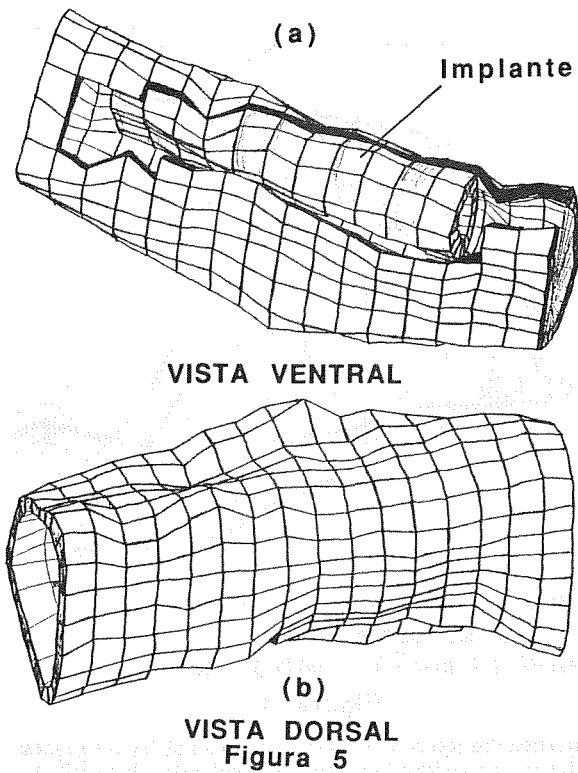
Dentro de este grupo se escogió para la simulación numérica, el caso 22, puesto que presentaba un comportamiento más alejado, en cuanto al giro se refiere, del observado en los Casos Control [1] que la otra muestra de este mismo grupo. La geometría de esta muestra es más complicada que la del caso de aloinjerto descalcificado como se muestra en la Figura 5. En ella se puede observar el injerto y el material óseo generado a su alrededor que no cubre al implante en su totalidad. La zona distal según el eje principal del hueso presenta menos rigidez a torsión que el resto, dado que se trata de una sección abierta sin injerto que la rigidez en su interior. Esta afirmación puede comprobarse a partir de los resultados obtenidos en la simulación numérica, que posibilita afirmar que, para reproducir los resultados experimentales (Par máximo - giro) es necesario suponer los módulos de elasticidad para el material óseo regenerado (E<sub>1</sub>) y para el implante (E<sub>2</sub>) que se recogen en la tabla 4, en la que se observa la escasa influencia del valor que tome E<sub>2</sub>, quedando así justificada la afirmación anterior.

TABLA 4

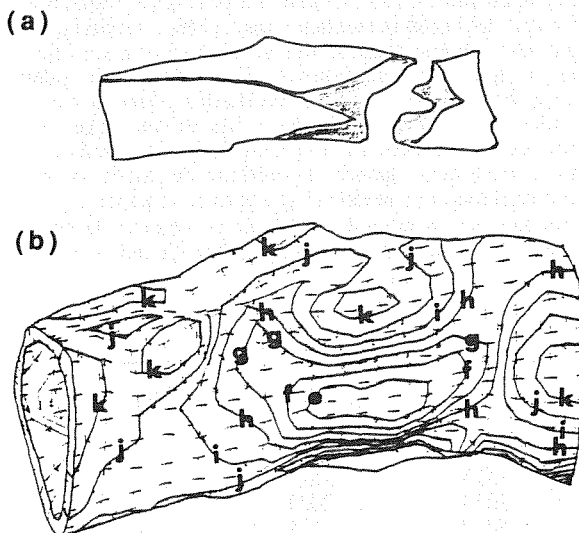
E <sub>1</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	E <sub>2</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	E <sub>1</sub> /E <sub>2</sub>
5309	10618	0,5
4675	4675	1
5078	2031	2,5
5427	705	7,7

El valor medio del módulo de elasticidad del material óseo regenerado en este caso es de 5.122 N/mm<sup>2</sup>, que resulta un 72% más elevado que el calculado para el aloinjerto descalcificado. Por tanto, este último tipo de injerto





provoca la creación de material óseo más flexible que el correspondiente de aloinjerto sin descalcificar. Debido a la disminución de la sección transversal en las proximidades del implante (ver zona de la derecha de la Figura 5 (a)) esta muestra rompe por cortante, como se puede apreciar en la Figura 6 en la que se ha dibujado esquemáticamente la rotura real observada en la muestra (Figura 6 (a)), así como las líneas de igual tensión tangencial (Figura 6 (b)). La máxima tensión tangencial alcanzada en la simulación fue 30,2 N/mm<sup>2</sup>.



Líneas de isotensión  
 Nivel (N/mm<sup>2</sup>): e=30.2; f=27.0; g=23.7;  
 h=20.4; i=17.1; j=14.0; k=10.6

Figura 6

c) Caso de Implante de Heteroinjerto:

Para la simulación numérica se escogió el caso 2, que corresponde a unos valores intermedios del momento torsor y del giro para este grupo. Se realizaron varios análisis de este caso para diferentes relaciones entre los módulos de elasticidad del hueso regenerado (E<sub>1</sub>) y del injerto (E<sub>2</sub>). Para reproducir los resultados experimentales (Par máximo - giro) es necesario suponer los valores E<sub>1</sub> y E<sub>2</sub> recogidos en la tabla 5.

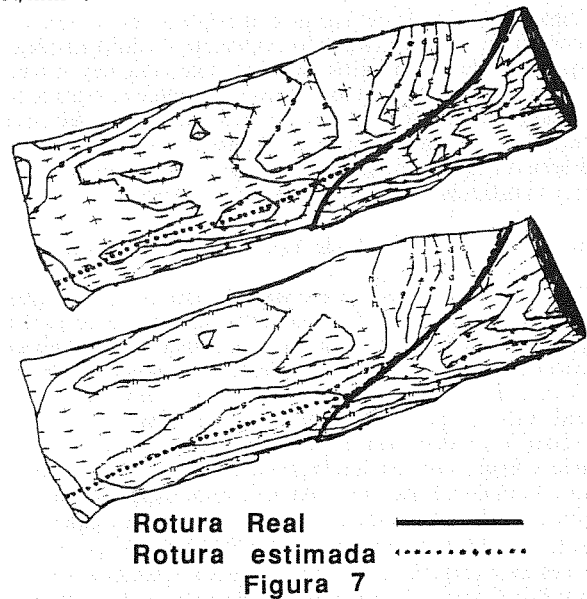
TABLA 5

E <sub>1</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	E <sub>2</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	E <sub>1</sub> /E <sub>2</sub>
789	1578	0,5
1711	1711	1
2522	993	2,54
3522	461	7,63
7322	96	76,3

A diferencia del caso anterior, no se puede asociar un valor a E<sub>1</sub> debido a la amplia variación que se observa en dicha tabla.

Para predecir los valores de E<sub>1</sub> y E<sub>2</sub> más apropiados se compararon los estados tensionales obtenidos en cada caso, con objeto de ver qué líneas de rotura en la simulación eran más parecidas a las obtenidas experimentalmente.

En la Figura 7 se recogen esquemáticamente las líneas de rotura en dos de estos casos, en los que la forma de rotura es muy semejante a la verdadera, y que suponen valores de E<sub>1</sub>/E<sub>2</sub> entre 1 y 2,54. Se puede concluir que, en este caso, el módulo de elasticidad del material óseo regenerado estará comprendido entre 1.711 y 2.522 N/mm<sup>2</sup>. La tensión de rotura a cortante en este caso lo estará entre 14 y 17 N/mm<sup>2</sup>.



d) Caso de implante de Ostitil®:

Como representante de este grupo se escogió el caso 3B. El Ostitil® fue ensayado a su recepción, tenía un módulo de elasticidad de 1.000 N/mm<sup>2</sup>. Al eliminar la resina utilizada para recomponer el hueso ensayado mecánicamente, utilizando Acetona, se eliminaron también los restos del implante. Para lograr la reproducción numérica del giro

conseguido en el ensayo es necesario suponer que el hueso regenerado tiene un módulo de elasticidad de 1.610 N/mm<sup>2</sup>

e) Caso de implante de PYROST®:

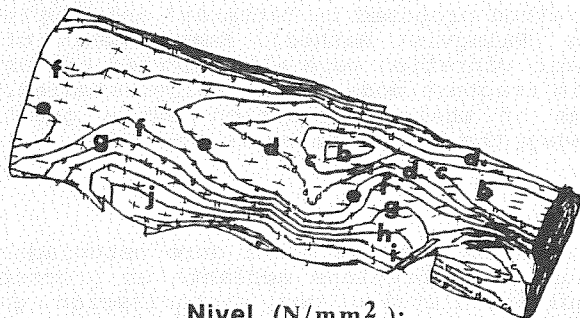
De este grupo se escogió el caso 1. Se observan en las muestras que el material óseo se genera no sólo alrededor del implante sino también a su través, gracias a la estructura trabecular del mismo.

Aunque el material del injerto, antes de emplearse, no presenta prácticamente rigidez alguna, una vez colocado en el animal la adquiere, siendo, por lo tanto, muy difícil asignar unas u otras propiedades a dicho material. Con objeto de cubrir un rango razonable de valores, se realizaron tres simulaciones numéricas, que reprodujeran los valores experimentales de par máximo-giro, y cuyos resultados se recogen en la tabla 6.

TABLA 6

E <sub>1</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	E <sub>2</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	E <sub>1</sub> /E <sub>2</sub>
1211	1211	1
1989	663	3
3367	443	7,6

En dichas simulaciones, utilizando el modelo que más se ajusta al resultado experimental, se ha podido comprobar que prácticamente no hay diferencias entre los módulos de elasticidad del periostio y el hueso interno; y que es necesario suponer un módulo de elasticidad del material de 1.211 N/mm<sup>2</sup> y una tensión de rotura de 10 N/mm<sup>2</sup> para que los resultados de la simulación coincidan con los experimentales. Las líneas de máxima tensión de tracción se muestran en la Figura 8.



Nivel (N/mm<sup>2</sup>):

b=11.0; c=10.0; d=9.5; e=8.6; f=7.8;  
g=7.0; h=6.2; i=5.5; j=4.6

Figura 8

Aparentemente, desde el punto de vista mecánico, este tipo de implante tiene un comportamiento a torsión peor que el resto de los utilizados, precisamente porque apenas hay diferencias entre el material interno y el externo.

4. CONCLUSIONES

Al igual que en el trabajo precedente [1], queda claro que el uso de la herramienta numérica empleada puede explicar los diferentes comportamientos observados.

De todos los tipos de implante estudiados se deduce que el módulo de elasticidad del material óseo que generan oscila entre 1.211 N/mm<sup>2</sup> (Pyrost®) y 5.122 N/mm<sup>2</sup> (Aloinjerto sin descalcificar), valores que quedan por debajo de 7.600

N/mm<sup>2</sup> que fué el valor medio para el material óseo intacto de los Casos de Control [1]. Aparentemente, pues, el material óseo generado alrededor de un implante es bastante más flexible que el correspondiente a hueso intacto, como resulta lógico.

También la tensión de rotura a tracción desciende, respecto a los 45 N/mm<sup>2</sup> obtenidos en el estudio de los casos de Control [1].

Dado que el hueso generado puede no cubrir en su totalidad el implante utilizado -por la reabsorción parcial o total del mismo-, pueden presentarse zonas más débiles dentro del periosteo, localizándose allí la rotura del material.

Queda pendiente de estudio un análisis microestructural del hueso, que permita dilucidar si las líneas de fractura generadas en los ensayos a torsión aprovechan los Canales de Havers y Volkmann; y un estudio histológico que permita analizar la importancia de zonas puntuales de actividad osteoclástica observada en el estudio anatómico-patológico.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a los Profesores Luis Munuera, Carlos Hernandez Gil y Ramón Pérez Blanco, por la ayuda prestada durante la elaboración de este trabajo, en particular por haber proporcionado las muestras, y por la valiosas sugerencias recibidas.

6. REFERENCIAS

[1] Navarro, C., Martínez, J.M., Lau, Ch.K., Planas, J. y Elices, M. "Aplicación del método de los elementos finitos al estudio de la rotura a torsión de biomateriales". Anales de Mecánica de la Fractura, Vol.8 (1991).

[2] Number Cruncher Microsystems Inc. "SAP86™: A Finite Element Program for Static and Dynamic Analysis of Linear Structural Systems" (1989).

[3] Structural Analysis, Inc. "mTAB\*POST: Post-processor for the IBM-PC and Compatible Micro-Computers" Release 4.0 (August, 1990)

[4] Edidin, A.A., Taylor, D.L. and Bartel, D.L. "Automatic assignment of bone moduli from CT Data: A 3-D Finite Element Study" Transactions of the 37th Annual Meeting of the Orthopaedic Reserch Society (1991).

[5] Lewis, C.G., Leone, D.J., Nowak, M.D., Davis, P.A. and Huang, S.J. " Experimental validation of tree dimensional Finite Element Analysis in total Hip Arthroplasty". Transactions of the 37th Annual Meeting of the Orthopaedic Reserch Society (1991).

[6] Ontañón, M., Gil, F.J., Casinos, A., Guiu, F. y Planell, J.A. "Evaluación de la tenacidad a la fractura y del Modulo Elástico de hueso cortical mediante técnicas de indentación" Anales de Mecánica de la Fractura, Vol.8 (1991).

[7] Sasaki, N., Ikawa, T. and Fukuda, A. "Orientation of mineral in bovine bone and the anisotropic mechanical properties of plexiform bone" J. Biomechanichs Vol 24, Nº 1 (1991) pp. 57-61.

[8] Tanabe, Y. Tanaka, S., Sakamoto, M., Hara, T., Takahashi, H. and Koga, Y. "Influence of Loading Rate on Anisotropy of Compact Bone" J. Physique IV, Vol.1, (October 1991).

## ESTUDIO DE LA TENACIDAD DE ALEACIONES DE METAL DURO.

J.M. Guilemany, I. Sanchiz, B.G. Mellor\*, N. Llorca.

Metal.lúrgia Física - Ciència dels Materials. Dpt. Enginyeria Química i Metal.lúrgia. Universitat de Barcelona. Martí i Franqués, 1. 08028 Barcelona. \*Engineering Materials. University of Southampton. England.

**Resumen.** El objetivo del presente trabajo es estudiar la tenacidad de aleaciones de metal duro de carburo de wolframio con fase metálica de cobalto-niquel-hierro (WC-Co-Ni-Fe) y compararlas con el metal duro tradicional, carburo de wolframio con fase metálica de cobalto (WC-Co). El método de trabajo utilizado ha sido tanto el método de trabajo a rotura "work of fracture" propuesto por Tattersal y Tapin, como el método de indentación (Metodo de Palmqvist). El estudio se ha completado con los resultados de dureza ( $HV_{30}$ ), módulo elástico obtenido mediante la técnica de ultrasonidos y el estudio fractográfico definiéndose el principal modo de rotura de las aleaciones estudiadas. Los resultados obtenidos se analizan en función de la composición de las aleaciones, observándose una importante mejora de la tenacidad de las aleaciones estudiadas (WC-Co-Ni-Fe) con respecto a las aleaciones de metal duro convencionales (WC-Co).

**Abstract.** The object of the present was to study the toughness of hard metal alloys based on tungsten carbide with a cobalt-nickel-iron binder phase (WC-Co-Ni-Fe) and compare the results with those of traditional hard metals (WC-Co). The technique used to assess toughness were the work of fracture method proposed by Tattersal and Tappin together with the Vickers indentation method (Palmqvist Method). Measurements of hardness ( $HV_{30}$ ) and elastic modulus by ultrasonic vibration were also carried out as was a fractographic study to ascertain the main fracture mode of the alloys studied. The results obtained are discussed in terms of their composition and a great improvement in toughness of the alloys noted when the binder phase is Co-Ni-Fe.

## 1. INTRODUCCION.

Los metales duros son por lo general aleaciones relativamente poco tenaces debido a la fragilidad de la fase carburo, que presentan una elongación inferior al 2% en ensayos de tensión [1]. Las aplicaciones principales del metal duro son como herramientas de corte, matrices y partes resistentes al desgaste y al choque, por lo que la fragilidad y tenacidad de las mismas es de considerable importancia. Según Chermant J.L. la tenacidad depende tanto del tamaño de grano de la partícula de los carburos de wolframio, como del contenido y composición de la fase metálica [2].

## 2. MATERIAL Y TECNICAS EXPERIMENTALES.

### 2.1. Material

Las aleaciones de metal duro estudiadas han sido obtenidas mediante un proceso pulvimetalúrgico con sinterización en fase líquida y compresión isostática en caliente (HIP). La composición de las mismas aparece en la Tabla 1, siendo las aleaciones A y B aleaciones cuya fase metálica está formada únicamente por cobalto y las aleaciones C y D aleaciones cuya fase metálica está formada por cobalto, níquel y hierro.

### 2.2. Dureza y módulo elástico dinámico.

La dureza de las aleaciones se ha medido por indentación Vickers con carga de 30 Kg-f siguiendo la norma ISO 3878-83.

El módulo elástico dinámico se ha determinado por ensayo sónico (no destructivo) utilizando la norma ISO 3312-1975(F) con un Equipo Elastomat-1015. Las probetas utilizadas tienen unas

Tabla 1. Composición química (% en peso) de las aleaciones de metal duro.

Aleación	WC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	Mo <sub>2</sub> C+Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	(TaNb)C	Co	Co+Ni+Fe
A	93.50	<0.4	-	-	6.00	-
B	74.00	-	-	1.00	25.00	-
C	92.00	-	1.00	-	-	7.00
D	70.00	-	2.00	-	-	28.00

dimensiones aproximadamente de 80mm x 9mm x 9 mm. La medida de resonancia por ondas longitudinales se utilizó para las probetas B y D. Debido a que las probetas A y C se hallaban fuera del rango recomendable de trabajo del equipo, se tuvo que determinar el módulo elástico dinámico con ondas transversales, para una buena reproducibilidad de los resultados. Mediante las fórmulas correspondientes [3] se obtiene el módulo elástico del material.

2.3. Tenacidad.

2.3.1. Método de trabajo a rotura "work of fracture".

Las probetas utilizadas para el ensayo de K<sub>IC</sub> tienen unas dimensiones de 100mm x 12mm x 12mm con una entalla de tipo triangular isósceles [4]. Dicha entalla fue introducida antes de sinterizar la probeta. Al sinterizar la probeta el vértice de la entalla se redondeó por lo que para hacer el vértice más agudo se retocó la entalla mediante electroerosión. La carga se aplica mediante tres puntos (rodillos de 10 mm de diámetro y 50 mm de longitud, dos de los cuales están fijos con una distancia de 80 mm entre los centros de ambos y el tercero en el medio de estos dos). Al aplicar la carga, en el vértice de la entalla la concentración de tensiones es tal que la grieta que dará lugar a la rotura de la probeta se inicia en este punto. Para la realización del ensayo se ha empleado una máquina Instron utilizándose la velocidad de carga mínima de 0.005 cm/min y una velocidad de registro de 2 cm/min. En el registro se recoge la carga P frente al tiempo o desplazamiento.

El trabajo a rotura se calcula a partir del área bajo la curva carga-desplazamiento dividido por el área de una de las caras de la superficie de rotura.

$$G_{IC} = \frac{\text{Area bajo curva } P-t}{\text{Area superficial de fractura}}$$

Este método permite determinar G<sub>IC</sub> y a partir de este se calcula el K<sub>IC</sub> según la ecuación:

$$K_{IC} = \sqrt{\frac{G_{IC} E}{1-\nu^2}}$$

siendo:

- E = módulo de Young (Pa)
- ν = coeficiente de Poisson = 0.22 para aleaciones de WC [5]
- G<sub>IC</sub> = trabajo de rotura (N/m or J/m<sup>2</sup>)
- K<sub>IC</sub> = tenacidad a rotura (N/m<sup>3/2</sup>)

2.3.2. Ensayo de Palmqvist.

El ensayo de Palmqvist [6] consiste en la determinación de la tenacidad a rotura mediante la medida de las grietas que se forman en los vértices de las huellas de dureza Vickers, utilizando distintas cargas por encima de la carga crítica para que se formen las grietas. Por ello este ensayo solamente será aplicable en aquellas aleaciones cuya dureza y fragilidad sea suficientemente alta como para que se formen estas grietas.

Este método requiere una cuidadosa preparación de la superficie para eliminar las posibles tensiones residuales existentes durante el mecanizado y que esta preparación sea idéntica en todas las aleaciones para que los resultados sean comparativos. En nuestro caso, la preparación se ha realizado desbastando sucesivamente las muestras con papeles abrasivos desde grano 180 a 600 hasta eliminar la capa de óxido de la superficie. Y a continuación un pulido de 3 minutos con paño de pulido de diamante de 6 μm y 3 minutos más con diamante de 1 μm. Las huellas se realizaron sobre la superficie pulida de la probeta con un durómetro Vickers standard utilizando cargas desde 5 a 120 Kg-f. Mediante un microdurómetro se miden las diagonales (2a) de las huellas de dureza y las longitudes de las grietas que aparecen en los vértices de las huellas (l), definiéndose c = a+l. Se han utilizado alrededor de 8 - 9 cargas por muestra y se han realizado 3 huellas por carga (24 - 27 huellas por muestra).

Una vez realizadas las huellas se determina la suma de las longitudes de las grietas por carga, representándose Σl frente a la carga P. A partir de la solución de mínimos cuadrados ponderados se calcula la pendiente (Σl/P) y la ordenada en el origen. Mediante la pendiente se determina la resistencia a la grieta Palmqvist (P/Σl) "Palmqvist crack resistance".

Existen varias fórmulas en la bibliografía [7], [8], [9], [10], [11] para calcular el  $K_{IC}$  a partir de las grietas producidas alrededor de la huella Vickers. Se ha publicado una recopilación de fórmulas [11] analizándose cuales se ajustan más a los resultados de  $K_{IC}$  determinados con técnicas convencionales para distintos materiales.

Para metales duros las fórmulas utilizadas son las de Shetty [5] y las de Evans [12], [13]. Liang [14] ha propuesto otra fórmula que también se ha utilizado en este caso; estas ecuaciones son las que se describen:

- Ecuación de Shetty.

$$K_{IC} = \beta (H \cdot W)^{1/2}$$

siendo:

$$\beta = \frac{1}{3 \cdot (1 - \nu^2) \cdot (2^{1/2} \cdot \pi \cdot \tan \theta)^{1/3}} \cdot \left[ \frac{\sin \theta}{\pi} \right]^{1/2}$$

- $\nu = 0.22$  para aleaciones de WC [15]
- $2\theta = 136^\circ$
- H = dureza Vickers (MN/m<sup>2</sup>)
- W = crack resistance = P/El (MN/m)
- l = longitud de grieta

- Ecuación de Evans.

$$K_{IC} = 0.4636 \left[ \frac{P}{a^{3/2}} \right] \left[ \frac{E}{H} \right]^{0.4} \cdot 10^F$$

siendo:

- F = -1.59 - 0.34 · B - 2.02 · B<sup>2</sup> + 11.23 · B<sup>3</sup> - 24.97 · B<sup>4</sup> + 16.32 · B<sup>5</sup>
- B = log (c/a)
- c = a + l (m)
- a = diagonal huella/2 (m)
- l = longitud grieta (m)
- E = módulo de Young (MN/m<sup>2</sup>)
- H = dureza Vickers (MN/m<sup>2</sup>)

- Ecuación de Liang.

$$K_{IC} = \frac{(c/a)^{(c/18 a)^{-1.51}}}{(H/E \Phi)^{0.4} \alpha} \cdot \frac{H a^{1/2}}{\Phi}$$

donde:

- c = a + l (m)
- a = diagonal huella/2 (m)
- H = dureza Vickers (MN/m<sup>2</sup>)
- Φ = factor ≈ 3
- E = módulo elástico (MN/m<sup>2</sup>)
- α = factor relacionado con el coeficiente de Poisson según:

$$\alpha = 14 \left[ 1 - 8 \left[ \frac{4 \nu - 0.5}{1 + \nu} \right]^4 \right]$$

$\nu = 0.22$  para aleaciones de WC [5].

### 3. RESULTADOS Y DISCUSION.

#### 3.1. Ensayos mecánicos.

Los resultados de dureza y módulo elástico dinámico se resumen en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados de dureza y módulo elástico dinámico.

Aleación	HV <sub>30</sub>	M.E.D. (GPa)
A	1600	674
B	870	453
C	1450	664
D	640	416

En comparación con la Tabla 1 puede observarse que tanto la dureza como el módulo elástico disminuyen al aumentar el contenido de la fase metálica, como era de esperar.

#### 3.1.1. Tenacidad.

Los resultados de tenacidad en MN/m<sup>3/2</sup> tanto por el método de trabajo a rotura como por el ensayo de Palmqvist se resumen en la Tabla 3.

Las probetas A y C, las de mayor contenido en WC y por lo tanto de mayor fragilidad, incluso utilizando la velocidad de carga mínima 0.005 cm/min rompían completamente a la carga máxima en una forma inestable. Las probetas B y C no rompían por completo a la carga máxima y

Tabla 3 a). Resultados de Tenacidad ("work of fracture").

Aleación	G <sub>IC</sub> (J/m <sup>2</sup> )	σ <sub>n-1</sub> /√n	K <sub>IC</sub> (MN/m <sup>3/2</sup> )	σ <sub>n-1</sub> /√n
A	(827)	42	(24.2)	0.6
B	1705	117	28.4	1.0
C	(602)	21	(20.5)	0.4
D	3842	363	40.9	1.9

Tabla 3 b). Resultados del Ensayo Palmqvist K<sub>IC</sub> (MN/m<sup>3/2</sup>).

Aleación	Shetty	Evans	Liang
C	12.0	13.6	13.6
A	11.9	13.7	12.7
B	30.8	15.9	22.9

su rotura era más estable. Así el área bajo la curva carga - desplazamiento da un trabajo de rotura verdadero para las aleaciones B y D y una sobrestimación de su valor verdadero para aleaciones A y C. Es por este motivo que los valores de  $G_{rc}$  y  $K_{rc}$  determinados por este método se encuentran entre paréntesis en la Tabla 3(a) para las aleaciones A y C.

Por otra parte, debido a la dureza y fragilidad necesarias para la determinación del  $K_{rc}$  por el método de Palmqvist, aunque el ensayo se haya intentado realizar en todas las aleaciones, únicamente se han podido obtener resultados fiables en los ensayos de las aleaciones A y C.

Las figuras 1 y 2 dan representaciones típicas de  $\Sigma l$  frente a la carga aplicada para las aleaciones A y C.

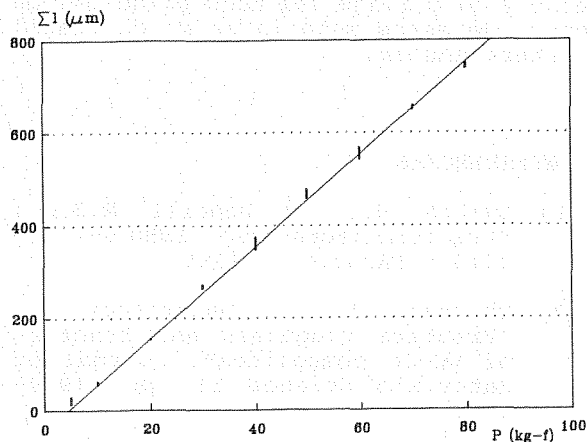


Figura 1. Representación  $\Sigma l(Y) - P(X)$  para la aleación A.

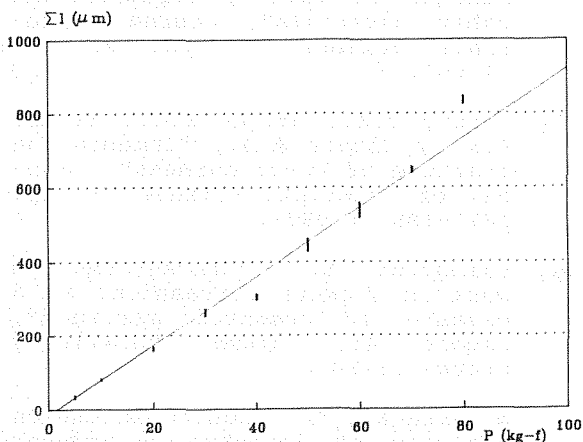


Figura 2. Representación  $\Sigma l(Y) - P(X)$  para la aleación C.

Aplicando las ecuaciones de Shetty, Liang y Evans se obtienen los resultados expresados en la Tabla 3 b). Puede observarse que los valores de  $K_{rc}$  para las aleaciones A y C son muy próximos. La desviación de valores obtenidos para una misma aleación con las distintas fórmulas es debida a los distintas aproximaciones utilizadas en la derivación de las mismas.

La alta dispersión que muestran los resultados del ensayo de Palmqvist (Tabla 3b) para la aleación B, es debido a que esta aleación con un 25% de fase metálica no tiene la fragilidad suficiente para que se formen grietas medibles a cargas bajas y por lo tanto la medida de las pequeñas grietas existentes es bastante imprecisa obteniéndose una alta desviación standard de las medidas y por lo tanto de los resultados.

Otra razón de las diferencias de resultados de una fórmula a otra es que estas fórmulas (Shetty, Liang, Evans) son válidas para comportamientos frágiles del material. Al producirse una deformación plástica, la fórmula no identifica exactamente el comportamiento del material. De ahí que la diferencia de resultados de una fórmula a otra sea mayor en el caso de la aleación de mayor tenacidad, en la que presente mayor deformación plástica, es decir en la aleación B.

### 3.2. Fractografía.

Se han estudiado al SEM las superficies de rotura de las probetas del ensayo a rotura ( $K_{rc}$ ) realizado sobre 3 puntos. Para ello se ha trabajado con un microscopio electrónico de barrido ISI SS60 con poder de resolución de 60 Å.

De la observación de las distintas probetas se deduce que el tipo de rotura principal es el frágil e intergranular (Figura 3). La grieta se propaga entre los granos dejando la fase cerámica con su aspecto facetado original. Esta rotura intercrystalina puede justificarse por la diferencia en propiedades que presentan los granos de WC (duros y frágiles) y la fase metálica (blanda y dúctil). Tal y como han estudiado distintos autores Almond [15], Dusza [16], Sobir [17] esta rotura intergranular se da tanto a través del límite WC/Co como WC/WC.

Además de la rotura explicada anteriormente también se observan WC rotos o agrietados, es decir que la grieta ha avanzado a través de ellos, dando lugar a la rotura frágil transgranular (Figura 4). En las facetas de los WC rotos transgranularmente se observan los escalones y los canales típicos de la rotura transgranular por clivaje. Tal y como demuestran Bhaumik y Upadhyaya

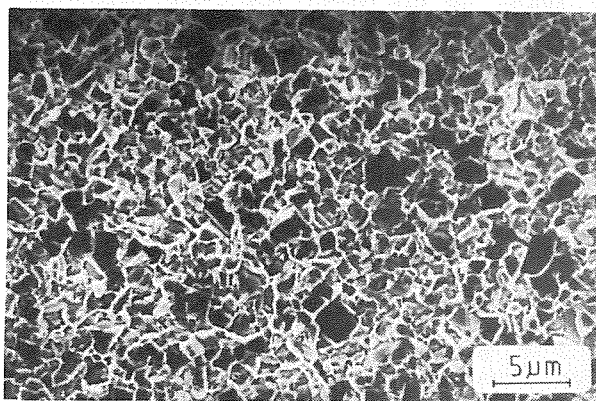


Figura 3. Fractografía de la Aleación C (SEM).

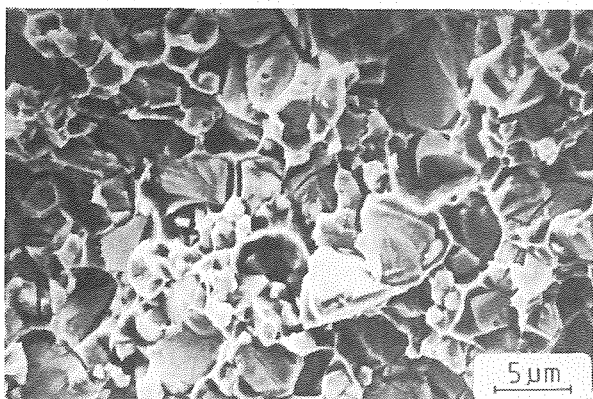


Figura 4. Fractografía de la Aleación D (SEM).

[17] la rotura transgranular por clivaje normalmente se da en los WC de mayor tamaño de grano. Por lo general, la tendencia del WC al clivaje aumenta al aumentar el tamaño de grano del WC y al aumentar el contenido de fase metálica. Asimismo en las zonas de mayor proporción de fase metálica, como consecuencia de la deformación plástica, la rotura es dúctil. Otro detalle a destacar son las grietas secundarias observadas.

#### 4. CONCLUSIONES.

- Dada la distinta naturaleza de las aleaciones ensayadas se ha constatado que para la determinación de la tenacidad, el método de trabajo a rotura es válido para las aleaciones de mayor tenacidad, es decir para las aleaciones B y D; mientras que el método de Palmqvist, lo es para las aleaciones de elevada dureza y fragilidad, las aleaciones A y C.

- La aleación D ( $K_{Ic} = 41 \text{ MN/m}^{3/2}$ ) es un 40% más tenaz que la aleación B ( $K_{Ic} = 28 \text{ MN/m}^{3/2}$ ), hecho que se atribuye a la composición de la fase metálica ya que la aleación D está constituida por una solución sólida de cobalto, níquel y hierro con estructura cúbica centrada en las caras (CCC) y la aleación B solamente contiene cobalto estabilizado tanto en la estructura cúbica centrada en las caras (CCC) como hexagonal compacta (HC).

- Las aleaciones A y C, de menor tenacidad que las B y D debido a su menor porcentaje de fase metálica, no presentan gran diferencia entre sus valores de  $K_{Ic}$  determinados por indentación. El efecto de la naturaleza de la fase metálica en la tenacidad de estas aleaciones A y C es mucho menos importante que el que presentan las aleaciones B y D, más tenaces.

- Aunque localmente en las zonas de mayor proporción de fase metálica exista rotura dúctil y en la fase cerámica pueda existir rotura frágil transgranular y de clivaje, el modo principal de rotura de estos materiales es el frágil e intergranular.

#### 5. REFERENCIAS.

- [1] Ewalds H.L. y Wanhill R.J.H., "Fracture mechanics", ISBN 0-7131-3515-8 (Arnold), (1986).
- [2] Chermant J.L. y Osterstock F., "Fracture toughness and fracture of WC-Co composites", Journal of Materials Science 11, pp. 1939-1951 (1976).
- [3] Institut Dr. Föster-Rentlingen, "Publicación interna".
- [4] Tattersal H.G. y Tappin G., "The work of fracture and its measurements in metals, ceramics and other materials", Journal Materials Science, 1, pp. 296-301 (1966).
- [5] Shetty D.K., Wright I.G., Mincer P.N. y Claver A.M., "Indentation fracture of WC-Co cermets", Journal of Materials Science 20, pp. 1873-1882 (1985).
- [6] Palmqvist S., "Crack-formation work in vickers impressions as a measure of cemented carbides", report 44, Powder Metallurgy Groups (1964).
- [7] Niihara K., "A fracture mechanics analysis of indentation induced Palmqvist crack in ceramics", Journal of Materials Science Letter, 2, pp. 221-223 (1983).

- [8] Laugier M.T., "The elastic/plastic indentation of ceramics", Journal of Materials Science Letter, 4, pp. 1539-1541 (1985).
- [9] Lank Ford J., "Indentation micro fracture in the Palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation", Journal of Materials Science Letter, 1, pp.493-495 (1982).
- [10] Niihara K., Morena R. y Hasselman D.P.H., "Indentation fracture toughness of brittle materials for Palmqvist cracks", Fracture Mechanics of Ceramics, 5 (1983).
- [11] Niihara K., Morena R. y Hasselman D.P.H., "Evaluation of  $K_{Ic}$  of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios", Journal of Materials Science Letter, 1, pp. 13-16 (1982).
- [12] Ponton C.B. y Rawlings R.D., "Vickers indentation fracture toughness test. Part 1 Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations", Materials Science and Technology, vol.5, pp.865-872, Sep. (1989).
- [13] Evans A.G. y Charles E.A., "Fracture toughness determinations by indentation", Journal of the American Ceramic Society - Discussions and Notes", pp. 371-372, Jul.-Aug. (1976).
- [14] Liang K.M., Orange G. y Fantozzi G., "Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials", Journal of Material Science 25, pp. 207-214 (1989).
- [15] Almond E.A., Proceedings of the International Conference on "Speciality Steels and hard Materials", S.Africa (1982).
- [16] Dusza J., Parilak L. y Slesar M., Ceramics International 13, pp.133-137 (1987).
- [17] Bhaumik S.K., Upadhyaya G.S. y Vaidya M.L., Prakt. Met. 28 (1991).

Esta investigación se ha realizado en colaboración con Bonastre S.A. a través de la ayuda recibida del CDTI y el Ministerio de Industria y Energia, en el Programa Nacional de Nuevos Materiales.



## FACTORES INFLUYENTES EN LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE SMCs

C. Rodríguez y F. J. Belzunce

Instituto Tecnológico de Materiales de Asturias  
Parque Tecnológico de Asturias. 33428 Llanera. Asturias

**Resumen.** Se ha llevado a cabo un programa experimental para comprobar la posible influencia de variables de ensayo tales como la longitud y agudeza de la entalla, el tamaño de la probeta, el tipo de ensayo y la fracción de fibra, en la tenacidad a la fractura de SMCs (sheet moulding compounds). La determinación de los parámetros de tenacidad se realizó en conformidad con el protocolo de Norma del Grupo Europeo de Fractura para la determinación de Kc y Gc en plásticos.

**Abstract.** An experimental program was carried out to evaluate the influence of test variables as the length and sharpness of the notch, size of specimen, type of test and fibre fraction on the fracture toughness of sheet moulding compounds. The fracture parameters were obtained in accordance with the testing protocol for determining Kc and Gc for plastics created by the European Group of Fracture.

## 1. INTRODUCCION

Los materiales plásticos reforzados con fibras son una de las familias de materiales que ha experimentado una mayor expansión industrial durante los últimos años. Este crecimiento se mantiene en la actualidad y previsiblemente continuará en el futuro próximo ya que son aun susceptibles de introducirse en nuevas y variadas aplicaciones. Este fuerte incremento productivo se ha basado fundamentalmente en el desarrollo de nuevos procesos de producción, cada vez más automatizados, que han posibilitado grandes aumentos de productividad. Uno de estos procesos es el SMC (sheet moulding compound), muy utilizado actualmente en la fabricación de paneles en el sector de la automoción, industria naval, construcción, etc. Se trata de materiales compuestos complejos, cuyos principales componentes son las resinas termoestables (poliesteres) reforzadas con cargas minerales ( $\text{CaCO}_3$  habitualmente) y fibras cortas de vidrio aleatoriamente distribuidas.

La expansión de la utilización de este tipo de materiales como elementos estructurales nos exige, no solo conocer sus propiedades y los factores que influyen sobre ellas, sino también disponer de métodos fiables para determinarlas. El objetivo de este trabajo es valorar la posible influencia que ejercen determinados parámetros sobre la tenacidad a fractura de los SMCs de cara a poder predecir con seguridad la tenacidad en servicio de los mismos.

## 2. MATERIALES: COMPOSICION Y PROPIEDADES.

Los materiales que se han utilizado en este trabajo han sido tres SMCs comerciales suministrados, en forma de placas de 400x300 mm. y 4 mm. de espesor, por Vetrotex España S.A. La tabla 1 presenta los componentes mayoritarios de los citados materiales. El contenido de resina se obtuvo a partir del ensayo de pérdida de peso por ignición (norma ASTM D2584).

	SMC 1	SMC 2	SMC3
Resina de poliester	24.6	35.3	28.1
Carga (CaCO <sub>3</sub> )	49.3	35.3	28.1
Fibra corta de vidrio (aleatoriamente distribuida)	26.1	29.4	43.8

**Tabla 1.** Composición de los materiales (% en peso)

Nótese que se han seleccionado los materiales a ensayar con el fin de abarcar variaciones razonables tanto en cuanto a la cantidad de resina como al porcentaje de fibra de vidrio.

La caracterización mecánica de los SMCs ha sido realizada mediante ensayos de tracción de probetas de 40 mm. de ancho, previa colaboración de galgas extensométricas longitudinales y transversales, con el fin de determinar el módulo elástico y el coeficiente de Poisson. La tabla 2 muestra los resultados obtenidos.

	SMC 1	SMC 2	SMC3
Módulo Elástico E (GPa)	13.1	12.9	14.5
Coefficiente de Poisson	0.27	0.29	0.29
Resistencia a la tracción. $\sigma_u$ (MPa)	92.0	111	166
Alargamiento a tracción. A(%)	1.50	1.50	1.70

**Tabla 2.** Propiedades mecánicas.

Queda así de manifiesto, como por otro lado es lógico, el incremento de la resistencia mecánica del material conforme aumenta el contenido de las fases de refuerzo.

**3. TENACIDAD A LA FRACTURA**

Los ensayos para la determinación de la tenacidad a la fractura han sido realizados siguiendo, en lo posible, las especificaciones del protocolo de norma para la determinación de Kc y Gc en plásticos, elaborado por el European Group of Fracture [1], ya que en un trabajo previo [2], se había demostrado la posibilidad de extender la aplicación del citado protocolo al caso de materiales compuestos heterogéneos quasi-isótropos, como los SMCs.

El tipo de ensayo utilizado ha sido el de flexión en tres puntos de probetas con una simple entalla lateral (SENB). Las probetas medían 75 mm. de longitud y 17 mm. de ancho, siendo la distancia entre apoyos igual a cuatro veces el ancho de la probeta, y su espesor, el nominal de la placa (B=4 mm). La longitud de la entalla lateral relativa al ancho, a/w, fue igual a 0.3. Estas se realizaron con la ayuda de un pequeño disco de diamante de 0.1 mm. de espesor, que nos ha permitido asegurar un extremo de entalla de radio

constante e igual a 0.06 mm.

Los ensayos han sido efectuados en una máquina servohidráulica MTS 810 bajo una velocidad de desplazamiento de las mordazas de 0.6 mm/min.

Sobre el registro gráfico de la fuerza aplicada en función del desplazamiento del pistón de la máquina es posible obtener, véase [1,2], el factor de intensidad de tensiones en el inicio del crecimiento de grieta, K<sub>Q</sub>, y el correspondiente a la carga máxima registrada, K<sub>max</sub>. La definición de la carga para la que tenía lugar el inicio del crecimiento de grieta se obtuvo previo cálculo de la flexibilidad, C, que suponía un crecimiento relativo de la grieta  $\Delta a/a$  del 2.5%, haciendo uso de la expresión:

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\phi}{(a / W)} \cdot \frac{\Delta C}{C} \tag{1}$$

$\phi$  es el factor de calibración, cuyo valor puede encontrarse en [1,2].

Igualmente, el anteriormente mencionado protocolo de norma [1] permite determinar la energía necesaria tanto para el inicio del crecimiento de grieta, G<sub>Q</sub>, como en el punto de inestabilidad (carga máxima), G<sub>max</sub>, a partir del área encerrada debajo de la curva registrada en el ensayo, U:

$$G = \frac{U}{BW \phi} \tag{2}$$

Los parámetros G nos permiten también realizar una nueva valoración de los factores críticos de intensidad de tensiones, K<sub>G</sub>, utilizando la conocida relación de la mecánica de la fractura elástica lineal en condiciones de tensión plana

$$K_G = (EG)^{1/2} \tag{3}$$

**4. FACTORES INFLUYENTES EN LA DETERMINACION DE LA TENACIDAD.**

En los últimos años se han realizado numerosos estudios en relación con el efecto que ejercen diferentes factores experimentales en los resultados de la tenacidad a fractura medida en este tipo de materiales [3,4,5]. Los resultados publicados son cuando menos confusos y en ciertos casos contradictorios. Por otro lado la importancia de conocer exactamente esta influencia es obvia, dado que normalmente debemos extrapolar el valor de la tenacidad que se le supone a una pieza moldeada sometida a las cargas de servicio, a partir del dato obtenido sobre pequeñas probetas ensayadas en el laboratorio en unas determinadas condiciones.

Los factores que a priori se estima podrían ejercer influencia sobre la tenacidad de estos materiales compuestos son:

- Tamaño de la entalla o grieta
- Agudeza de la entalla
- Geometría y dimensiones de la probeta de ensayo
- Solicitaciones durante el ensayo
- Fracción de fibra
- Velocidad de sollicitación
- Acción ambiental (p.e. absorción de agua).

En este trabajo se analizará el efecto de los cinco primeros

factores mencionados.

#### 4.1. Tamaño de la entalla o grieta

Con objeto de determinar la posible influencia del tamaño de la entalla mecanizada en la probeta sobre la tenacidad a la fractura medida en estos ensayos, se han repetido éstos sobre probetas con la misma geometría referida anteriormente, pero con relaciones de tamaño de entalla,  $a/w$ , variables entre 0.1 y 0.5.

La figura 1 muestra la variación de los factores de intensidad de tensiones correspondientes a la iniciación del crecimiento de grieta  $K_Q$ , y a la inestabilidad,  $K_{max}$ , en función del tamaño relativo de entalla practicado. Los resultados expuestos, correspondientes al SMC 2, muestran una cierta dispersión, por otro lado habitual en las propiedades mecánicas de estos materiales, alrededor de valores constantes de los parámetros críticos de fractura. La independencia de la tenacidad a la fractura en relación con el tamaño de la entalla ha sido asimismo verificada por otros investigadores [3,4].

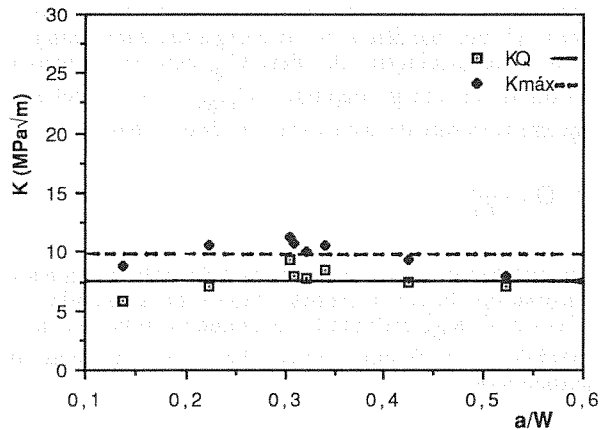


Figura 1. Variación de  $K_Q$  y  $K_{max}$  con el tamaño relativo de la entalla,  $a/W$  (SMC 2)

#### 4.2. Agudeza de la entalla

La influencia de la agudeza de la entalla practicada en la probeta objeto de ensayo se determinó mediante el mismo ensayo de flexión en tres puntos, comparando los resultados obtenidos con el procedimiento ya descrito anteriormente con los correspondientes a ensayos similares en los que la entalla se mecanizó con un disco de diamante de 0.5 mm. de espesor, que aseguraba un radio en su extremo constante e igual a 0.28 mm.

La tabla 3 muestra los resultados obtenidos con el SMC 3, que ponen de manifiesto la débil influencia de este parámetro. Estos resultados han sido corroborados por la observación de que en todos los casos, antes de alcanzarse en el ensayo la carga  $P_Q$ , que define según [1] el inicio del crecimiento de la grieta, ya se generaban y crecían grietas desde el frente de la entalla por lo que lógicamente la agudeza de ésta perdía su influencia. La figura 2 muestra una micrografía del frente de la entalla obtenida tras la aplicación de una carga igual al 70% de  $P_Q$ .

	INICIACION		INESTABILIDAD	
	$P=0.06$ (mm)	$P=0.28$ (mm)	$P=0.06$ (mm)	$P=0.28$ (mm)
$K$ (MPa√m)	11.1	11.2	15.3	13.9
$G$ (KJ/m <sup>2</sup> )	8.10	9.70	25.2	19.9
$K_G$ (MPa√m)	10.2	11.1	18.1	16.0

Tabla 3. Influencia de la agudeza del extremo de la entalla (SMC 3)



Figura 2. Aspecto del frente de entalla tras la aplicación de una carga igual al 70%  $P_Q$  (SMC 2)

#### 4.3. Tamaño de la probeta

Con el fin de comprobar si el tamaño de la probeta ejercía alguna influencia en los resultados de la tenacidad de los SMCs se realizaron ensayos de flexión en tres puntos sobre probetas de tamaño doble al nominal (148 mm. de longitud y 34 mm. de ancho).

La tabla 4 muestra los resultados obtenidos con el SMC 3. Dado que con los otros dos materiales se han obtenido resultados similares, consideramos que el tamaño de la probeta utilizada en el ensayo no afecta apreciablemente a la determinación de la tenacidad al ser siempre la diferencia observada entre los distintos parámetros de fractura inferior al 8%. Nuestros resultados han sido asimismo ratificados por otros investigadores [5,6].

	INICIACION		INESTABILIDAD	
	W=17 (mm)	W=33.6 (mm)	W=17 (mm)	W=33.6 (mm)
K (MPa√m)	12.9	13.9	16.0	16.9
G (KJ/m <sup>2</sup> )	10.1	12.0	21.1	14.5
K <sub>G</sub> (MPa√m)	12.1	12.5	17.5	17.9

Tabla 4. Influencia del ancho de la probeta (SMC 3)

4.4. Tipo de ensayo

La influencia del tipo de ensayo utilizado en la determinación de la tenacidad a la fractura del SMC se ha realizado comparando los resultados que habíamos obtenido en los ensayos de flexión con los calculados sobre probetas de doble entalla lateral (DEN) sometidas a tracción. Se emplearon en este caso probetas de 130 mm. de longitud y 30 mm. de ancho. El tamaño relativo de las entallas con relación al ancho, 2a/w, era igual a 0.5.

En el caso particular del SMC 1 se compararon los resultados obtenidos en ensayos de tracción realizados sobre probetas con una (SEN) y dos entallas (DEN). Las dimensiones de las probetas SENT utilizadas coincidían con las anteriormente descritas para las DENT salvo que en este caso la relación a/w era de 0.3.

Dado que el factor de calibración (fórmulas(1,2)) aplicable a estas dos últimas geometrías no aparece reflejado en el protocolo de norma de EGF, hubo de ser calculado a partir de su expresión general [7]

$$\phi = \frac{C}{dC / d(a / W)} \tag{4}$$

Operando a partir de esta expresión se obtienen para la probeta DENT:

$$\phi = \frac{Y^2(x) \cdot x \cdot dx}{Y^2(x) \cdot x} + \frac{L}{W} \cdot \frac{1}{Y^2(x) \cdot x} \tag{5}$$

x = a/W

y para la SENT:

$$\phi = \frac{Y^2(x) \cdot x \cdot dx}{Y^2(x) \cdot x} + \frac{L}{2W} \cdot \frac{1}{Y^2(x) \cdot x} \tag{6}$$

donde L es la longitud de la probeta, e Y(x) es el factor de forma de la geometría correspondiente:

DENT

$$Y(x)=1.98+0.36(a/W)-2.12(a/W)^2+3.42(a/W)^3 \tag{7}$$

SENT

$$Y(x)=1.99-0.41(a/W)+18.7(a/W)^2-38.48(a/W)^3+53.85(a/W)^4 \tag{8}$$

La tabla 5 expone los resultados que se han obtenido con el SMC 1 y SMC 2. Queda de este modo de manifiesto que, al menos en estos ensayos, el tipo de sollicitación no influye en los resultados de la tenacidad.

	INICIACION		INESTABILIDAD	
	SEN	DEN	SEN	DEN
SMC 1 K (MPa√m)	6.7	5.4	13.9	13.7
SMC 2 K (MPa√m)	8.0	7.1	10.1	10.1

Tabla 5. Influencia del tipo de ensayo.

4.5. Fracción de fibra

Aunque es un hecho ya bien contrastado que el aumento del porcentaje de fibra incrementa la tenacidad a la fractura de los compuestos de matriz termoestable, hemos aprovechado también esta serie de ensayos para valorar la influencia de este importante parámetro en el caso concreto del SMC, dado que como se reflejaba en la tabla 1 la fracción de fibra aumentaba progresivamente desde el SMC 1 hasta el SMC 3.

La figura 3 muestra el aumento lineal de la tenacidad con la fracción de fibra, justificado en virtud de los modelos micromecánicos de fractura, que predicen que el consumo energético debido a los mecanismos de despegue fibra-matriz y de arranque de fibras (pull out) son directamente proporcionales a la fracción de fibra. Dado que, como se ha reflejado en la tabla 2, la resistencia mecánica del SMC aumenta con la fracción de fibra, es este el método idóneo para lograr simultáneamente un incremento de la resistencia mecánica y la tenacidad.

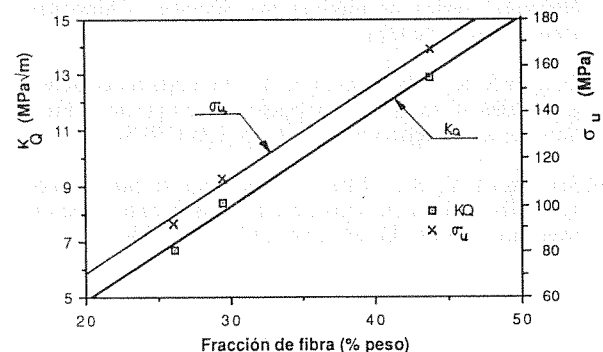


Figura 3. Influencia de la fracción de fibra en la tenacidad

5. CONCLUSIONES

Este trabajo ha vuelto a poner de manifiesto la adecuación



PROPAGACION DE GRIETAS POR FATIGA EN CEMENTOS OSEOS  
ACRILICOS BAJO CONDICIONES FISIOLÓGICAS

M.M. Vila y J.A. Planell

Depto. de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica  
 Universidad Politécnica de Cataluña. E.T.S. Ingenieros Industriales Barcelona.  
 Avda. Diagonal, 647, 08028-BARCELONA

**Resumen.** El cemento óseo es un material basado en polimetilmetacrilato utilizado para la fijación de prótesis ortopédicas. Su baja tenacidad a la fractura y resistencia a fatiga le confieren una vida en servicio relativamente corta. Ello conduce a la necesidad de mejorar el comportamiento mecánico y en especial de obtener un cemento óseo más tenaz. En este trabajo se presenta un cemento óseo acrílico modificado con partículas elastoméricas, en concreto ABS. Se ha estudiado la propagación de grietas por fatiga en el cemento óseo convencional y en el modificado. Así mismo se ha analizado la influencia del medio fisiológico y de la temperatura realizándose ensayos de propagación de grietas en solución salina a 37 °C. Se observa que tanto la conservación en medio fisiológico como la modificación con ABS reduce sustancialmente la velocidad de propagación de la grieta y su efecto combinado produce una disminución de la misma hasta de cuatro órdenes de magnitud respecto al cemento convencional.

**Abstract.** Bone cements are polymethylmethacrylate (PMMA) based materials used for the anchorage of joint prostheses to bone. Their failure in service is usually explained by their low fracture toughness and fatigue endurance. This leads to the need of improving their mechanical properties and more specifically their fracture toughness. A new acrylic bone cement modified with ABS particles is presented in this investigation. The fatigue crack propagation behaviour of conventional and modified bone cement has been studied. Fatigue crack propagation tests in saline solution at 37 °C have been carried out in order to assess the effect of physiological environment and temperature. It has been shown that the physiological environment and the ABS modification reduce substantially the fatigue crack propagation rate and that their combined effect reduces it four orders of magnitude in relation to that of conventional bone cement.

## 1. INTRODUCCION

El material utilizado para la cementación de prótesis ortopédicas, el cemento óseo acrílico, es el resultado de la mezcla de polimetilmetacrilato (PMMA), en polvo, metilmetacrilato (MMA), líquido, y un agente iniciador de radicales libres [1]. La mezcla de dichos componentes da lugar a una reacción de polimerización de la que resulta un material que puede tratarse como un composite de matriz rígida. Es frecuente obtener unos valores de la resistencia a la tracción y de la tenacidad a la fractura muy bajos, con frecuencia, menores incluso que los de un polímero cristalino, o, en el mejor de los casos, ligeramente superiores. Uno de los problemas que se presentan es que la tenacidad de tales materiales depende en gran parte de la técnica de fabricación, la cual es difícil de optimizar bajo las condiciones habituales de trabajo, esto es en el protocolo quirúrgico. Se cree, por otra parte, que la resistencia a fatiga de estos materiales está

relacionada con su tenacidad a fractura, [2,3] los valores relativamente bajos de tenacidad y de la resistencia a fatiga son, sin duda, responsables de la corta vida en servicio de los cementos óseos.

En los pocos estudios realizados sobre la propagación de grietas por fatiga [4,5] se observa que dicha propagación obedece la ley de Paris:

$$da/dN = A (\Delta K_I)^n \quad (1)$$

donde  $da/dN$  es la velocidad de crecimiento de la grieta, siendo  $a$  su longitud y  $N$  el número de ciclos;  $\Delta K_I$ , la amplitud del factor de intensidad de tensiones ( $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ ) y  $A, n$  son constantes que dependen del material, de las condiciones ambientales, de la frecuencia, de la temperatura y de la relación de cargas. Asimismo se pone de manifiesto el efecto de la microestructura sobre la velocidad de propagación.

La mayoría de los trabajos, sin embargo, se refieren a la resistencia a la fatiga, dentro de estudios más amplios sobre propiedades mecánicas [6-8]. Existe coincidencia entre diferentes autores en encontrar una resistencia a fatiga a  $10^8$  ciclos entre 10 y 20 MPa, a partir de las correspondientes curvas S-N determinadas a frecuencias entre 1 y 30 Hz. El examen de las mismas curvas S-N obtenidas indica que la vida a fatiga es mayor en las muestras ensayadas en solución salina a 37 °C que en las ensayadas al aire a temperatura ambiente.

Las técnicas empleadas hasta la fecha para mejorar las propiedades mecánicas del material han consistido fundamentalmente en reforzar el cemento óseo mediante fibras de carbono [9-11] o mediante partículas de hidroxapatita [12]. En ambos casos se consigue un aumento considerable del módulo elástico y parece incrementarse la resistencia a la fatiga pero no la tenacidad a la fractura. Recientemente se ha reforzado el cemento óseo acrílico con partículas tenaces elastoméricas [13,14], los estudios realizados muestran que aunque disminuye el módulo elástico y la resistencia a la tracción, se mejora sustancialmente la tenacidad a la fractura del material.

El presente trabajo analiza la influencia del refuerzo elastomérico en la propagación de grietas por fatiga en los cementos óseos. Para ello se lleva a cabo un estudio con material convencional y con material modificado con un 10% en volumen de partículas de refuerzo, consistentes en el copolímero acrilonitrilo-butadieno-estireno, ABS. Se estudia asimismo el efecto de las condiciones fisiológicas utilizando paralelamente los mismos cementos óseos conservados en solución salina a 37 °C y ensayándolos en las mismas condiciones.

## 2. MATERIALES Y METODO EXPERIMENTAL

Se ha utilizado cemento óseo acrílico Rostal suministrado por Industrias Quirúrgicas de Levante S.A. en forma de dosis quirúrgicas de 40 g de PMMA en polvo y 20 ml de MMA líquido. El cemento óseo convencional se obtuvo mezclando ambos componentes hasta obtener una masa pastosa con la cual se moldearon probetas C.T. según las especificaciones de la norma ASTM E-399 de dimensiones  $B = 6$  mm,  $W = 23$  mm y longitud de la entalla  $a = 11,35$  mm. El fondo de la entalla se hizo agudo mediante un bisturí tal como recomienda para polímeros el European Group on Fracture [15].

Paralelamente se elaboró el material modificado siguiendo el mismo procedimiento previa adición a la mezcla inicial de un 10% en volumen de partículas de ABS y la cantidad correspondiente de monómero para mantener la proporción 2:1 de polvo a líquido.

La mitad de las probetas, tanto de 0% como de 10% de ABS, se conservaron en solución salina a una temperatura constante de  $37 \pm 1$  °C durante 12 meses. Estas probetas las denominaremos 0-s y 10-s.

Todos los ensayos se han realizado en una máquina electromecánica Instron en modo de control de carga a una frecuencia de 2 Hz aplicando cargas cíclicas tracción-tracción y una relación de carga  $R=0,5$ . El cemento óseo convencional (0%) se ha ensayado con una carga media de 60 N y una amplitud de carga de  $\pm 20$  N y el cemento óseo modificado (10%) se ha ensayado con una carga media de 82,5 N y una amplitud de carga de  $\pm 27,5$  N. Las probetas conservadas en solución salina se han ensayado en condiciones fisiológicas a 37 °C en el interior de un recipiente diseñado para tal fin y por el que circula de forma continua suero salino a la temperatura indicada. El material 0-s se ha ensayado con una carga media de 82,5 N y una amplitud de carga de  $\pm 27,5$  N y el modificado, 10-s, con una carga media de 105 N y una amplitud de carga de  $\pm 35$  N.

Se ha medido experimentalmente la longitud de la grieta,  $a$ , frente al número de ciclos,  $N$ , con objeto de obtener para cada valor de  $a$  la velocidad de propagación de la grieta expresado por  $da/dN$  y correlacionarlo con  $\Delta K_I$  tal como predice la ley de Paris (ecuación (1)).

Las superficies de fractura se han estudiado mediante microscopía electrónica de barrido.

## 3. RESULTADOS

A partir de los valores de  $a$  y  $N$  obtenidos experimentalmente se ha evaluado la velocidad de propagación de la grieta  $da/dN$  para distintas longitudes de la misma. Para estos mismos valores de  $a$  se ha calculado el rango del factor de intensidad de tensiones  $\Delta K_I$  de acuerdo con la norma ASTM E-399 para probetas C.T. a partir de la expresión:

$$\Delta K_I = f(a/W) \Delta P / BW^{1/2} \quad (2)$$

donde  $\Delta P$  es el rango de cargas aplicadas,  $B$  y  $W$  son el espesor y la anchura de la probeta respectivamente y  $f(a/W)$  es un factor geométrico cuya expresión es:

$$f(a/W) = \frac{(2+a/W)}{(1-a/W)^{3/2}} [0,886 + 4,64(a/W) - 13,32(a/W)^2 + 14,72(a/W)^3 - 5,6(a/W)^4]$$

Para cada tipo de material se representó gráficamente  $da/dN$  frente  $\Delta K_I$  en escala logarítmica. Se observa en la gráfica de la figura 1 que los valores experimentales se ajustan a una recta para cada tipo de cemento. La expresión matemática de dicha recta viene dada por la ecuación de Paris a partir de la cual se calculan los coeficientes  $A$  y  $n$  para cada material que se muestran en la Tabla I. A partir de ellos se observa cómo la tasa de la velocidad de propagación de la grieta,  $n$ , es muy similar en todos los casos.

El hecho más significativo es, sin embargo la diferencia de velocidad de propagación que se observa entre unos y otros: el cemento convencional ensayado en seco posee la velocidad de propagación más alta mientras que el cemento modificado y conservado en solución salina (10-s) es el que se propaga más lentamente. En general, se observa que tanto la modificación con ABS como las condiciones fisiológicas son los factores que retardan el crecimiento de la grieta. Este efecto se traduce además en dos hechos: en primer lugar, el valor del factor de intensidad de tensiones umbral,  $AK_{th}$ , aumenta en el mismo sentido que la velocidad de propagación decrece obteniéndose valores entre 0,4 MPa en el caso de 0% en seco y 0,7 MPa para 10-s. En segundo lugar, se aprecia también que se alcanzan longitudes de grieta mayores en propagación estable al aumentar la modificación y en presencia de condiciones salinas.

Las superficies de fractura por fatiga han sido estudiadas por microscopía electrónica de barrido. Las figuras 2 a 5 muestran detalles de la matriz de los cementos óseos estudiados. Estas micrografías han sido tomadas a 4000 aumentos. La grieta se propaga de izquierda a derecha.

La figura 2 corresponde al cemento óseo convencional (0% ABS) en seco. Se observa un cierto desgarro dúctil y multitud de cavidades donde se alojan las partículas de sulfato de bario, la fractura es más frágil alrededor de estos poros. La figura 3 muestra la matriz del cemento óseo modificado con 10% ABS y ensayado en seco, se aprecia un mayor grado de ductilidad y una superficie menos plana que en

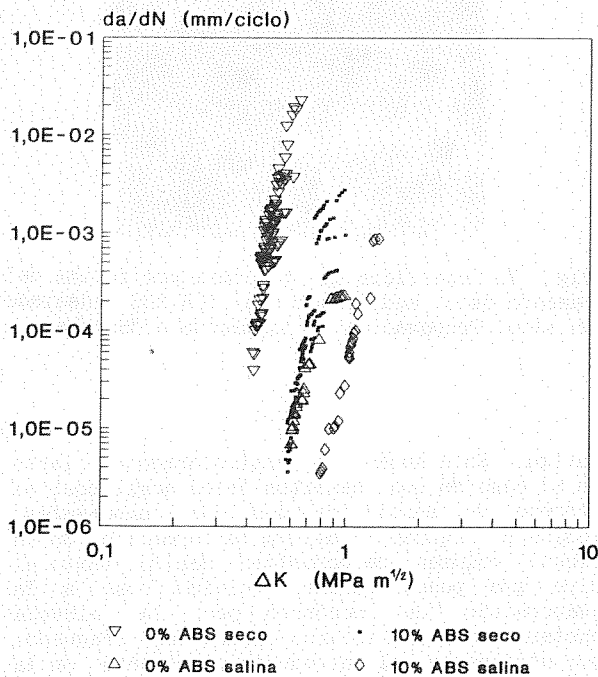


Fig. 1. Representación de  $da/dN$  frente a  $\Delta K_I$  para los cuatro cementos óseos estudiados.

Tabla I. Coeficientes de la ecuación de Paris para cada uno de los cementos óseos estudiados.

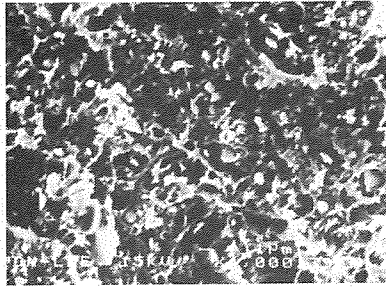
MATERIAL	A	n
0% seco	2,827205	10,959469
10% seco	0,003846	9,6421340
0% salina	0,000298	6,3571360
10% salina	0,000036	10,831559

la micrografía anterior; además de los poros inducidos por el sulfato de bario, existen otros, mucho más pequeños, que quizá corresponden a las posiciones ocupadas por las partículas de ABS pues es un hecho común en todos los materiales modificados. En la parte superior derecha se puede observar un fragmento de una partícula de PMMA, debe hacerse notar el alto grado de adhesión con la matriz. La figura 4 muestra el detalle de la matriz de material no modificado (0% ABS) mantenido y ensayado en seco y en condiciones fisiológicas, en este caso se observan menos poros y más grandes quizá debido a coalescencia producida en el desgarro de la matriz, se aprecian cúpulas más grandes lo cual le confiere un aspecto más dúctil. La parte derecha corresponde a un fragmento de partícula de PMMA y se aprecia también la buena adhesión con la matriz. En la figura 5 se muestra el cemento óseo modificado (10% ABS) conservado y ensayado en solución salina, el aspecto es mucho más dúctil, la matriz se ve severamente desgarrada y los poros aparecen muy distorsionados de modo que las partículas de sulfato de bario no se encuentran en el interior de ellos como en los casos anteriores sino dispersas por la matriz; la parte inferior derecha muestra una porción de partícula de PMMA que como en el resto de materiales aparece fuertemente cohesionada con la matriz.

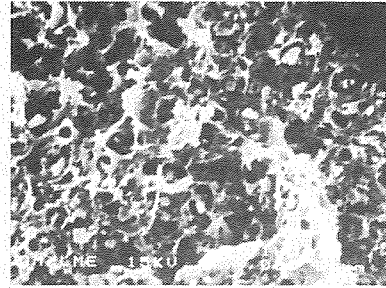
Las figuras 6 y 7 corresponden a superficies de fractura por fatiga del cemento óseo convencional (0% ABS) y cemento óseo modificado (10% ABS) respectivamente, ambas ensayadas en seco.

Las micrografías se han obtenido a 400 aumentos y en ellas la propagación discurre de izquierda a derecha. En la figura 6 se observa una propagación bastante plana seccionando las bolas de PMMA a distintos niveles en contraste con la figura 7 en que se observa como la propagación de la grieta es más sensible a la microestructura y avanza siguiendo el contorno de algunas partículas, que aparecen recubiertas de matriz, por lo que la superficie de fractura no es tan plana, en otros casos el frente de grieta secciona en un sólo plano algunas partículas de PMMA. La observación de estas dos micrografías sugiere un comportamiento más dúctil del material reforzado con ABS (figura 7).

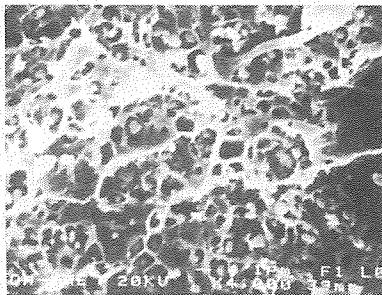




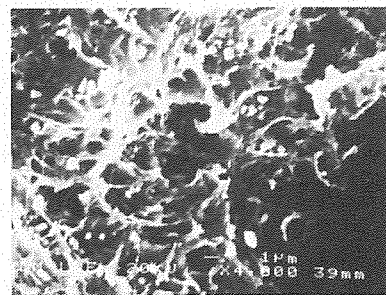
**Fig. 2.** Superficie de fractura por fatiga del cemento óseo convencional ensayado en seco. Detalle de la matriz. Propagación de izquierda a derecha.



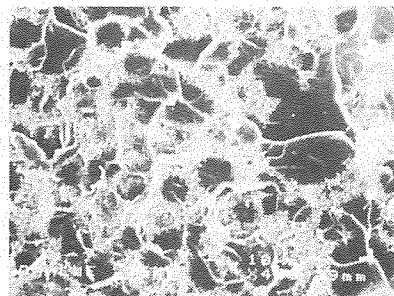
**Fig. 3.** Superficie de fractura por fatiga del cemento óseo modificado con 10% ABS ensayado en seco. Detalle de la matriz. Propagación de izquierda a derecha.



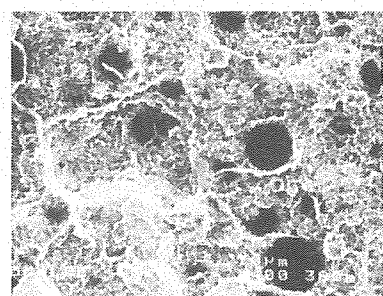
**Fig. 4.** Superficie de fractura por fatiga del cemento óseo convencional ensayado en solución salina. Detalle de la matriz. Propagación de izquierda a derecha.



**Fig. 5.** Superficie de fractura por fatiga del cemento óseo modificado con 10% ABS ensayado en solución salina. Detalle de la matriz. Propagación de izquierda a derecha.



**Fig. 6.** Superficie de fractura por fatiga del cemento óseo convencional ensayado en seco. Propagación de izquierda a derecha.



**Fig. 7.** Superficie de fractura por fatiga del cemento óseo modificado con 10% ABS ensayado en seco. Propagación de izquierda a derecha.

#### 4. DISCUSION

El comportamiento a fatiga de muchos polímeros reforzados ha sido objeto de estudio en numerosas ocasiones [16]. En la mayoría de estos estudios se hace mayor hincapié en el mecanismo de propagación de la grieta que en su iniciación. La razón está en que, por lo general, la condición de vida en servicio más relevante viene dada por la propagación de grietas ya existentes, (en forma de poros, defectos superficiales, grietas de poco tamaño, etc) debido a solicitaciones de naturaleza cíclica a que se ve sometido el material y que pueden dar lugar a fractura por

fatiga. Este hecho es particularmente cierto en el caso de los cementos óseos acrílicos: el proceso de mezcla de los dos componentes, sólido y líquido, conlleva la formación de un cierto volumen de porosidad debido tanto al aire que puede quedar ocluido como a la evaporación de monómero por la elevada exotermia que se alcanza durante el fraguado; por otra parte al introducir el cemento en la cavidad femoral se crean defectos superficiales en la intercara con el hueso debido a las imperfecciones y rugosidades de la superficie ósea que se traducen en pequeñas cavidades en dicha intercara [17].

Es por todo ello que el verdadero estudio del comportamiento a fatiga de los cementos óseos debe centrarse en la propagación de la grieta. Tal como se ha dicho anteriormente, el cemento óseo acrílico consiste en pequeñas partículas esféricas de PMMA y un 10% de inclusiones de sulfato de bario en una matriz de PMMA. Debido a la naturaleza acrílica de sus componentes el cemento óseo es un termoplástico amorfo y como tal presenta un mecanismo de deformación por crazing [18]. Las crazes son microgrietas cuya formación va acompañada por un aumento de volumen. Este mecanismo de deformación implica una considerable absorción de energía, sin embargo el material es susceptible de fractura frágil debido a que el crazing opera únicamente en regiones muy localizadas en la punta de la grieta por lo que la zona plástica en la que tiene lugar esta absorción de energía es muy pequeña en comparación a la dimensión total de la probeta y en consecuencia la energía absorbida en la fractura es asimismo pequeña.

Para incrementar la tenacidad a la fractura es necesario asegurar un volumen mayor de zona plástica, es decir de crazing, y asimismo debe limitarse el crecimiento y rotura de los crazes a fin de retardar la iniciación de la grieta [18].

El método de refuerzo más importante en los polímeros se basa en incorporar una fase elastomérica en la matriz frágil. En este trabajo se presenta el cemento óseo reforzado con un 10% en volumen de ABS. El mecanismo de refuerzo [19] se basa en una doble función de las partículas elastoméricas que es, por una parte promover la creación de crazes y, por otra, frenar su crecimiento: cuando el material está solicitado a tracción, las crazes se inician en los puntos de máxima concentración de tensiones triaxiales que suelen estar cerca del ecuador de las partículas de goma por lo que éstas actúan promoviendo la creación de múltiples crazes que crecen en la dirección normal de la sollicitación. El crecimiento de estas crazes, sin embargo, se ve frenado por la presencia de las partículas elastoméricas que actúan como terminaciones evitando la formación de crazes más largas. Como resultado de todo ello se genera mayor número de crazes y de menor tamaño que en el material sin modificar con lo que la zona plástica es mayor y se necesita mayor energía para romper las crazes, lo cual explica el aumento de tenacidad a la fractura en los ensayos de fractura y la disminución de la velocidad de propagación de la grieta por fatiga, así como el emblanquecimiento que se produce en el material.

De los resultados experimentales de propagación de grietas por fatiga obtenidos para el cemento óseo, se pone de manifiesto la eficacia del refuerzo que ejercen las partículas de ABS, pues se observa que la velocidad de propagación se hace ostensiblemente menor en los cementos óseos modificados que en los convencionales de tal modo que para un mismo valor de  $AK_I$ ,  $da/dN$  decrece hasta dos órdenes de magnitud tanto en

los materiales ensayados en seco como en los ensayados en condiciones fisiológicas. La formación de múltiples crazes es también evidente en los valores umbrales de  $AK_I$ , que aumentan en presencia de ABS, debido probablemente a que es necesaria mayor energía para romper las crazes formadas para iniciar la propagación lo cual se traduce en un mayor valor de  $AK_I$  umbral.

El cemento óseo conservado y ensayado en solución salina a 37 °C presenta unos valores de propagación de la grieta menores incluso que el material modificado y ensayado en seco, la razón debe buscarse en el carácter plastificante del medio acuoso, por todo ello se obtiene que el cemento óseo acrílico modificado con 10% v/v de ABS, conservado durante 12 meses en solución salina a 37 °C y ensayado en estas mismas condiciones es el que posee una velocidad de crecimiento de la grieta menor y un umbral de propagación mayor.

#### 4. AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo agradecen la financiación recibida de la CAICYT a través del proyecto de investigación PA-0320-85 y la donación del cemento óseo Rostal a Industrias Quirúrgicas de Levante S.A.

#### 5. REFERENCIAS

- [1] Lautenschlager, E.P., Stupp, S.I. y Keller, J.C., "Structure and properties of acrylic bone cement". En: Functional behaviour of orthopaedic biomaterials. Vol. II: Applications. Eds. P. Ducheyne and G.W. Hastings, CRC Press, Boca Raton, Florida, (1984).
- [2] Powers, J.M., Roberts, J.C. y Craig, R.G. *J.Dental Res.*, **55**, 432 (1976).
- [3] Koblitz, F.F., Luna, V.R., Glenn, J.F., DeVries, K.L. y Draughn, R.A., *Org. Coat. Plast. Chem.*, **38**(1), 322 (1978).
- [4] Wright, T.M. y Robinson, R.P. "Fatigue crack propagation in polymethylmethacrylate bone cements". *J. Mater. Sci.*, **17**, 2463-2468 (1982).
- [5] Lankford, G., Astleford, W.J. y Asher, M.A., *J. Mater. Sci.*, **11**, 1624 (1976).
- [6] Freitag, T.A. y Cannon, S.L. "Fracture characteristics of acrylic bone cements II. Fatigue". *J. Biomed. Mater. Res.*, **11**, 609-624 (1977).
- [7] Krause, W. y Mathis, R.S. "Fatigue properties of acrylic bone cements: Review of the literature", *J. Biomed. Mater. Res.*, **22**(A1), 37-53 (1988).
- [8] Krause, W.R., Grimes, L.W. y Mathis, R.S. "Fatigue testing of acrylic bone cements: Statistical concepts and proposed test

- methodology", J. Biomed. Mater. Res., 22(A2), 179-190 (1988).
- [9] Pilliar, R.M., Blackwell, R., Macnab, I., y Cameron, H.V., J. Biomed. Mater. Res., 10, 893 (1976).
- [10] Wright, T.M. y Trent, P.S., J. Mater. Sci., 14, 503 (1979).
- [11] Robinson, R.P., Wright, T.M. y Burstein, A.H., J. Biomed. Mater. Res., 15, 203 (1981).
- [12] Castaldini, A., Cavallini, A., Moroni, A. y Olmi, R. "Biomaterials and Biomechanics 1983". Eds. Ducheyne, P., Van der Perre, G. y Aubert, A.E., Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 91, (1984).
- [13] Murakami, A., Behiri, J.C. y Bonfield, W. J. Mater. Sci., 23, 2029 (1988).
- [14] Vila, M.M., Raya, A. y Planell, J.A. "Mechanical behaviour of a rubber modified bone cement", en Clinical Implant Materials, editado por Heimke, G., Soltész, U. y Lee, A.J.C. Advances in Biomaterials, 9, 155-160 (1990). Elsevier Science Publishers B.U., Amsterdam 1990.
- [15] EGF Newsletter "A linear elastic fracture mechanics (LEFM) standard for determining  $K_{Ic}$  and  $G_{Ic}$  for plastics" H.H. Kausch and J.G. Williams, 8, 14, (1988/89).
- [16] Bucknall, C.B. y Stevens, W.W., en: Toughening of plastics, Conf. Proc. Plastics and Rubb. Inst. London, 24 (1978).
- [17] Willert, H.G., Mueller, K. y Semlitsch "The morphology of polymethylmethacrylate (PMMA) bone cement. Surface structures and causes of their origin" Arch. Orthop. Traumat. Surg., 94, 265-292 (1979).
- [18] Kinloch, A.J. y Young, R.J., en Fracture Behaviour of Polymers, Applied Science Publishers Ltd., London (1983).
- [19] Bucknall, C.B., en Toughened Plastics Applied Science Publishers Ltd., London, (1977).

## INFLUENCIA DE LA MORFOLOGIA SOBRE LA FRACTURA EN MEZCLAS DE PS Y SBS.

M.R. Díaz, M.Ll. Maspoch y A.B. Martínez.

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.  
E.T.S. Ingenieros Industriales de Barcelona. Universidad Politécnica de Cataluña.  
Avda. Diagonal 647, 08028 Barcelona.

**Resumen.** Se han estudiado mezclas de un copolímero SBS en bloque y poliestirenos comerciales que pueden inyectarse en artículos con una mejor tenacidad y otras muchas propiedades de los genéricamente llamados poliestirenos de impacto. El tamaño de las partículas de la fase elastomérica depende de la composición de la mezcla y del contenido en lubricante. Se ilustran las consecuencias de la fase elastomérica. En las probetas entalladas, la fase elastomérica induce una gran zona emblanquecida alrededor de la punta de la grieta sin dar lugar a una reducción del espesor. En los ensayos SENB, el desarrollo de la zona de crazes es tal que resulta una fractura dúctil. Mediante una observación cuidadosa de la grieta original resulta que la iniciación tiene lugar a valores de  $J$  muy próximos para las diferentes composiciones de las mezclas.

**Abstract.** A blend of a rubbery SBS block copolymer and commercial polystyrene has been prepared which can be injection molded into articles having improved toughness and most of the other properties of generally named impact polystyrene. The particle size of the rubbery block component depends on the blend composition and on the mineral oil processing aid. The consequences of the rubber phase are illustrated. In notched samples, the rubber phase induces a large whitened zone around the crack tip but without a thickness reduction. In SENB, the craze zone development is such that ductile fracture results. Observation of the original crack shows that initiation will occur at close  $J$  values for the different compositions blends.

## 1. INTRODUCCION

El poliestireno es un termoplástico amorfo, que se utiliza por sus buenas cualidades para el moldeo y por su transparencia, pero a temperatura ambiente se encuentra por debajo de su temperatura de transición vítrea y su comportamiento es muy frágil.

El poliestireno cuando está solicitado a tracción presenta un micromecanismo de deformación por crazing, mientras que a compresión el mecanismo es el de deformación por cedencia en bandas de cizalladura [1].

El poliestireno presenta fractura frágil porque el mecanismo de absorción de energía que opera, sólo lo hace en regiones localizadas alrededor de la punta de la grieta, y los valores de  $G_{IC}$  medidos son casi enteramente el trabajo necesario para producir una craze o un manajo de crazes en la punta de la grieta [1].

Para incrementar la tenacidad es necesario aumentar el volumen en el que el mecanismo de absorción de energía opera, y al tiempo limitar el crecimiento y ruptura de microvacíos y crazes para prevenir una prematura iniciación de la grieta.

Dispersando partículas de caucho en el PS se ha conseguido incrementar sustancialmente la tenacidad del PS. Originalmente la adición del caucho se realizó por mezcla mecánica, pero ello presentaba problemas con la escasa adhesión en la interfase y también limitaba la cantidad de caucho a dispersar, pero posteriormente la adición del caucho se realizó solubilizándolo en el estireno monómero y así durante la polimerización tiene lugar el injerto y mediante la inversión de fases se aumenta la fracción en volumen de partículas al contener estas subinclusiones de PS, y así se obtienen los denominados poliestirenos de alto impacto (HIPS).

Para explicar el incremento de la tenacidad del PS por la adición de la segunda fase elastomérica se han presentado varias teorías [2] pero para el HIPS hay evidencias [3] que las partículas de caucho actúan introduciendo una multiplicidad de crazes. Entonces habrán muchas grietas que se propagarán durante el proceso de fractura, además la perturbación de los campos de tensiones entre grietas vecinas harán que se enroquen con las partículas. Todo este proceso requiere mayor energía debido a la producción de muchas nuevas superficies y explica el emblanquecimiento y mayor elongación de los HIPS.

Diferentes autores [4-6] han puesto de manifiesto que de las mezclas PS/SBS o HIPS/SBS resultan materiales que pueden inyectarse en artículos utilizando las condiciones y ciclos de transformación usuales para los genéricos poliestirenos de impacto. Estas mezclas gozan de parecidas propiedades pero con mayores valores de la resistencia al impacto que las de los poliestirenos originales.

Sin embargo las diferentes morfologías que se pueden obtener mezclando o aleando copolímeros en bloque de estireno y butadieno con PS pueden hacer actuar diferentes mecanismos de refuerzo de la tenacidad [7].

En este trabajo se continua con la línea de estudio sobre la fractura de mezclas PS/SBS ya presentada en anteriores encuentros del Grupo Español de Fractura [1,6], analizándose aquí la morfología de las distintas composiciones de las mezclas, así como las curvas J-R obtenidas al aplicar el protocolo de ensayo [8] del ESIS.

## 2. MATERIALES

Se han utilizado dos grados distintos de poliestireno suministrados por BASF ESPANOLA SA, caracterizados previamente [6], cuyas distribuciones de masas moleculares son prácticamente idénticas, pero mientras el grado K no contiene lubricante, el grado E tiene un 5.5 %.

El SBS es un grado comercial suministrado por REPSOL QUIMICA SA.

## 3. OBTENCION DE LAS MEZCLAS

Las mezclas se obtuvieron en una extrusora granceadora adicionando a cada 100 gramos de PS grado E o K, 2, 2.5, 5, 7.5, 10 y 20 gramos de SBS obteniéndose así las mezclas E-2, E-2.5, E-5, E-7.5, E-10, E-20 y K-10.

Las mezclas E-2 y K-10 se volvieron a grancear obteniéndose las mezclas E-2II y K-10II. Este regranceado no afectó sensiblemente las distribuciones de las masas moleculares [7].

## 4. DETALLES EXPERIMENTALES

Las probetas se obtuvieron por inyección en el molde de la figura 4 de la norma ASTM D-647. Se utilizaron dos tipos de probetas, la probeta en forma de haterio tipo I según norma ASTM D-638 en los ensayos de tracción, y la probeta en forma de barra prismática de 6.35\*12.7\*55.88 mm. Que se obtuvo de cortar por la mitad la barra prismática obtenida del molde de inyección. Con estas últimas probetas que guardan las relaciones establecidas por el protocolo de norma [8] y utilizando una distancia entre apoyos de 50.8 mm. Mediante la geometría SENB se han estudiado las curvas J-R para las mezclas utilizándose el método de varias probetas para garantizar una velocidad de deformación constante.

Las entallas se agudizaron con una cuchilla de afeitar y se les añadió una gota de tinta china a fin de poder detectarse la iniciación de grieta. La longitud de las grietas se midió en un proyector de perfiles.

Las curvas J-R se realizaron a una velocidad de separación de las mordazas de 1 mm/minuto. A mayores velocidades de deformación es prácticamente imposible detectar con precisión el instante de iniciación de la grieta con nuestro método. Todas las probetas de las distintas composiciones de las mezclas cumplieron los requisitos de dimensiones establecidos por el protocolo de ensayo [8] seguido.

Los ensayos mecánicos se realizaron a 20°C de temperatura en una máquina universal de ensayos INSTRON.

## 5. MORFOLOGIA DE LAS MEZCLAS

Uno de los parámetros estructurales más importantes es el tamaño de las partículas elastoméricas. La fase dispersa se ha examinado por microscopía electrónica de transmisión (MET). Para dar contraste se han teñido las muestras con tetróxido de osmio y posteriormente se han cortado con un ultramicrotomo. El tetróxido de osmio se fija al butadieno.

La figura 1 muestra la morfología del copolímero SBS. Las figuras 2 y 3 corresponden a las mezclas E-2 y E-10 donde puede observarse la buena adhesión en la interfase así como la disgregación del SBS producido por la alta cizalla durante el proceso de mezcla y también el diferente tamaño de las partículas resultantes que se pone de manifiesto en la tabla 1 que muestra los resultados del análisis de las micrografías.

El tamaño medio de las partículas aumenta con la fracción de SBS en la mezcla. El mezclar por segunda vez el material no afecta sustancialmente al tamaño de las partículas. La presencia del lubricante afecta al proceso de mezcla y resulta en una importante disminución del tamaño medio de las partículas.

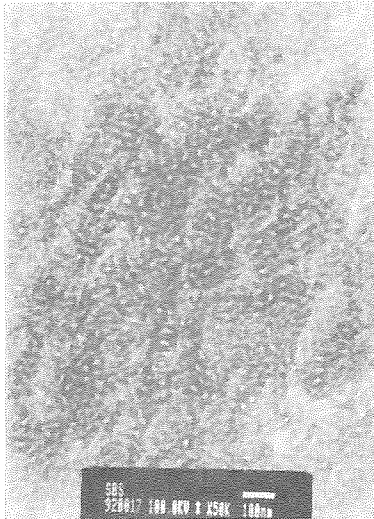


Fig. 1. Micrografía del SBS por MET.

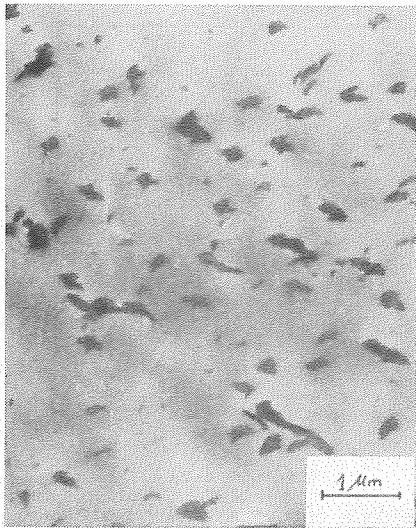


Fig. 2. Micrografía del E-2 por MET.

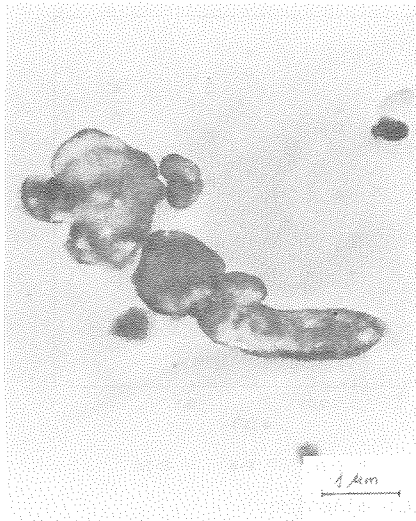


Fig. 3. Micrografía del E-10 por MET.

Ref.	%A	Dmin(um)	Dmax(um)	Deq.(um)	For.ei.
E-2	5.12	0.18	0.38	0.24	0.50
E-2II	3.20	0.21	0.41	0.29	0.54
E-2.5	4.10	0.31	0.47	0.37	0.66
E-5	9.51	0.19	1.39	1.00	0.61
E-7.5	13.02	0.76	1.42	0.92	0.55
E-10	14.17	0.72	1.34	0.88	0.55
K-10	14.00	1.17	1.93	1.36	0.66
K-10II	16.66	1.20	2.26	1.46	0.58

Tabla I. Resultados del análisis de las micrografías.

6. FRACTURA DE LAS MEZCLAS

La fractura de los dos grados de poliestireno fue estudiada anteriormente en detalle [1,6] y cabe destacar los mayores valores de la tenacidad y de la energía de fractura de iniciación que presenta el poliestireno sin lubricante como consecuencia de la formación de manojos de crazes en la punta de la grieta, mientras que en el poliestireno con lubricante sólo se forma una craze a partir del que se crea y se propaga la grieta

Al someter las mezclas a tracción se observó [6] un progresivo emblanquecimiento del material provocado por el múltiple crazing que causaba una considerable elongación pero sin producirse estricción. A medida que aumenta la fracción de SBS en la mezcla baja el valor del módulo elástico (figura 4), se mantiene prácticamente el alargamiento en el punto de cedencia (figura 5), aumenta el alargamiento a rotura (figura 6), mientras que las tensiones máximas y de rotura disminuyen (figuras 7 y 8). A medida que aumenta la velocidad de deformación, aumenta ligeramente el módulo elástico (figura 9), aumenta la tensión máxima y de rotura (figura 10 y 11), aumenta el alargamiento en el punto de cedencia (figura 12), mientras que la elongación a rotura (figura 13) se mantiene o crece a altos contenidos en SBS pero disminuye a bajos contenidos de SBS.

Al someter las probetas entalladas a la geometrías SENB, las diferentes mezclas no fracturan de manera frágil a las bajas velocidades de deformación del INSTRON. La fase elastomérica induce una gran zona blanquecina alrededor de la punta de la entalla pero sin reducción del espesor (figura 14).

Cuando la carga llega alrededor del 95% de la carga máxima, se inicia un lento crecimiento de la grieta que continua después del punto de carga máxima hasta que la carga llega a cero (figura 15). La propagación es continua.

A altas velocidades de deformación, velocidades de impacto en un equipo instrumentado, hemos observado propagaciones inestables.

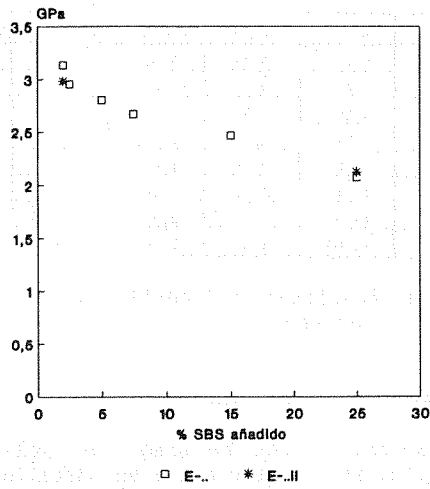


Fig. 4. Módulo elástico a v= 1 cm/min.

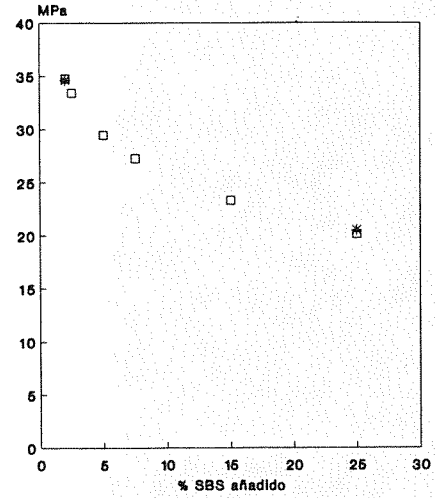


Fig. 7. Tensión máxima a v= 1 cm/min.

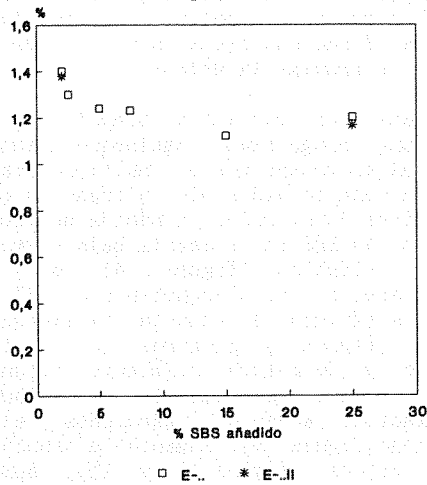


Fig. 5. Elongación a tensión máxima a v= 1 cm/min.

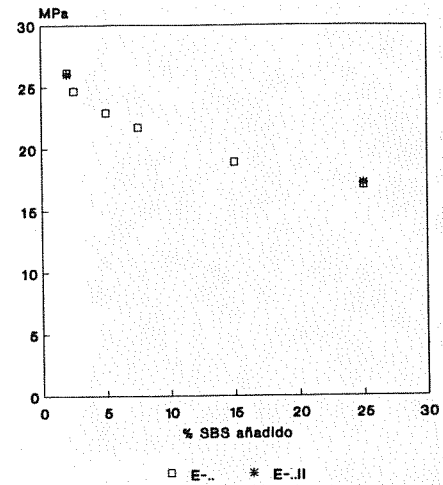


Fig. 8. Tensión a rotura a v= 1 cm/min.

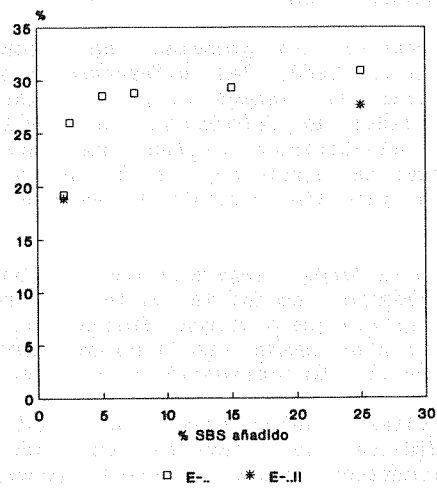


Fig. 6. Alargamiento a rotura a v= 1 cm/min.

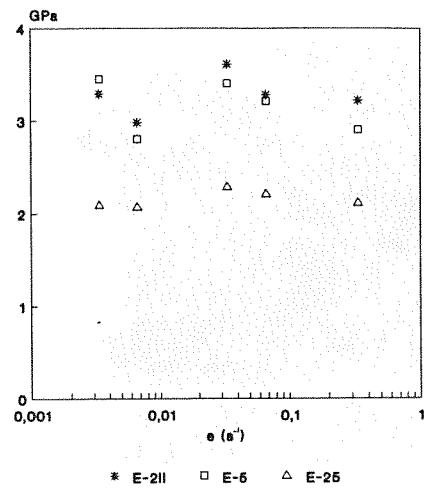


Fig. 9. Módulo elástico.

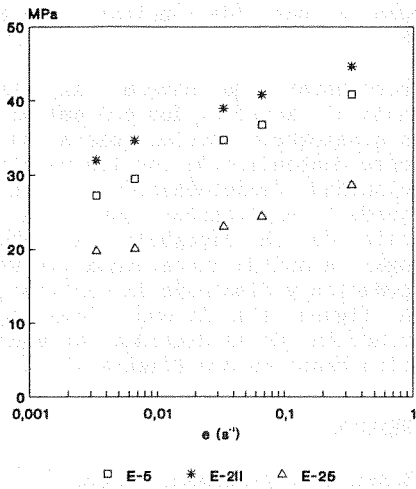


Fig. 10. Tensión máxima.

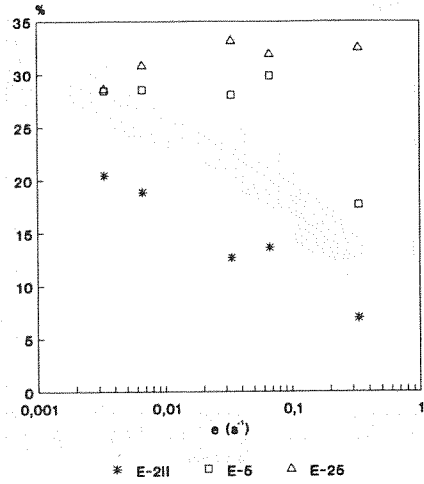


Fig. 13. Elongación a rotura.

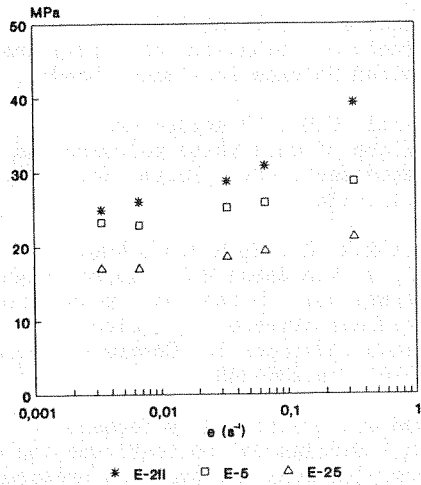


Fig. 11. Tensión a rotura.

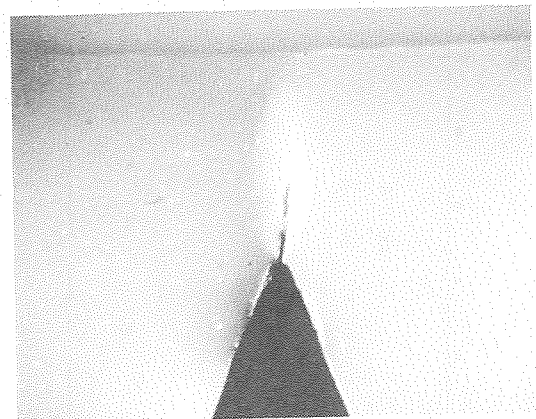


Fig. 14. Probeta ensayada.

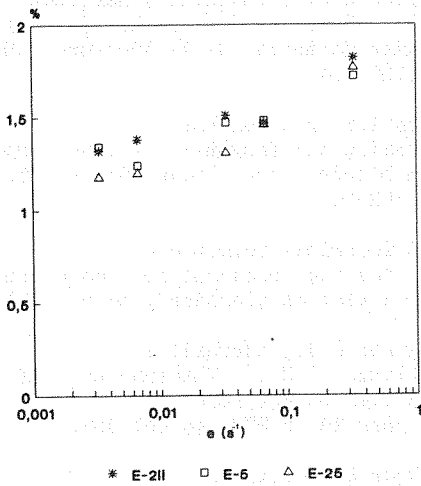


Fig. 12. Alargamiento a tensión máxima.

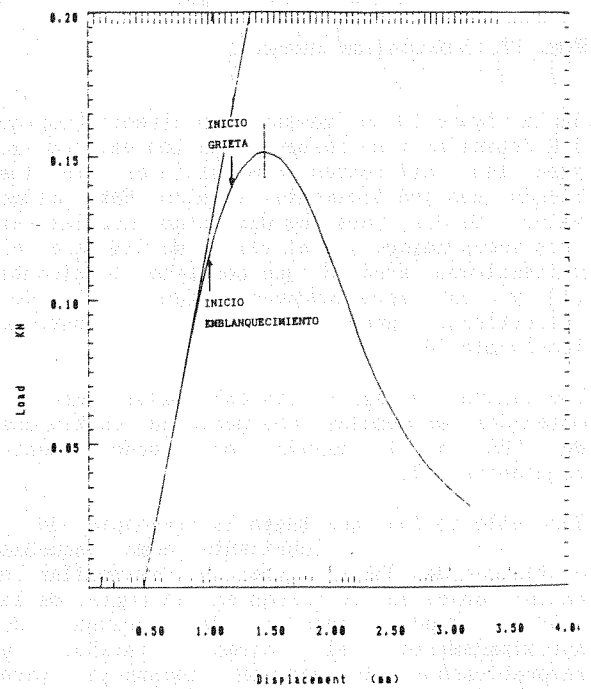


Fig. 15. Ensayo SENB.



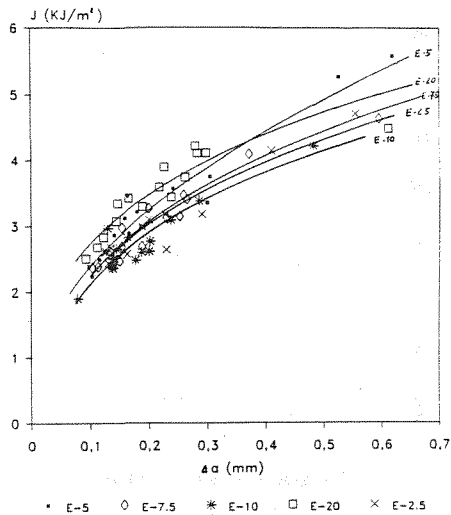


Fig. 16. Curvas J-R.

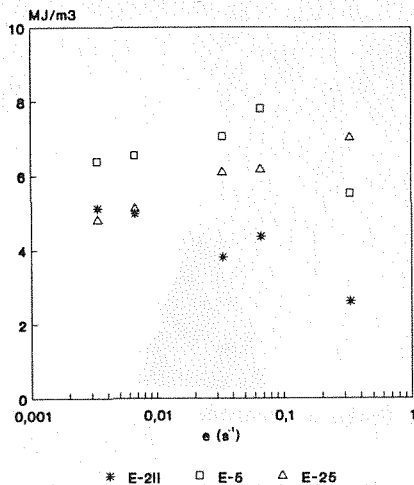


Fig. 17. Densidad de energía.

En la figura 16 se muestran las diferentes curvas J-R obtenidas y se observa que los valores  $J_{Ic}$  para las diferentes composiciones de los blends son prácticamente iguales. Este mismo valor de  $J_{Ic}$  para las distintas mezclas es tres veces mayor que el valor de  $G_{Ic}$  para el poliestireno grado E que contiene lubricante [1] y es aproximadamente igual al del poliestireno grado K que no contiene lubricante [6].

Los valores de  $K_{Ic}$  y los calculados para  $G_{Ic}$  obtenidos en mezclas con pequeños contenidos de SBS a  $1$   $\text{cm/min}$ . son prácticamente constantes [6].

Todo ello indica que tanto la presencia de lubricante como pequeñas cantidades de SBS es capaz de desarrollar la máxima capacidad de crazes en la punta de la grieta dando manojos de crazes de aproximadamente el mismo tamaño, y razonablemente la energía necesaria para romper el manojos de crazes también será el mismo. Por distintos métodos otros autores [9-

10] llegan a parecida conclusión en el caso del HIPS.

Para incrementar de manera importante la resistencia al impacto, los contenidos de fase dispersa elastomérica suelen ser altos [4,10], en aparente contradicción con los resultados a baja velocidad de deformación, sin embargo ello puede explicarse por la fuerte disminución de la elongación a rotura que tiene lugar a medida que aumenta la velocidad de deformación y disminuye la cantidad de fase dispersa (figura 13) lo que lleva aparejado una disminución de la densidad de energía de deformación hasta rotura (figura 17).

## 7. REFERENCIAS

- [1]. Martínez A.B. y Maspoch M.Ll., "Determinación de los parámetros de la fractura de PS mediante el protocolo del EGF", Anales Mecánica de la Fractura, 7 (1990) pp.156-163.
- [2]. Kinloch A.J. y Young R.J., "Fracture behavior of polymers", Applied Science Publisher, London, (1983).
- [3]. Bucknall C.B., "Fracture and failure of multiphase polymers and polymer composites", Adv. Polym. Sci. 27, (1978) pp.121-146.
- [4]. Durst R.R., Griffith R.M., Urbanic A.J. y Van Essen W.J., "Super High impact polystyrene based on polystyrene and butadiene-styrene block polymer blends", Advances in Chemistry Series 154, (1976), pp.239-246.
- [5]. Azcue J.M., Fontan E. y Tercero J.M., "Mezclas de poliestireno con cauchos termoplásticos SBS para la preparación de un producto de alto impacto", Resúmenes 1ª reunión del grupo de polímeros RSEQ. Valencia (1989).
- [6]. Maspoch M.Ll., Díaz M.R. y Martínez A.B., "Fractura de mezclas de PS y SBS", Anales Mecánica de la Fractura, 8 (1991) pp.129-134.
- [7]. Argon A.S. y Cohen R.E., "Crazing and Toughness of block copolymers and blends", Adv. Polym. Sci 91-92, (1990) pp.302-350.
- [8]. ESIS Technical Committee 4 "A testing protocol for conducting J-R curve test on plastics", March 1991.
- [9]. Ferguson R.J., Marshall G.P. y Williams J.G., "The fracture of rubber modified polystyrene", Polymer 14, (1973) pp.451-459.
- [10]. Nikpur K y Williams J.G., "A fracture mechanics analysis of the effect of rubber content on rubber-modified polystyrene", J.Mat.Sci. 14, (1979) pp.467-473.

## EFECTO DEL CONTENIDO DE CAUCHO SOBRE LA FRACTURA DEL HIPS

A. Gordillo, M.Ll. MasPOCH y A.B. Martínez.

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.  
E.T.S. Ingenieros Industriales de Barcelona. Universidad Politécnica de Cataluña.  
Avda. Diagonal 647, 08028 Barcelona.

**Resumen.** Se ha aplicado la integral J para caracterizar la iniciación de la fractura de un poliestireno de impacto con diferentes contenidos de caucho. Estos materiales fueron producidos mediante la mezcla de un poliestireno de impacto con un poliestireno cristal. Los materiales obtenidos fueron no obstante, razonablemente representativos de composites con las mismas propiedades de los componentes pero variando el número de partículas de la fase dispersa. El método básico empleado para la determinación de la curva de resistencia es el recomendado por el ESIS utilizando la técnica de varias probetas. A las bajas velocidades empleadas aquí, los valores de J en iniciación son prácticamente los mismos para las distintas diluciones, indicando que la adición de un pequeño número de partículas de la fase dispersa es capaz de desarrollar la capacidad total del poliestireno para formar crazes.

**Abstract.** The J-integral is applied to characterise the fracture initiation of an impact polystyrene with different rubber contents. These materials were produced by back-blending a rubber-modified grade with a crystal polystyrene. The material obtained were, therefore, reasonably representative of composites having identical components properties, but varying in the quantity of the dispersed particles. The multiple specimen resistance curve technique recommended by the ESIS is the basic method employed. At the low rates used here, the J initiation values are practically the same for the different dilutions, indicating that the full crazing capacity of polystyrene is utilized by the addition of a small number of disperse phase particles.

## 1. INTRODUCCION

El poliestireno es un termoplástico amorfo, que se utiliza por sus buenas cualidades para el moldeo y por su transparencia, pero a temperatura ambiente se encuentra por debajo de su temperatura de transición vítrea y su comportamiento es muy frágil.

El poliestireno cuando está solicitado a tracción presenta un micromecanismo de deformación por crazing, mientras que a compresión el mecanismo es el de deformación por cedencia en bandas de cizalladura [1].

El poliestireno presenta fractura frágil porque el mecanismo de absorción de energía que opera, sólo lo hace en regiones localizadas alrededor de la punta de la grieta, y los valores de  $G_{Ic}$  medidos son casi enteramente el trabajo necesario para producir una craze o un manojito de crazes en la punta de la grieta [1].

Para incrementar la tenacidad es necesario aumentar el volumen en el que el mecanismo de absorción de energía opera, y al tiempo limitar el crecimiento y ruptura de microvacíos y crazes para prevenir una prematura iniciación de la grieta.

Dispersando partículas de caucho en el PS se ha conseguido incrementar sustancialmente la tenacidad del PS. Originalmente la adición del caucho se realizó por mezcla mecánica, pero ello presentaba problemas con la escasa adhesión en la interfase y también limitaba la cantidad de caucho a dispersar, pero posteriormente la adición del caucho se realizó solubilizándolo en el estireno monómero y así durante la polimerización tiene lugar el injerto y mediante la inversión de fases se aumenta la fracción en volumen de partículas al contener estas subinclusiones de PS, y así se obtienen los denominados poliestirenos de alto impacto (HIPS).

Para explicar el incremento de la tenacidad del PS por la adición de la segunda fase elastomérica se han presentado varias teorías [2] pero para el HIPS hay evidencias [3] que las partículas de caucho actúan introduciendo una multiplicidad de crazes. Entonces habrán muchas grietas que se propagarán durante el proceso de fractura, además la perturbación de los campos de tensiones entre grietas vecinas harán que se enroquen con las partículas. Todo este proceso requiere mayor energía debido a la producción de muchas nuevas superficies y explica el emblanquecimiento y mayor elongación de los HIPS.

Estos polímeros modificados con caucho se diseñan a fin de obtener materiales con una mejorada tenacidad pero manteniendo un grado aceptable de rigidez.

La aplicación de la mecánica de la fractura elástico lineal a estos poliestirenos ha recibido alguna atención [4-5] pero pronto se notó que la adición de la fase elastomérica al reducir la tensión de cedencia producía un aumento del tamaño de la zona de deformación plástica y consecuentemente se violaban las condiciones para aplicar la mecánica de la fractura elástico lineal [4-6] aunque también han habido algunos intentos de aplicar la mecánica de la fractura elastoplástica [4].

Este trabajo incide en la aplicación de la mecánica de la fractura elastoplástica a estos materiales, determinándose la curva de resistencia mediante el protocolo de ensayo del ESIS [7] y usándose para investigar la importancia del contenido de la fase elastomérica dispersa.

## 2. MATERIALES

Se ha utilizado un HIPS comercial suministrado por BASF ESPAÑOLA SA. que posee un contenido en caucho del 8% y la morfología (figura 1) clásica en forma de granada obtenida por la inversión de las fases durante la polimerización. La matriz está constituida por poliestireno mientras que la fase dispersa está constituida por las partículas de elastómero que tienen subincluidas partículas de poliestireno, ello da lugar a una fracción en volumen de la fase dispersa muy superior a la que le correspondería en función de la fracción del caucho.

Las masas moleculares medias del poliestireno que forma la matriz del HIPS determinadas por cromatografía de permeabilidad en gel resultaron ser  $\overline{M}_n = 71000$  y  $\overline{M}_w = 152000$ .

Los diferentes contenidos en fase dispersa se han obtenido mediante la dilución del HIPS con poliestireno cristal en una extrusora granceadora.

Este poliestireno cristal es un grado E suministrado también por BASF ESPAÑOLA SA, posee un contenido en lubricante del 5.5%, ha estado caracterizado anteriormente [1,8] dando

unas masas moleculares medias de  $\overline{M}_n = 135000$  y  $\overline{M}_w = 247000$ .

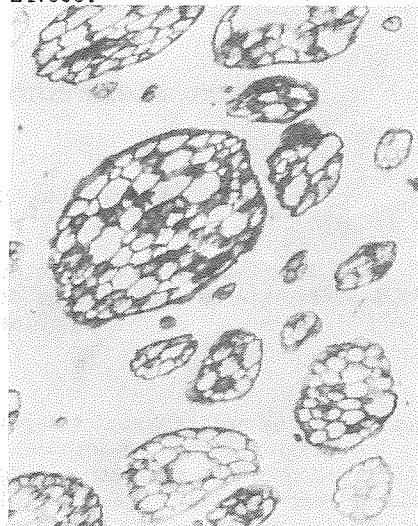


Fig. 1. Morfología del HIPS por MET.

En las figuras 2 y 3 se presentan las micrografías obtenidas por microscopía electrónica de transmisión (MET) de los cortes ultramicrotómicos, después de teñir con tetróxido de osmio la fase elastomérica para dar contraste, del HIPS y del HIPS diluido a la mitad.

Aunque aún no hemos procedido al procesamiento y análisis de las micrografías parece pausable suponer, en principio, que durante los procesos de dilución e inyección de las probetas se mantiene a efectos prácticos el tamaño de las partículas, con lo que al diluir el HIPS original lo que hacemos es ir variando el número de partículas, y con ello el contenido de segunda fase, pero no el tamaño de las mismas.

## 3. DETALLES EXPERIMENTALES

Las probetas se obtuvieron por inyección en el molde de la figura 4 de la norma ASTM D-647. Se utilizaron dos tipos de probetas, la probeta en forma de halterio tipo I según la norma ASTM D-638 en los ensayos de tracción, y la probeta en forma de barra prismática de 6.35\*12.7\*55.88 mm. que se obtuvo de cortar por la mitad la barra prismática obtenida del molde de inyección. Con estas últimas probetas que guardan las relaciones establecidas por el protocolo de norma [7] y utilizando la distancia entre apoyos de 50.8 mm. Mediante la geometría SENB se han obtenido las curvas J-R para las mezclas utilizándose el método de varias probetas para garantizar una velocidad de deformación constante.

Las entallas se agudizaron con una cuchilla de afeitar y se les añadió una gota de tinta china a fin de poder detectarse la iniciación de la grieta. La longitud de las grietas se midió en un proyector de perfiles.

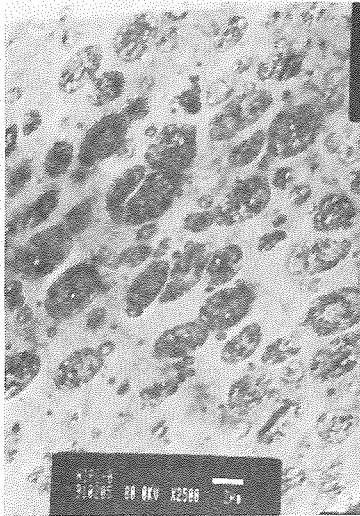


Fig. 2. Micrografía del HIPS por MET.

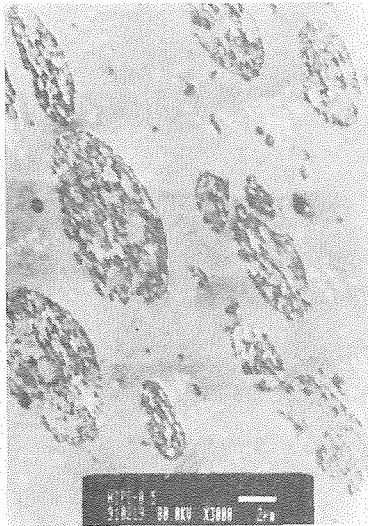


Fig. 3. Micrografía del HIPS diluido a la mitad por MET.

Las curvas J-R se realizaron a una velocidad de separación de mordazas de 1 mm/min. A mayores velocidades de deformación es prácticamente imposible detectar con precisión el instante de iniciación de la grieta con nuestro método. Todas las probetas de las distintas composiciones de las mezclas cumplieron los requisitos de dimensiones establecidos por el protocolo de ensayo [7] seguido. Debido al pequeño valor relativo de la energía de indentación, ésta no fue corregida sobre el valor de la energía bajo la curva carga-desplazamiento en el ensayo de fractura.

Los ensayos mecánicos se realizaron a 20°C de temperatura en una máquina universal de ensayos INSTRON.

#### 4. RESULTADOS

Al someter las probetas sin entallar a tracción se observó un progresivo emblanquecimiento del material provocado por la formación de crazes que causa una considerable elongación de la probeta, pero sin observarse estricción.

Las consecuencias del contenido en fase dispersa se ilustran en la figura 4, en la que se muestran las características a tracción a una velocidad de las mordazas de 1 cm/min.

A 1cm/min, a medida que aumenta la fase dispersa, el número de partículas, hay una acusada disminución del módulo y de la tensión de cedencia, un acusado aumento del alargamiento a la rotura, mientras que la tensión de rotura y el alargamiento en el punto de cedencia son prácticamente constantes.

En la figura 5 se ilustran las consecuencias sobre las características a tracción del HIPS del aumento de la velocidad de deformación. Se observa que a medida que aumenta la velocidad de deformación aumenta el módulo elástico, las tensiones de cedencia y de rotura aumentan (hay endurecimiento), y los alargamientos a cedencia y a rotura también aumentan.

Si observamos la evolución de las densidades de energía de deformación, calculadas mediante el cociente entre la energía de deformación (área gráfico carga-desplazamiento) y el volumen de material (sección de la probeta por distancia del extensómetro), se nota un acusado aumento de la velocidad de deformación (figura 5) mientras que a una misma velocidad (figura 4) aumenta ligeramente con el número de partículas.

Al someter las probetas entalladas a la geometría SENB, ni el HIPS ni las diferentes diluciones fracturan de manera frágil a las velocidades de deformación utilizadas. Alrededor de la punta de la entalla crece una gran zona blanquecina sin reducción del espesor de la probeta. Cuando se inicia la propagación de la grieta ésta es lenta y continua.

En la figura 6 se representan las diferentes curvas J-R obtenidas y se observa que los valores de  $J_{Ic}$  para las diferentes diluciones son prácticamente iguales. La figura 7 muestra la zona de  $Aa$  pequeños de la figura 6.

Estos mismos valores de  $J_{Ic}$  para las distintas mezclas, es notablemente superior al poliestireno de la dilución [1] indicando el efecto de la fase dispersa, y es también aproximadamente igual al poliestireno sin lubricante [8]. Esto parece estar de acuerdo con las prácticamente iguales densidades de energía de deformación encontradas a las también bajas velocidades de deformación (figura 4) indicando que un pequeño número de

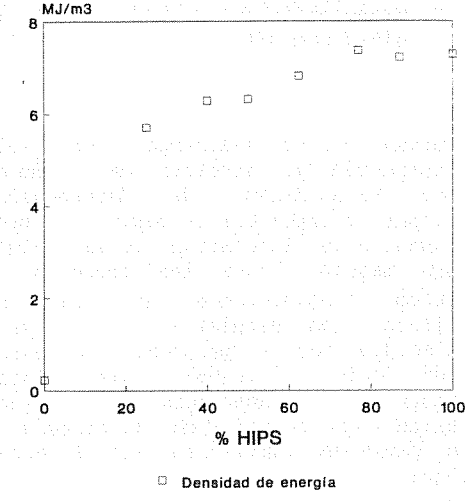
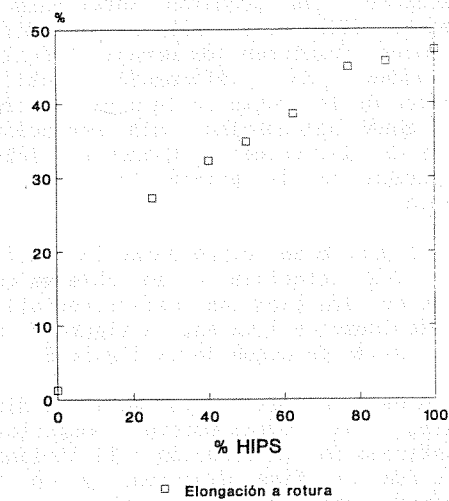
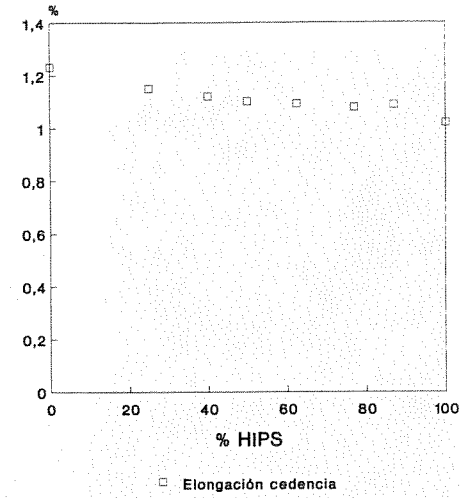
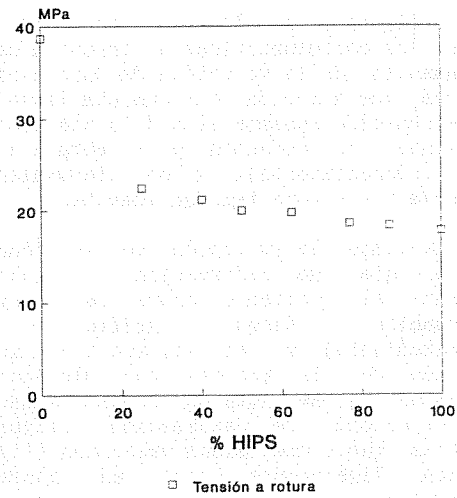
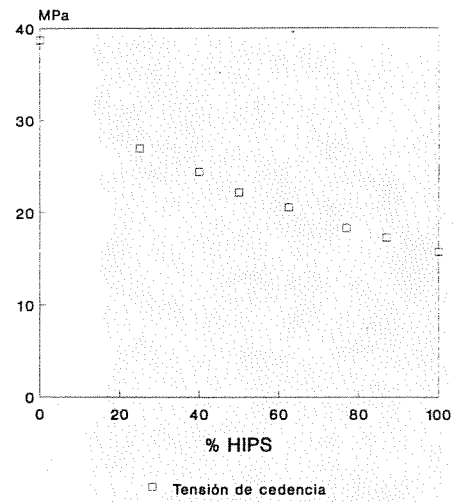
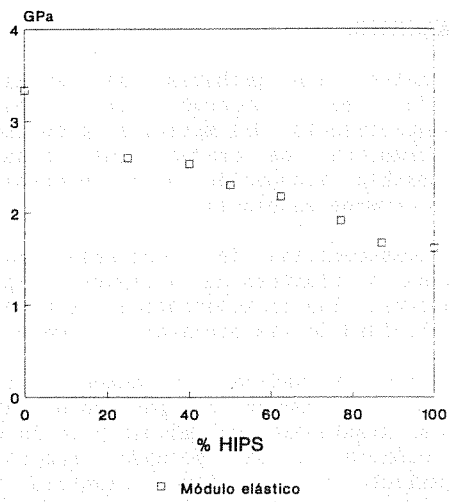


Fig. 4. Características a tracción a v= 1 cm/min.

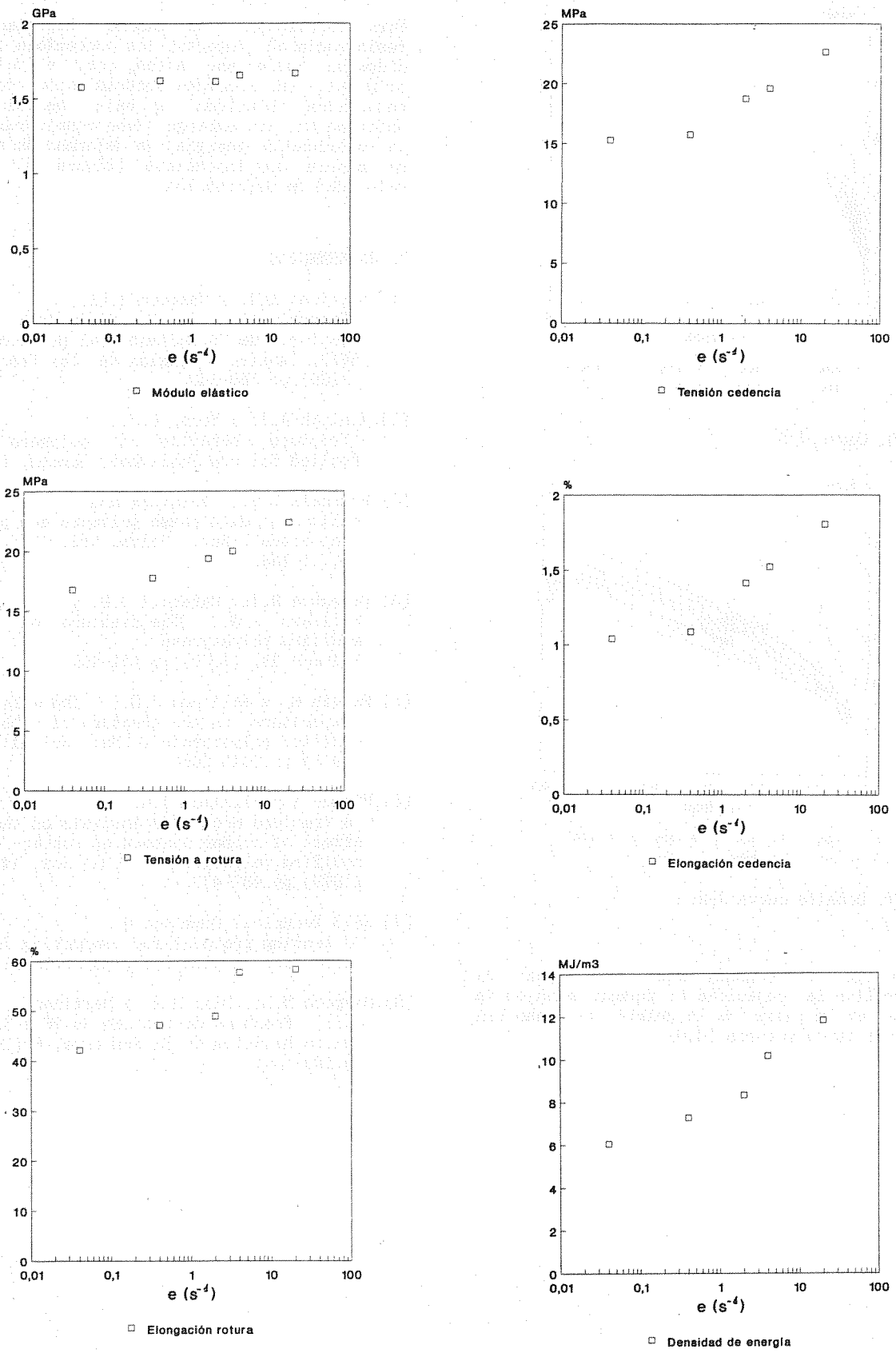


Fig. 5. Características a tracción del HIPS.

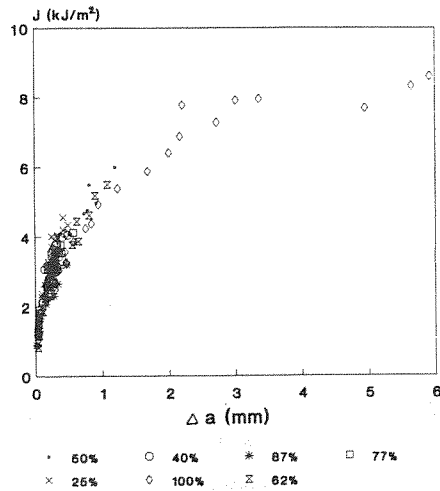


Fig. 6. Curva J-R.

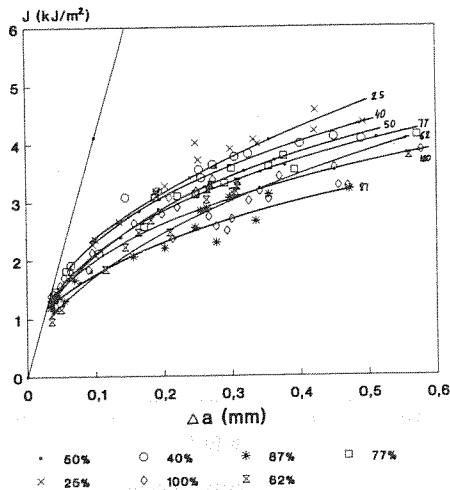


Fig. 7. Detalle curva J-R.

partículas de segunda fase es capaz de desarrollar la capacidad de formar manojos de crazes en la punta de la grieta tal como han apuntado otros autores [4,6].

Para incrementar de manera importante la resistencia al impacto, los contenidos de fase dispersa suelen ser altos, como el del HIPS original, en aparente contradicción con los resultados obtenidos a baja velocidad de deformación, sin embargo debe considerarse que la densidad de energía de deformación aumenta de manera muy importante (figura 5) con la velocidad de deformación.

## 7. REFERENCIAS

- [1]. Martínez A.B. y MasPOCH M.Ll., "Determinación de los parámetros de la fractura de PS mediante el protocolo del EGF", *Anales Mecánica de la Fractura*, 7 (1990) pp.156-163.
- [2]. Kinloch A.J. y Young R.J., "Fracture behavior of polymers", Applied Science Publisher, London, (1983).
- [3]. Bucknall C.B., "Fracture and failure of multiphase polymers and polymer composites", *Adv. Polym. Sci.* 27, (1978) pp.121-146.
- [4]. Ferguson R.J., Marshall G.P. y Williams J.G., "The fracture of rubber modified polystyrene", *Polymer* 14, (1973) pp.451-459.
- [5]. Parvin M. y Williams J.G., "The effect of temperature on the fracture of rubber modified polystyrene", *J. Mat. Sci.* 11 (1976) pp.2045-2050.
- [6]. Nikpur K y Williams J.G., "A fracture mechanics analysis of the effect of rubber content on rubber-modified polystyrene", *J. Mat. Sci.* 14, (1979) pp.467-473.
- [7]. ESIS Technical Committee 4 "A testing protocol for conducting J-R curve test on plastics", March 1991.
- [8]. MasPOCH M.Ll., Díaz M.R. y Martínez A.B., "Fractura de mezclas de PS y SBS", *Anales Mecánica de la Fractura*, 8 (1991) pp.129-134.

## ESTUDIO DE LA FRACTURA EN TERMOPLASTICOS COMERCIALES, UTILIZANDO LA ESPECTROFOTOMETRIA F.T.-i.r.; APLICACION AL HDPE

P. Pagés y A. Andrés

Departament de Ciència de Materials i Enginyeria Metallúrgica  
Escola Tècnica Superior d'Enginyers Industrials de Terrassa  
Universitat Politècnica de Catalunya

**Resumen.** Una muestra de film de HDPE, se ha sometido a un alargamiento hasta su rotura, y otra a un 50% de dicho alargamiento. Los alargamientos se han realizado en sentido longitudinal y transversal. La espectrofotometria F.T.-i.r. realizada en dichas muestras, se utiliza para estudiar los cambios microestructurales originales como consecuencia del estirado y la fractura.

**Abstract.** A Sample of HDPE film was extended till it reached its breaking point. Another sample was extended up to 50% of its breaking point. The extensions were realized in longitudinal and transversal direction. F.T.-i.r. spectrophotometry realized on these samples is used to study microstructural changes occurred as a result of the extension and fracture.

## 1. INTRODUCCION

El presente artículo constituye el primero de una serie de estudios destinados a evaluar los cambios microestructurales que sufren los termoplásticos de gran consumo durante su fractura, utilizando la espectrofotometria F.T.-i.r. Se examina en este caso el comportamiento del polietileno de alta densidad (HDPE), tratándose de un estudio parcial cuya continuación está prevista con otras muestras de polietileno (PE), con films de distintos espesores y con diversas presentaciones de muestra. No obstante, los resultados obtenidos se han considerado suficientemente interesantes para ser presentados a un encuentro dedicado a la fractura de los materiales técnicos.

La idea de utilizar la

espectrofotometria F.T.-i.r. para el estudio de la fractura del PE semicristalino, fue utilizada por primera vez por Zhurkov (1), basándose en que en dicho material se origina una concentración apreciable de radicales, cuando se le aplica una tensión externa capaz de fracturarlo. Dichos radicales tenderán a reaccionar, produciendo grupos funcionales que podrán detectarse mediante F.T.-i.r.

Recientemente, dicha técnica ha sido aplicada para el estudio de grupos terminales en determinados polimeros (2), para la determinación de isómeros conformacionales en el PET (3), para la caracterización de copolimeros (4), como instrumento útil para evaluar la modificación superficial de elastómeros (5), o para el examen de mezclas de polimeros (6), por citar sólo algunas de las publicaciones más representativas.



Si además se considera que la espectrofotometría F.T.-i.r. puede complementarse con otras técnicas como la NMR en el estudio de resinas epoxi (7), ó del PPS (8), con la espectrofotometría Raman y Fotoacústica para el estudio de polímeros multicapa (9), con la potenciometría para el estudio del comportamiento esencial de determinados polímeros (10), ó con la simple evaluación de las propiedades mecánicas de dichos materiales, y se tienen en cuenta también sus distintas posibilidades operatorias como la FMIR, la Reflectancia Especular Múltiple (11), ó sus posibilidades de acoplamiento (microscopio ó cromatógrafo), se llega a la conclusión de que se trata de una valiosa herramienta para el estudio fiable y rápido de cualquier aspecto relacionado con los materiales orgánicos (12).

## 2. EXPERIMENTAL

### 2.1. Materiales utilizados

Film de HDPE con una baja proporción de LDPE y cargas de  $\text{CaCO}_3$  y  $\text{TiO}_2$ . Alargamiento longitudinal a la rotura 944%, alargamiento transversal a la rotura 584%. (Esselte Meto).

### 2.1. Instrumental utilizado

- . Medidor Instrom modelo TTDM.
- . Espectrofotómetro F.T.-i.r., marca Nicolet, modelo 510M.

### 2.3. Parte experimental

Muestras de HDPE se han sometido a un alargamiento hasta la rotura, a una velocidad de 10 cm/min, en el sentido del eje del film ó longitudinal (HDPE RL), y otras, en sentido perpendicular ó transversal (HDPE RT). También se han preparado muestras que se han sometido a un 50% de su alargamiento a la rotura en los sentidos longitudinal (HDPE 5ORL) y transversal (HDPE 5ORT).

De todas las muestras se ha registrado su espectro de infrarrojos (4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ ), con 128 barridos, a una velocidad de 0,3164 cm/seg (lenta), y a una resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$ .

Las sustracciones espectrales se han realizado eligiendo en cada caso un factor que compensará la disminución del espesor del film como consecuencia del alargamiento sufrido.

## 3. RESULTADOS Y SU CONSIDERACION

### 3.1. Rotura y estiramiento longitudinal

En la Figura 1, se observan los espectros infrarrojos (4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ )

de las muestras HDPE, HDPE 5ORL y HDPE RL. El espesor de los films, ha permitido el estudio de las evoluciones de las bandas a 1460 (flexión C-H del  $\text{CH}_2$ ), y a 713 (vibraciones de esqueleto de  $(\text{CH}_2)_n$ ), ya que éstas han dado unos valores de absorbancias adecuadas para su perfecta caracterización.

Por otro lado, se ha considerado interesante el estudio de estas zonas, por cubrir la región del infrarrojo medio, que es la que suministra una mayor información para la caracterización de compuestos orgánicos.

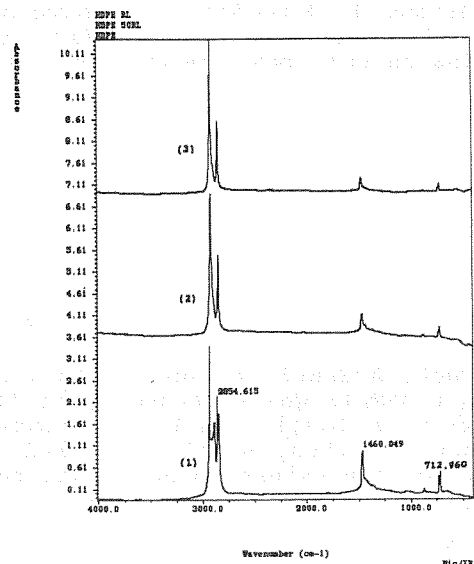


Fig.1. Espectros infrarrojos HDPE (1), HDPE 5ORL (2), y HDPE RL (3), para un intervalo de números de ondas de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ .

Las Figuras 2 y 3 representan detalles ampliados de las zonas seleccionadas para la realización de los estudios.

Dejando aparte las evidentes diferencias en las absorbancias de las tres muestras estudiadas derivadas de la disminución de su espesor como consecuencia del alargamiento sufrido, se observa que la banda de 1464, disminuye su importancia relativa con respecto a la de 1472 a medida que progresa el estiramiento que conduce a la rotura, lo que supone cambios estructurales a considerar, ya que dichas bandas se asignan a vibraciones de deformación de los grupos  $\text{CH}_2$  y  $\text{C-CH}_3$ .

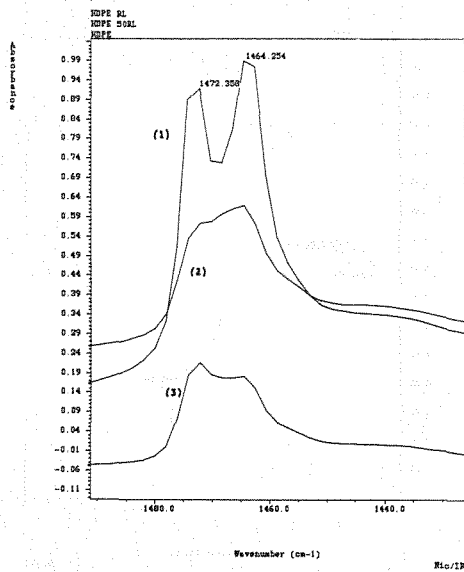


Fig.2. Detalle del espectro de infrarrojos (1490 a 1430  $\text{cm}^{-1}$ ) de las muestras HDPE (1), HDPE 5ORL (2), y HDPE RL (3).

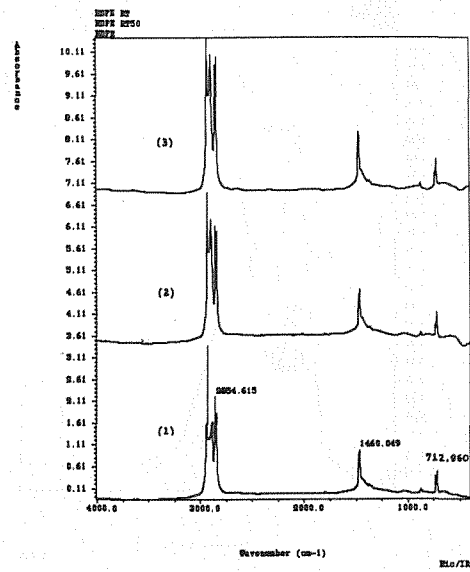


Fig.4. Espectros infrarrojos de HDPE(1) HDPE 5ORL(2), y HDPE RT(3), para un intervalo de números de ondas de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ .

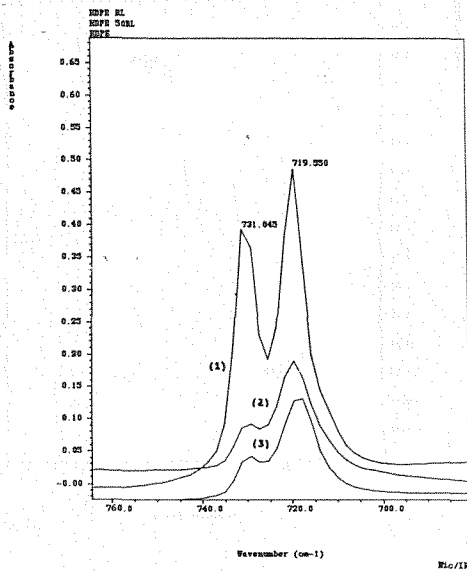


Fig.3. Detalle del espectro de infrarrojos (760 a 680  $\text{cm}^{-1}$ ) de las muestras HDPE (1), HDPE 5ORL(2) y HDPE RL(3).

3.2. Rotura y estiramiento transversal

En la Figura 4, se observan los espectros(4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ ), de las muestras de HDPE, HDPE 5ORL, y HDPE RT. Por las razones expuestas, se han estudiado las mismas zonas a que se ha hecho referencia en el apartado anterior.

Las Figuras 5 y 6 representan detalles ampliados de las zonas seleccionadas para su estudio.

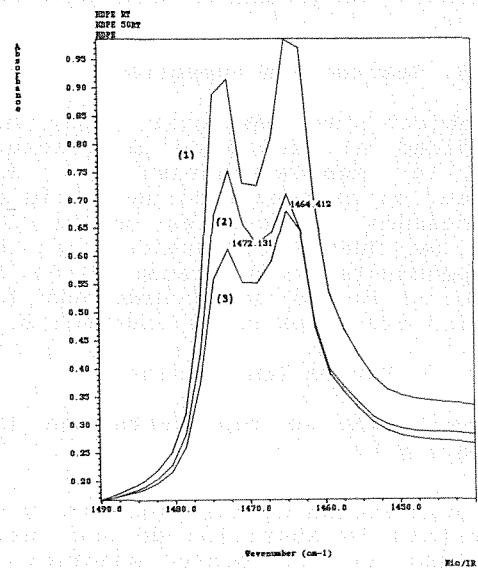


Fig.5. Detalle del espectro de infrarrojos (1490 a 1440  $\text{cm}^{-1}$ ) de las muestras HDPE(1), HDPE 5ORL(2), y HDPE RT(3).

Además de las diferencias en las absorbancias de las tres muestras debidas a la disminución de su espesor como consecuencia del alargamiento sufrido, se observa un cambio en la intensidad relativa de las bandas a 1472 y 1464, que pone en evidencia una

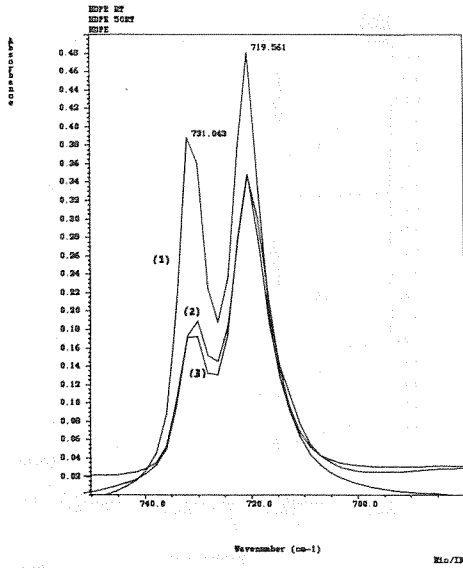


Fig.6. Detalle del espectro de infrarrojos (750 a 680  $\text{cm}^{-1}$ ), de las muestras HDPE(1), HDPE 50RT(2), y HDPE RT(3).

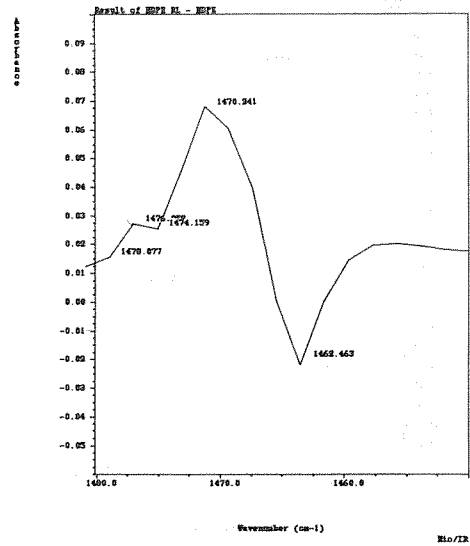


Fig.7. Resultado de la sustracción espectral (1480 a 1450  $\text{cm}^{-1}$ ), entre las muestras HDPE RL y HDPE.

evolución de la conformación estructural de las muestras como consecuencia del estiramiento. Dichas diferencias no resultan tan marcadas como en el tratamiento longitudinal del apartado anterior.

### 3.3. Sustracción espectral

Con objeto de estudiar con más profundidad el efecto de la fractura sobre la microestructura de las muestras, se ha realizado una serie de sustracciones espectrales entre los films de HDPE fracturados, y los correspondientes sin tratar. Se ha elegido un factor de acuerdo con los criterios expuestos en el apartado 2.3.

#### . Rotura longitudinal

Los resultados se representan en las Figuras 7 y 8.

De la observación de las Figuras 7 y 8, se constata la aparición de una serie de bandas en la parte superior e inferior de la línea de base, que se asimilarán a la formación y eliminación, respectivamente, de determinados grupos funcionales, como consecuencia de la fractura. Dichas bandas se representan en la Tabla I, con indicación de su asignación.

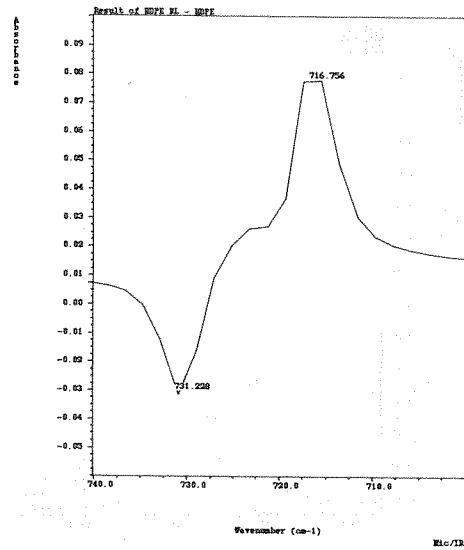


Fig.8. Resultado de la sustracción espectral (740 a 700  $\text{cm}^{-1}$ ), entre las muestras HDPE RL y HDPE.

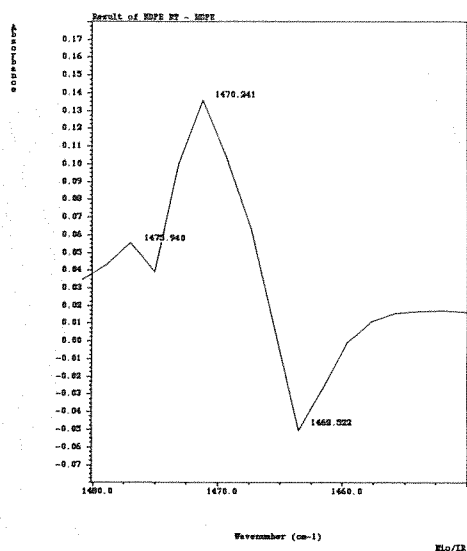
**TABLA I.** Bandas de absorción observadas como consecuencia de la rotura longitudinal del film de HDPE. Se indican las interpretaciones sugeridas.

SUSTRACCION (HDPE RL)-(HDPE)		
Banda nº de ondas	Zona de la línea de base	Interpretación sugerida
1476-78	Superior	Deformac.CH <sub>2</sub> -O
1470	Superior	Deformac.C-CH <sub>3</sub>
1462	Inferior	Deformac.CH <sub>2</sub>
731	Inferior	Esqueleto(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub>
717	Superior	Deformac.C-H

Los resultados tabulados constatan la rotura y/o ramificación de cadenas poliméricas por aparición de vibraciones de grupos CH<sub>3</sub>, así como variaciones conformacionales de la estructura debidas a cambios en vibraciones asociadas a grupos CH<sub>2</sub>, además de reacciones de oxidación por aparición de vibraciones CH<sub>2</sub>-O.

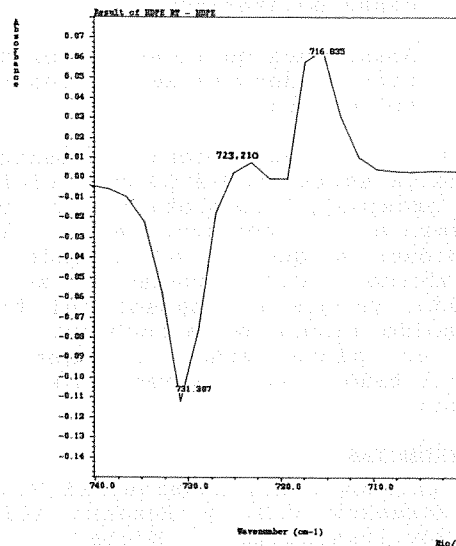
. Rotura transversal

La sustracción se ha realizado de idéntica forma que para el caso de rotura longitudinal. Los resultados se representan en las Figuras 9 y 10.



**Fig.9.** Resultado de la sustracción espectral (1480-50cm<sup>-1</sup>)entre las muestras HDPE RT y HDPE.

La Tabla II, indica las bandas detectadas en la parte superior e inferior de la línea base, para las sustracciones espectrales efectuadas, así como la interpretación asignada a cada una de ellas.



**Fig.10.** Resultado de la sustracción espectral (740 a 700 cm<sup>-1</sup>),entre las muestras HDPE RT y HDPE.

**TABLA II.**Bandas de absorción observadas como consecuencia de la rotura transversal del film de HDPE. Se indican las interpretaciones sugeridas.

SUSTRACCION (HDPE RT)-(HDPE)		
Banda nº de ondas	Zona de la línea de base	Interpretación sugerida
1476	Superior	Deformac.CH <sub>2</sub> -O
1470	Superior	Deformac.C-CH <sub>3</sub>
1463	Inferior	Deformac.CH <sub>2</sub>
731	Inferior	Esqueleto(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub>
723-17	Superior	Deformac.C-H

Los resultados de esta Tabla conducen a consideraciones muy similares a las correspondientes a la rotura longitudinal.

**4. DISCUSION**

Los espectros infrarrojos de las muestras de HDPE alargadas hasta su rotura y a un 50% de la misma, en sentido paralelo y perpendicular respecto al eje del film, y especialmente, el procesado de dichos espectros mediante sustracción espectral entre la muestra conducida hasta el limite de su rotura y la correspondiente muestra sin tratar, con elección del factor adecuado para compensar las variaciones de espesor como consecuencia de los estiramientos sufridos, han permitido constatar:

1. Cambios conformacionales de consideración en la estructura del polimero como consecuencia de la fractura/estiramiento.

2. Rotura y/o ramificación de cadenas poliméricas.
3. Reacciones químicas de oxidación en determinadas cadenas poliméricas.

El estudio de la zona espectral comprendida entre  $3500-2500\text{ cm}^{-1}$  (infrarrojo próximo), completaría y muy posiblemente confirmaría las conclusiones a que se ha llegado en este informe. Dicho examen no se ha realizado, ya que el espesor del film ha ofrecido bandas de absorbancia muy grande en dicha zona, lo que ha imposibilitado su apreciación y procesado.

##### 5. REFERENCIAS

- [1] Zhurkov S.N., Zakarevskii V.A., Korsukov V.E. y Rusenko V.S., Sov.Phys.Solid State 13, 1680(1972).
- [2] Scola D.A., Pike R.A., Vontell J.H., Pinto J.P. y Brunete C.M., High Performance Polymers 1, n<sup>o</sup>1, 17-30(1989).
- [3] Yang X., Long F., Shen D. y Qian R., Polymer Communications 32, n<sup>o</sup>4, 125-128(1991).
- [4] Nanasimahas - Wamy T., Sumathi S.C. y Reddy B.S.R., Polymer 32, n<sup>o</sup>18, 3426-3432(1991).
- [5] Gaboury S.R. y Urban M.W., Polymer Communications 32, n<sup>o</sup>13, 390-392(1991).
- [6] Fernández-Berridi M.J., Valero M., Martínez de Ilarduya A., Espi E. y Iruín J.J. (pendiente de publicación).
- [7] Mertz E. y Kolnig J. en "Application of FT-i.r. and NMR to Epoxy Resins"(Ed, Springer-Verlag) pp.75-112(1986).
- [8] Hruszka P., Jurga J., Brycki B. y Pislewski N., Polymer 32, n<sup>o</sup>16, 2921-2925(1991).
- [9] Dolby P.A., McIntyre R., Polymer 32, n<sup>o</sup>4, 586-589(1991).
- [10] Barbucci R., Casolaro M., Magnani A. y Roncolini C., Polymer 32, n<sup>o</sup>5, 897-903(1991).
- [11] Sondag A.H.M., Raas M.C., Polymer 32, n<sup>o</sup>6, 2917-2920(1991).
- [12] Goldner M.J., Research and Development Magazine, 56-60 (1991).

**TENACIDAD A LA FRACTURA DE UN ACERO RAPIDO DE HERRAMIENTAS Px30S  
SINTERIZADO EN GAS Y EN VACIO**

Urrutibeaskoa, I; Martínez, V.P. y Urcola, J.J.

CEIT (Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa),  
Paseo de Manuel Lardizabal, 15 20009 - SAN SEBASTIAN

Se resumen los resultados de la tenacidad a la fractura de un acero Px30S obtenido por sinterizado en vacío y en una atmósfera (90%N<sub>2</sub>,9%H<sub>2</sub>,1%CH<sub>4</sub>); los productos sinterizados fueron posteriormente templados y revenidos. Se evaluó el factor crítico de intensidad de tensiones mediante el ensayo Barker en probetas cilíndricas cortas entalladas. Dicho factor variaba entre 13.7 MPam<sup>1/2</sup> para durezas de 850 HV10 y 21.6 MPam<sup>1/2</sup> para durezas de 720 HV10. La austenita residual presente en el acero era del 1.9 y 25 % respectivamente. La fractografía puso de manifiesto un tipo de fractura de cuasi-exfoliación, observándose pocas facetas y de pequeño tamaño para los revenidos bajos en aceros sinterizados en gas con altos contenidos en austenita residual; para temperaturas de revenido más elevadas y/o para bajos contenidos en austenita residual, las superficies de fractura presentan un mayor número de facetas, asociadas a carburos no disueltos.

The present work summarises the values of fracture toughness obtained in a high speed steel Px30S, sintered in vacuum and in an atmosphere (90%N<sub>2</sub>,9%H<sub>2</sub>,1%CH<sub>4</sub>). The fracture toughness has been measured using short rod Barker specimens. Fracture toughness values from 13.7 to 21.6 MPam<sup>1/2</sup> were obtained when hardness changed from 850 HV10 (with 1.9 % retained austenite) to 720 HV10 (with 25 % retained austenite). Fractography has shown that in all specimens the main fracture mechanism is quasi-cleavage, increasing the number of facets with tempering temperature. Some of these facets were associated to primary carbides.

**1.- INTRODUCCION**

Los primeros trabajos para evaluar la tenacidad en aceros rápidos estuvieron orientados a valorar el efecto de las variables del proceso de fabricación sobre esta propiedad. Se trataba de cuantificar las ventajas que podrían tener los productos pulvimetalúrgicos sobre los mismos aceros fabricados por procesos convencionales y se decidió que la tenacidad a la fractura fuera la propiedad que discriminara qué proceso producía aceros rápidos de mejor calidad.

Johnson [1] estudió la tenacidad a la fractura de dos aceros rápidos, M2 y M7, usando probetas compactas y preagrietadas por fatiga. Las tenacidades disminuían desde 32 a 12 MPa  $\sqrt{m}$  cuando la dureza aumentaba desde 42 a 66 HRC. Olsson y Fischmeister [2] midieron la tenacidad a la fractura en un acero rápido M2, fabricado de tres formas diferentes: convencional, extrusión de polvos y

forja de polvos. Utilizaron probetas compactas, pero preagrietadas por impacto de acuerdo al método propuesto por Eriksson [3]. Los resultados para el acero M2 convencional concordaban con los de Johnson, y los valores de  $K_{Ic}$  disminuían de 32 a 13 MPa  $\sqrt{m}$  cuando la dureza se incrementaba de 50 a 65 HRC. En los aceros sinterizados-extruidos y sinterizados-forjados los valores de tenacidad fueron similares, aunque encontraron que el elevado contenido de oxígeno en los polvos  $\approx 2000-2500$  ppm afectaba negativamente a la tenacidad a la fractura.

Wronski y col. [4] estudiaron las propiedades de tenacidad de un acero rápido 18.4.1 convencional y otro sinterizado. La tenacidad a la fractura de ambos materiales se encontraba en el rango de 18 a 25 MPa  $\sqrt{m}$  -aunque ambos aceros alcanzaron los 30  $\sqrt{m}$  - pero el acero sinterizado resultó algo más tenaz con un valor medio de  $\approx 25$   $\sqrt{m}$ .

Rescalvo y Averbach [5] en el mismo acero 18.4.1 convencional, en muestras compactas pre-agrietadas por fatiga, midieron valores de  $K_{Ic}$  que variaban desde 20 a 22 MPa  $\sqrt{m}$  para durezas comprendidas entre 63 a 59 HRC. Concidieron con Olsson y Fischmeister en opinar que la tenacidad a la fractura está controlada principalmente por la microestructura y esencialmente por las propiedades de la matriz.

La fractura de los aceros rápidos de herramientas está generalmente asociada a inclusiones, porosidad y aglomerados de carburos [6,7]. El primero de dichos defectos se puede evitar utilizando aceros muy limpios; es el caso de los aceros fabricados convencionalmente. Éstos tampoco tienen el problema de porosidad residual, pero si presentan una severa estratificación de carburos segregados, producto de la solidificación y de los tratamientos termomecánicos previos. Por tanto, en los aceros convencionales los aglomerados de carburos suelen ser los núcleos de iniciación de grietas, pero el crecimiento de ellas viene controlado por las características de la matriz - principalmente martensita y austenita- y de la intercara matriz-carburo [8-9].

La metalurgia de polvos ofrece ventajas en cuanto a tener un control realmente efectivo en la distribución y tamaño de carburos. Además, es un método alternativo que ofrece menores pérdidas de material en el proceso de mecanizado final y menor costo de fabricación. La mejora de la microestructura puede permitir una notable disminución tanto de la deformación como del agrietamiento durante el tratamiento térmico de las piezas, así como mejores propiedades mecánicas. Una microestructura más uniforme proporciona una mejor tenacidad.

En el presente trabajo, que es continuación de otro realizado sobre un acero T15 [10], se evalúa la tenacidad a la fractura de un acero Px30S sinterizado en vacío y en gas. Los ensayos se realizaron sobre probetas cilíndricas cortas con entallas del tipo "chevron" (Probetas Barker). Se analiza la influencia de los tratamientos térmicos de revenidos múltiples a diferentes temperaturas, así como la cantidad de austenita retenida.

## 2.- TECNICAS EXPERIMENTALES

La composición química de los polvos se presenta en la Tabla 1.

Las muestras fueron compactadas en frío en una matriz cilíndrica a una presión de 500 MPa. Los compactos para

Tabla 1.- Análisis químicos de los polvos

C	Cr	Co	Mn	Mo	V	W	O <sub>2</sub> (ppm)
1.29	4.03	8.45	0.64	4.83	2.96	6.25	667

lograr los cilindros de tenacidad Barker se prensaron a dimensiones de 24 mm de altura y 16 mm de diámetro. La sinterización se realizó en un horno Lindberg de 6 calefactores de carburo de silicio, que permite alcanzar temperaturas hasta 1500°C. Como cámara de horno se utilizó un tubo metálico de acero inoxidable refractario. El tubo conteniendo la muestra era sometido a un vacío mejor que  $\approx 2 \times 10^{-5}$  bars o se hacía fluir en el interior del mismo, previa una purga, la atmósfera gaseosa (90%N<sub>2</sub>, 9%H<sub>2</sub>, 1%CH<sub>4</sub>). Tras el sinterizado, el tubo conteniendo las muestras se enfriaba al aire, obteniéndose una velocidad de enfriamiento de  $\approx 250^\circ\text{C}/\text{min}$  hasta 800°C.

Las probetas antes de ser tratadas térmicamente fueron mecanizadas según las dimensiones propuestas por Barker [11] para una relación entre longitud y diámetro de 1.5. Tras el mecanizado, las probetas fueron austenizadas a 1200°C durante tres minutos, templadas en aceite y revenidas por tres veces -durante una hora cada vez- a las temperaturas de 535, 550 y 570°C las sinterizadas en vacío y 550, 585 y 620°C las de gas.

A través de la técnica de Metalografía cuantitativa se determinó el tamaño de grano austenítico y la fracción volumétrica de carburos totales para las diferentes condiciones de tratamientos térmicos. En el primero de ellos, se utilizó el método de intersección lineal media [12], sobre un promedio de 650 intersecciones. Las muestras eran atacadas con reactivo Vilella, con objeto de no revelar la martensita y definir más claramente las juntas de granos.

La cantidad de austenita retenida para todas las condiciones de tratamientos térmicos, fue medida a través de difracción de rayos X, según el método propuesto por Miller [13]. A través de técnicas de metalografía cuantitativa [12] se determinó la cantidad de carburos -MC y M<sub>6</sub>C- y su composición química fue analizada mediante el sistema de microanálisis EDAX.

Los ensayos de tenacidad a la fractura de cilindros cortos se realizaron en una máquina universal Instron con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0.05 mm min<sup>-1</sup>, siguiendo un procedimiento desarrollado por Barker [11]. Una descripción de la realización práctica del ensayo está detallada por Martínez y col. [9]. Técnicas de S.E.M.

también fueron empleadas para analizar las superficies de fractura de las probetas de tenacidad Barker.

3.- RESULTADOS

Todas las muestras sinterizadas alcanzaron densificaciones sobre un 99% de la densidad teórica. Los tamaños de grano austenítico medidos en la condición de temple, fueron de  $20 \pm 1 \mu\text{m}$  en las sinterizadas en gas y de  $17.8 \pm 0.9 \mu\text{m}$  en las de vacío. Por otra parte, se encontró que para el material sinterizado en vacío el tamaño máximo de carburo analizado  $\text{M}_6\text{C}$  fue de  $\approx 11.6 \mu\text{m}$ , siendo su tamaño medio de  $\approx 3.6 \mu\text{m}$ . Para el sinterizado en gas, el tamaño medio de los carburos  $\text{M}_6\text{C}$  fue de  $1.62 \mu\text{m}$ , siendo el mayor de  $9.41 \mu\text{m}$ ; el tamaño medio de los carbonitruros MX fue de  $0.96 \pm 0.04 \mu\text{m}$ . En la Fig. 1 se presentan las micrografías correspondientes al tratamiento térmico del acero Px30S. En las muestras templadas la microestructura es principalmente martensita fina, austenita retenida (en mayor cantidad en las muestras sinterizadas en gas) y carburos  $\text{M}_6\text{C}$  y masivos primarios del tipo MC (en las muestras sinterizadas en vacío) y finos carburos MX en las muestras sinterizadas en gas. La composición química de los diversos carburos y carbonitruros se presenta en la Tabla 2.

Tabla 2.- Composición química de carburos primarios

		Mo	V	Cr	Fe	Co	W
VACIO	$\text{M}_6\text{C}$	21.6	3.8	3.2	30.0	3.9	37.5
	MC	19.3	42.9	3.4	4.1	0.3	30.0
GAS	$\text{M}_6\text{C}$	21.8	1.9	2.7	30.1	3.8	39.6
	MX	6.2	53.3	3.2	6.4	4.6	26.2

De la Tabla 2 se desprende que los carburos del tipo MC son ricos en vanadio y wolframio, en cambio, los del tipo  $\text{M}_6\text{C}$  lo son en wolframio y hierro. También conviene resaltar que el cobalto sólo se encuentra presente en partículas del tipo  $\text{M}_6\text{C}$ . La cantidad total de carburos presente tras el austenizado y temple es de  $\approx 8.8$  y  $16.4$  % para las muestras sinterizadas en vacío y en gas respectivamente, presentando dichas muestras durezas de  $\approx 800$  y  $543$  HV10 respectivamente. En el revenido -Fig. 1b y d- no se observan un cambios microestructurales notables, excepto la progresiva sustitución de austenita por martensita. La probeta sinterizada en gas y revenida por tres veces a  $585^\circ\text{C}$  -Fig. 1(b)- tiene  $\approx 9.8$  % de austenita

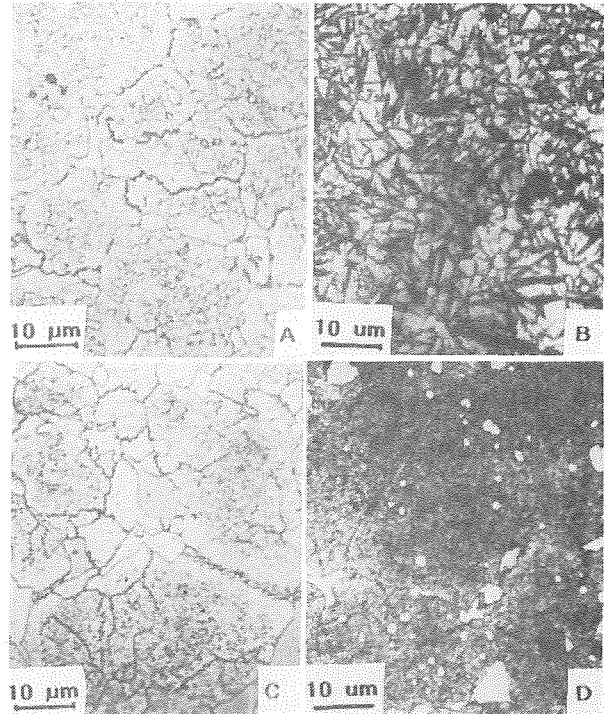


Fig. 1.- Microestructuras de trat. térmicos. (a) Sinterizado en gas y austenizado a  $1200^\circ\text{C}$ , (b) idem Rev. 585, (c) Sinterizado en vacío y austenizado a  $1200^\circ\text{C}$  y (d) idem revenida a  $550^\circ\text{C}$ .

retenida y una dureza media de  $850$  HV10, la sinterizado en vacío y revenida a  $550^\circ\text{C}$  -Fig. 1(d)- contiene  $\approx 3.3$  % de austenita y una dureza media de  $780$  HV10. Se observa claramente que la dureza aumenta conforme el contenido de austenita retenida disminuye; en la Fig. 2(a) se han representado todos los pares de valores determinados de dureza y austenita retenida. La ecuación para este ajuste es

$$H \text{ (HV10)} = 817 - 2.72 \times (\% \gamma_R) \quad (1)$$

el límite de confianza del 95% para la pendiente, en este caso varía entre  $-1.30$  y  $-4.14$ . La Fig. 2(b) muestra la variación de la tenacidad a la fractura con la dureza, e, indirectamente, con la cantidad de austenita retenida. Los valores experimentales que se han representado en la Fig. 2(b) se ajustaron a una recta cuya ecuación es:

$$K_{Ic} \text{ (MPa.m}^{3/2}\text{)} = 48.0 - 0.004 \times H \text{ (HV10)} \quad (2)$$

en que el intervalo de confianza del 95% para la pendiente es de  $-0.0021$  y  $-0.0059$ .

En la Tabla 3 se resume los valores de tenacidad, dureza y cantidad de austenita residual. También se agregan los valores de los tamaños de las zonas plásticas  $r_p$ , en función de la temperatura de revenido. Cada cifra



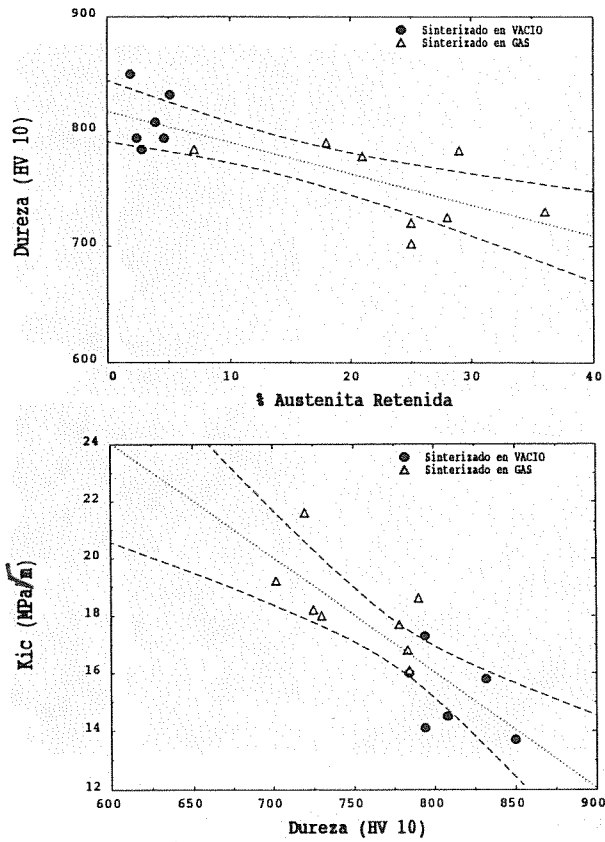


Fig. 2.- (a) Relación entre dureza y cantidad de austenita retenida. (b) Relación entre  $K_{Ic}$  y dureza de rev.

representa el valor medio de tres medidas. Se observa que conforme la dureza de revenido aumenta, desde 725 a 784 HV10, la tenacidad a la fractura disminuye de 19.3 MPa $\sqrt{m}$  a 17.5 MPa $\sqrt{m}$ . Este descenso de tenacidad está acompañado de una disminución de la cantidad de austenita retenida, desde 29.6 a un 15.3 %. En vacío, la variación de dureza es entre 830 y 789 HV10, y le corresponde una variación de tenacidad entre 14.6 y 19.7 MPa $\sqrt{m}$ .

La observación de las superficies de fractura mostró que, aunque todas las superficies presentan un modo mixto de fractura -quasi-cleavage- es posible encontrar algunas diferencias. En la Fig. 3a se muestra la superficie de fractura de una probeta sinterizada en gas y revenida a 620°C que mostró una dureza de 778 HV y 21% de austenita retenida. Se observan los pequeños carbonitruros MX, así como carburos  $M_6C$ , algunos de ellos rotos o agrietados. La fractura de la Fig. 3b, en cambio, pertenece a una probeta sinterizada en vacío y revenida a 550°C, con un 1,9%  $\gamma_R$  y 850 HV de dureza. En ella se pueden encontrar carburos masivos MC. En ambas se ven inclusiones de SMn entre los carburos.

Tabla 3.- Resumen de  $\gamma_R$ , dureza,  $K_{Ic}$  y tamaños de zonas plásticas

Atmósfera de sint.	Temp. de Rev. (°C)	Austenita Ret. (%)	Dureza (HV10)	$K_{Ic}$ MPa $\cdot m^{1/2}$	$r_p$ ( $\mu m$ )
gas	550	29.6	725	19.3	3.4
	585	27.0	743	18.0	2.8
	620	15.3	784	17.5	2.4
vacío	535	2.4	794	14.1	1.5
	550	3.6	830	14.6	1.5
	570	3.7	789	19.7	3.0

4.- DISCUSION

La austenita retenida es un microconstituyente propio de los aceros rápidos de herramientas tras el temple principalmente por la gran cantidad de elementos aleantes presentes en los mismos que al entrar algunos de ellos en solución la estabilizan a temperatura ambiente; los más importantes entre éstos últimos son el carbono y el nitrógeno. En el presente caso, como en otros aceros, tras el sinterizado en atmósfera industrial -con la incorporación de nitrógeno durante la sinterización- [14], la cantidad de austenita retenida resulta mayor que en los aceros sinterizados en vacío para las mismas condiciones de revenido. En este acero se presenta también una disminución de la dureza con la cantidad de austenita retenida. Se debe destacar, sin embargo, que la pendiente media de la curva de la Fig. 2a es inferior a la encontrada para otros [10].

La determinación de la tenacidad a la fractura a través del método propuesto por Barker ofrece considerables ventajas respecto de los métodos establecidos para probetas compactas. Especialmente si se considera que en las probetas cilíndricas cortas no es necesario el pre-agrietamiento, ya sea por fatiga [15] o por impacto [3], que son los métodos más utilizados en aceros rápidos de herramientas. En este tipo de ensayos las entallas tipo chevron de la probeta Barker imponen el camino de propagación a la grieta. Aún existiendo defectos importantes, como son carburos masivos del tipo MC, poros residuales e inclusiones de SMn, la grieta principal no logra cambiar de plano de fractura.

Los valores de tenacidad a la fractura que se han obtenido en el presente trabajo son comparables a otros resultados obtenidos en otros aceros, tanto tras sinterizado en vacío como en atmósfera industrial. Se debe destacar también que

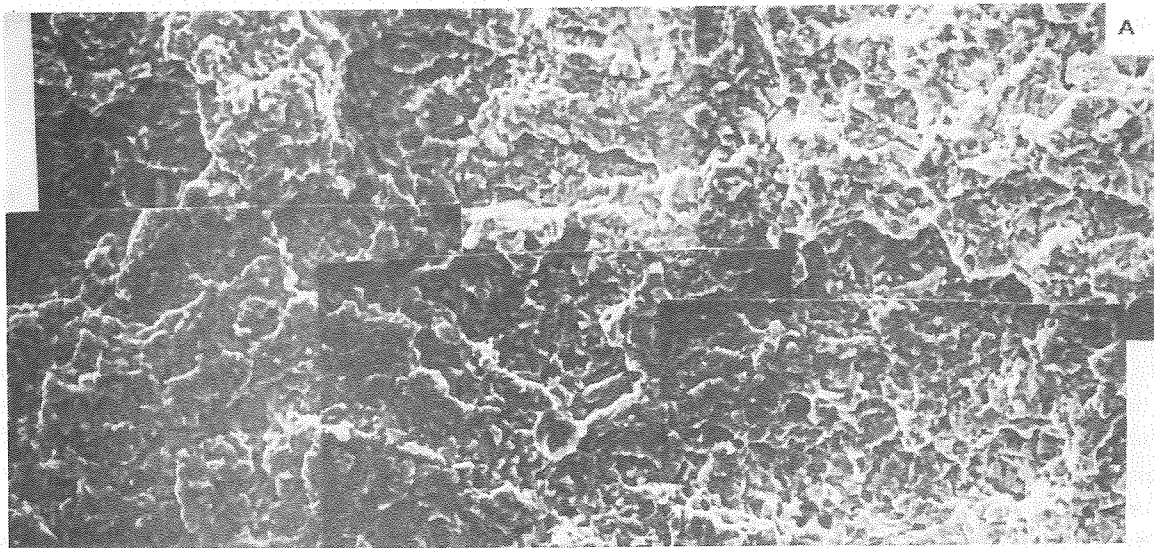
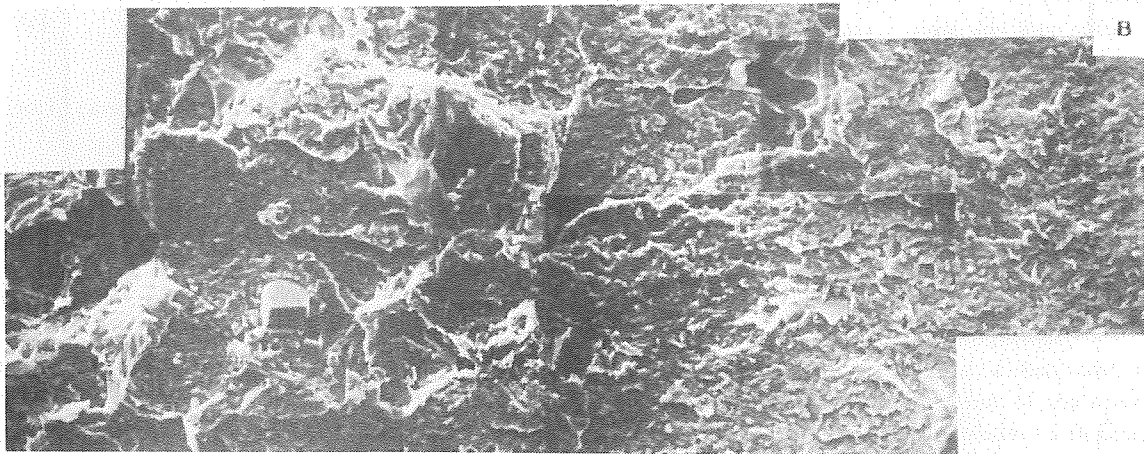


Fig. 3 a) Fractura de probeta sinterizada en gas y revenida a 620°C  
b) Fractura de probeta sinterizada en vacío y revenida a 550°C



la tenacidad a la fractura disminuye al aumentar la dureza, siendo en este caso la pendiente de disminución media inferior a la observada en otros aceros [10]. Por otra parte, en la Fig. 4 se representa la tenacidad a la fractura frente a la cantidad de austenita residual. Se observa un aumento de la tenacidad con la cantidad de austenita residual. Este hecho es debido en parte a que la austenita retenida al ser más tenaz que la martensita, se deforma plásticamente en el frente de la grieta principal, logrando de este modo un enroscamiento de ésta que frenará su propagación a través de la matriz; pero se ha observado además [16] que la austenita se transforma en martensita en el frente de la grieta, actuando por tanto como un disipador o absorbedor de energía, lo que hace que aumente la tenacidad. Un hecho que debe destacarse es la aparente saturación del efecto de la austenita residual en la tenacidad a la fractura a partir de fracciones del orden del 30%. Este fenómeno, que ha sido observado en otros aceros rápidos [14] y en una fundición ADI [17], parece indicar, dado que la propagación de la grieta afecta exclusivamente a una región, estrecha a ambos lados de la misma, que un

aumento en la fracción volumétrica de la fase blanda (a través de la cual progresa la grieta) por encima de la fracción mínima (30%) para lograr una fase continua, va a tener poco efecto en la tenacidad a la fractura.

El modo de fractura y el aspecto superficial observado en la Fig. 3, coincide con el observado por otros investigadores [2,9,18,19]. En estos aceros la fractura ocurre de un modo mixto ó transgranular complejo. El aumento de la tenacidad está acompañado por un cambio fractográfico poco notorio en la superficie de fractura. A mayor tenacidad se observa, quizás, que la matriz no presenta facetas de gran tamaño. Los carburos secundarios no se encontraron fracturados, con lo que, como Knott [20] sugiere, no habrían actuado como centros de nucleación de la grieta. Por el contrario, los carburos masivos primarios precipitados en las juntas de granos si se observan en forma de facetas. Olsson y col. [2] señalan que estas partículas individuales distribuidas aleatoriamente en los aceros pulvimetalúrgicos, serían el camino preferencial para la propagación de la grieta en contraposición al de las

cadenas de carburos encontradas en los aceros convencionales.

Para las más elevadas durezas, la fractografía de la Fig. 3b presenta un cambio en relación a la cantidad de facetas en la matriz. Se observa que prácticamente no existe evidencias de microplasticidad. Lee y col. [8] señalan que en estas condiciones de microestructura existe una escasa definición de los planos de exfoliación, presentándose por tanto un modo complejo de fractura.

Olson y col. [2] señalan que la propagación de la grieta generalmente se considera que es dependiente de la microestructura cuando el tamaño de la zona plástica en la punta de la grieta es similar a los parámetros metalúrgicos, como por ejemplo, el tamaño de grano austenítico. Si se tienen condiciones de deformación plana, el radio de esta zona está dado por  $1/6\pi (K_{Ic}/\sigma_y)^2$  [20]. Los valores determinados para este acero y estimando que el esfuerzo de fluencia  $\sigma_y$  es un tercio de la dureza HV expresada en MPa, se encuentran en la Tabla 3. En ella se observa que los tamaños de las zonas plásticas son del orden de los tamaños de grano austeníticos. Esto lleva a suponer que la propagación de la grieta podría estar controlada por dicha característica microestructural.

## 5.- CONCLUSIONES

- 1) La tenacidad a la fractura mantiene una relación inversa con la dureza de revenido, encontrándose una razonable correlación para el pequeño rango de durezas logrado con los diferentes revenidos.
- 2) Se ha observado que existe una aceptable correlación entre dureza de revenido y cantidad de austenita retenida.
- 3) El análisis fractográfico ha mostrado que el modo de fractura en las probetas cilíndricas cortas es del tipo mixto "quasi-cleavage".
- 4) La tenacidad a la fractura aumenta con el contenido en austenita residual hasta porcentajes del 30%, observándose una saturación para valores superiores.
- 5) No se han encontrado diferencias significativas en el comportamiento mecánico de los aceros sinterizados en gas y en vacío.

## 6.- REFERENCIAS

- [1] Johnson A.R.; Metall. Trans., Vol. 8A, 1977, pp. 891-897.
- [2] Olsson L.R. y Fichmeister H.F.; Powder Metall., N° 1, 1978, pp. 127-140.
- [3] Ericksson K.; Scand J. Metall., 2, 1987, pp. 197-203.
- [4] Wronski A.S., Rebbeck M.M. y Amen S.A.; J. Mater. Sci., 23, 1988, pp. 2213-2219.

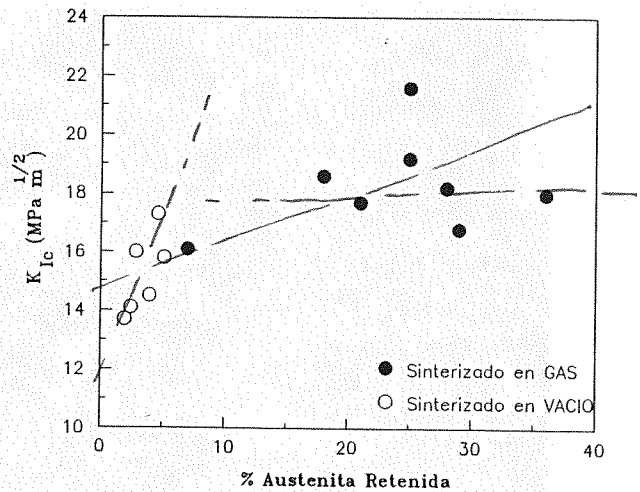


Fig. 4 - Variación de  $K_{Ic}$  con la cantidad de austenita retenida.

- [5] Rescalvo J.A. y Averbach B.L.; Metall. Trans., 10A, 1979, pp. 1265-1271.
- [6] Wronski A.S., Hussein-AI-Yassari L.B. y Jagger F.L.; Powder Metal., 22, 1977, pp. 109-118.
- [7] Shelton P.W. y Wronski A.S.; Mater. Sci. and Techn., Vol. 13, 1987, pp. 260-267.
- [8] Lee S.C. y Worzala F.J.; Metall. Trans., Vol. 12A, 1981, pp. 1477-1484.
- [9] Martínez V.P., Palma R.H. y Urcola, J.J.; J. Met. Powder Rep., V44, 11, 1989, pp. 751-757.
- [10] V. Martínez, R. Palma y J. J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, Marzo 1990.
- [11] Barker L.M.; ASTM-STP 678, 1979, pp. 73-82.
- [12] Sellars C.M.; "Quantitative Metallography", E.S.I.I., San Sebastián 1986.
- [13] Miller R.L.; Trans. ASM 57, 1964, pp. 892-899.
- [14] Haswell W.T., Stasko W. y Dax F.R., Ed. M.G.H. Wells y L.W. Lherbier, AIME, Warrendale P.A., 1980, pp. 147-156.
- [15] Beiss P. y Podob M.T.; Powder Metal., Vol. 25, 2, 1982, pp. 69-74.
- [16] Kasak A. y Dulis E.J.; Powder Metal., 2, 1978, pp. 114-123.
- [17] J. Aranzábal, I. Gutierrez, J. M. Rodríguez y J. J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, España, Marzo 1990.
- [18] Martínez V.P., Palma R.H. y Urcola J.J.; J. Mater. Sci., 1990, 225, pp. 3359-3367.
- [19] Martínez V.P.; Tesis Doctoral, Universidad de Navarra, España, 1990.
- [20] Knott J.F.; "Fundamentals of Fracture Mechanics", London, Butterworths, 1973, pp. 94-149

**RESISTENCIA A LA FRACTURA EN FLEXION DE UN ACERO DE  
HERRAMIENTAS Px30S SINTERIZADO EN GAS Y EN VACIO.**

Urrutibeaskoa I., Jauregi S., Martínez V. y Urcola J.J.

CEIT (Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipuzcoa)  
P<sup>a</sup> Manuel de Lardizabal, 15-20009 SAN SEBASTIAN

Se resumen los resultados de dureza, módulo de Young, resistencia a la flexión junto con los contenidos de austenita residual de un acero rápido de herramientas Px30S sinterizado en gas y en vacío. Tras los tratamientos térmicos de austenización, temple y revenido se consiguió una gama de durezas que oscilaba entre 700 HV10 y 900 HV10 en las muestras sinterizadas en vacío y entre 550 y 900 HV10 en las sinterizadas en gas, correspondiéndoles una variación de la cantidad de austenita residual del 20% al 2% y del 64% al 5% respectivamente. Los revenidos triples se realizaron a 535, 550 y 570°C (probetas sinterizadas en vacío) y a 550, 585 y 620°C (probetas sinterizadas en gas). El módulo de Young aumentaba desde 195 GPa hasta 230 GPa conforme aumentaba la dureza. La resistencia a la fractura por flexión variaba entre 0.9 y 1.5 GPa. Los núcleos de iniciación de la fractura fueron, en todos los casos analizados, poros residuales, localizados en la superficie sometida a tracción o muy cercanos a ella.

Hardness, Young's modulus and bend strength were measured in a gas and vacuum sintered Px30S high speed steel. After different heat treatments the hardness was in the range 700 - 900 HV10 for vacuum sintered specimens and in the range 550-900 HV10 for gas sintered specimens. The amount of retained austenite varied from 20% to 2% and from 64% to 5% respectively. The triple temperings were carried out at 535, 550 and 570°C (vacuum sintered specimens) and at 550, 585 and 620°C (gas sintered specimens). Young's modulus increased from 195 to 230 GPa with increase in hardness and the four point bend strength was between 0.9 and 1.5 GPa. Fracture initiation was always from residual porosity located at or nearby the surface of maximum tension stress.

**1.- INTRODUCCION**

La resistencia a la fractura en flexión y la tenacidad a la fractura de aceros rápidos de herramientas sinterizados (M2[1], T6[2], T42[3], T15[4]) han sido el objeto de recientes investigaciones. Con objeto de relacionar los núcleos iniciadores de fractura con aspectos microestructurales, se han investigado también las microestructuras de los mismos, en particular la porosidad y los carburos. La presencia de poros de gran tamaño, 50  $\mu\text{m}$ , es una de las características que puede distinguir los aceros sinterizados de los convencionales de fusión y forja, en los que en cambio se pueden encontrar largas cadenas de carburos. Tanto las cavidades como las cadenas de carburos no parecen afectar fundamentalmente a las propiedades de corte de estos aceros, pero sí y de forma notable a la resistencia a la fractura de los mismos. Como

se ha comentado en diversas ocasiones, los aceros rápidos están despertando interés en aplicaciones como rodamientos en las que se requiere una adecuada tenacidad y resistencia a la fractura, de ahí la importancia de estudiar las características de tenacidad [5,6 y 7] y el papel de los diversos defectos en el proceso de fractura de los mismos. En el presente trabajo, que es continuación de otro [4] en el que se estudiaba la fractura de un acero grado T, se analiza mediante el ensayo de flexión en cuatro puntos la resistencia a la fractura (ruptura transversal) de muestras de acero rápido de herramientas grado M (Px30S) sinterizadas en vacío y en gas.

## 2.- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los polvos utilizados en este trabajo fueron fabricados por Powdrex Ltd.(England), atomizados en agua y posteriormente recocidos. El análisis químico de los polvos se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1 Análisis químico del polvo Px30S, % peso

C	Si	Cr	O ppm	Co	V	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	W
1.29	0.20	4.03	667	8.45	2.96	0.09	0.64	4.83	0.21	0.022	0.22	6.25

Estos polvos tras ser mezclados durante 2 horas con una adición de 0.2% en peso de grafito de alta pureza se compactaron uniaxialmente en un matriz de 63 x 9 x 9 mm, aplicándose una presión de 500 MPa y utilizando estearato de cinc como lubricante en las paredes de la matriz y el punzón. La sinterización se llevó a cabo en un horno Lindberg de 6 calefactores de carburo de silicio que alcanza temperaturas hasta 1500°C. Como cámara de horno se utilizó un tubo metálico de acero inoxidable refractario, de modo que permitiera ser colocado o sacado del interior del horno en el momento oportuno. El tubo conteniendo la muestra se introducía en el horno y se procedía al sinterizado durante 1 hora bien bajo vacío mejor que  $2 \times 10^{-5}$  bars o en una atmósfera 90%N<sub>2</sub>, 9%H<sub>2</sub>, 1%CH<sub>4</sub>, que fluía de una manera continua. Terminado el tiempo de sinterización, el tubo conteniendo muestras era enfriado en aire, obteniéndose una velocidad de enfriamiento de ~250°C/min hasta 800 °C.

Las probetas fueron austenizadas durante 3 minutos a 1200 °C, templadas en aceite y revenidas tres veces a 535, 550, y 570 °C, las sinterizadas en vacío, y a 550, 585 y 620 °C, las sinterizadas en gas; posteriormente se rectificaron a barras de 5 x 6 mm de sección y 50 mm de longitud, que se ensayaron en un dispositivo de flexión en cuatro puntos con los rodillos exteriores separados 40 mm y los interiores 20 mm. La flecha se midió con un dispositivo LVDT. Las superficies de fractura se analizaron en un microscopio electrónico de barrido.

## 3.- RESULTADOS Y DISCUSION

Las densidades geométricas medidas en las probetas mecanizadas, que se ensayaron en flexión en cuatro puntos, fueron en todos los casos superiores al 99% de la densidad teórica. Los tamaños de grano austeníticos medidos en la condición de temple y revenido fueron de 10.4 μm para el material sinterizado en vacío y de 11.6 μm para el material sinterizado en gas. Las muestras sinterizadas en gas

presentan una estructura de carburos más fina que las sinterizadas en vacío, siendo en las mismas los carburos masivos del tipo M<sub>6</sub>C en vez de los carburos MC de las sinterizadas en vacío; éstos últimos se transforman en carbonitruros MX de tamaño muy fino, como se observa en la Fig. 1.

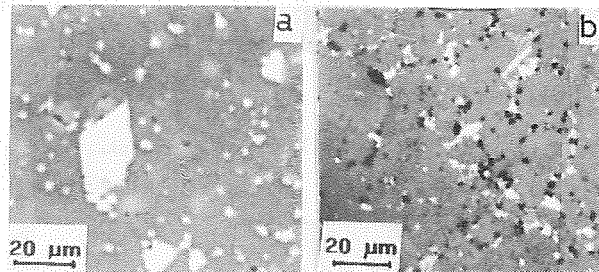


Fig. 1.- Efecto de la atmósfera de sinterización sobre la microestructura (a) Sinterizado en vacío, T=1255°C, (b) Sinterizado en gas, T=1230°C.

En la Fig. 2 se muestran unas micrografías típicas de dos muestras, una sinterizada en gas y revenida tres veces a la temperatura de 550°C (máximo de austenita residual), y otra sinterizada en vacío y revenida tres veces durante una hora a 570°C. Se puede observar en la Fig. 2a, los finos carbonitruros MX, junto a los carburos más brillantes M<sub>6</sub>C. En cambio, en la Fig. 2b se encuentran los carburos masivos MC y algunos más brillantes M<sub>6</sub>C. La estructura martensítica es muy clara en todas ellas, observándose en la sinterizada en gas y revenida a 550°C una proporción superior de zonas blancas de austenita residual frente a estructura totalmente martensítica de la sinterizada en vacío y revenida a 570°C.

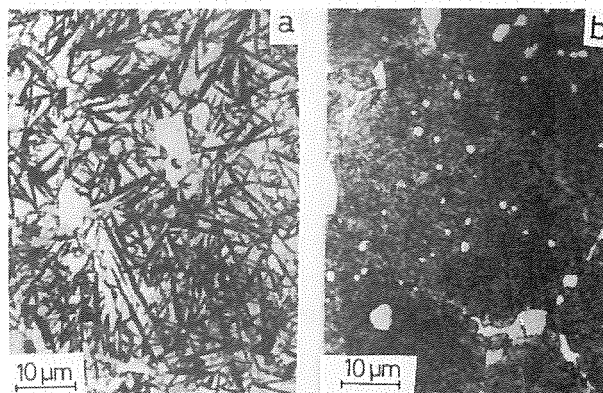


Fig. 2.- (a) Px30S sinterizado en gas y revenido tres veces a 550 °C; (b) Px30S sinterizado en vacío y revenido tres veces a 570 °C.

En la Tabla 2 se encuentran resumidas las medidas de austenita residual y de dureza para los dos materiales a las tres temperaturas de revenido, correspondiendo cada valor a la media de tres probetas ensayadas. En la misma se pone claramente de manifiesto que la eliminación de austenita residual conduce a un aumento de dureza. Comportamientos similares se han observado en aceros

rápidos templados y revenidos, obtenidos tanto por sinterizado en vacío [8,9] como en gas [10,11].

Tabla 2 Cantidad de austenita retenida y dureza

Atmósfera sint.	Temperatura Revenido	% Austenita residual	Dureza HV 10
gas	550	39	676
	585	23	795
	620	10	775
vacío	535	3	845
	550	9	809
	570	3	788

En la Fig. 3 se representa el módulo de Young frente a la cantidad de austenita retenida. En dicha figura se puede observar -dentro de una notable dispersión- que un aumento de austenita residual, tanto para los aceros sinterizados en vacío como para los sinterizados en gas, conduce a una disminución del módulo elástico en los primeros porcentajes. Para altos contenidos de austenita residual, por encima de 30%, el módulo elástico adquiere un valor de saturación de 200 GPa. Comportamientos similares se han encontrado en otros aceros rápidos [4].

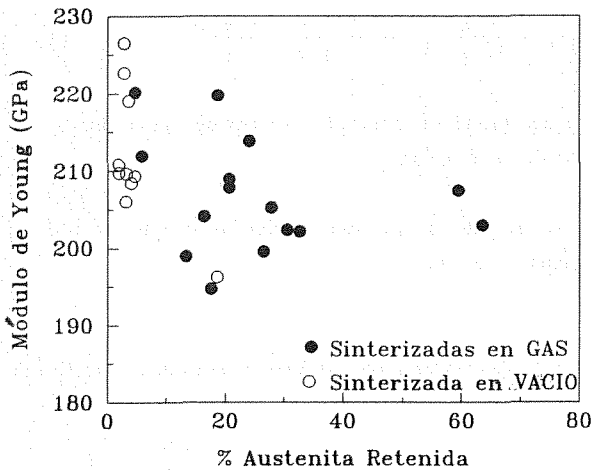


Fig. 3.- Efecto de la cantidad de austenita retenida sobre el módulo de Young.

Los valores observados para los más bajos contenidos de austenita, comprendidos entre 207 y 227 GPa son comparables a otros reportados en la literatura para estructuras totalmente martensíticas [1]; por otra parte valores comprendidos entre 195 y 205 GPa, aunque algo superiores a los correspondientes a aceros inoxidable austeníticos, son también valores razonables para una austenita notablemente cargada en elementos de aleación.

El hecho de que el módulo elástico se mantenga constante por encima del 30% de austenita parece indicar que dicho módulo depende exclusivamente de la fase matriz cuando la misma forma una fase continua dentro del material. Un efecto similar se ha observado para la tenacidad a la fractura de aceros rápidos [11,12] y de una fundición ADI [13].

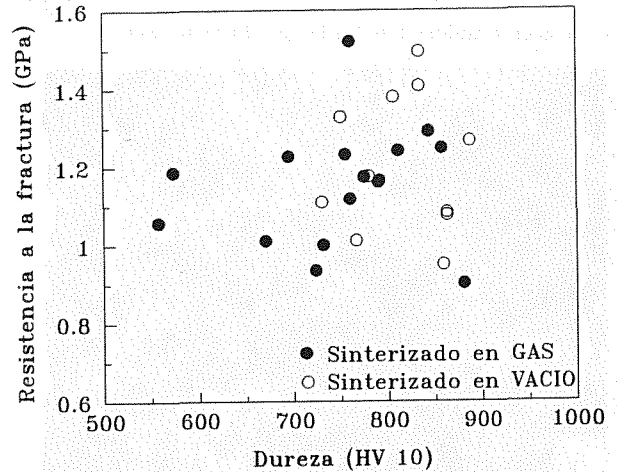


Fig. 4.- Dependencia de la tensión de fractura, con la dureza.

En la Fig. 4 se representan los valores de la resistencia a la fractura en flexión frente a la dureza. No se observa una influencia de la dureza en la resistencia, variando ésta entre 0.9 y 1.5 GPa y presentando, en general, el material sinterizado en gas menores durezas para la misma resistencia. Esto es consecuencia del mayor contenido en austenita residual presente en las muestras sinterizadas en gas. Estos valores son similares a los reportados en la literatura para aceros rápidos sinterizados [3].

En general, ha sido posible identificar la región de iniciación de la fractura con la ayuda del microscopio electrónico de barrido (SEM) en las probetas fracturadas. El defecto crítico se encuentra normalmente en la superficie de tensión tractiva máxima y en algunos casos en el borde (canto) de dicha superficie. Dichos defectos, generalmente, suelen ser poros residuales, aunque no se puedan descartar en ocasiones a las inclusiones de SMn presentes en este acero. Situaciones semejantes en las que la iniciación de la fractura se produce en defectos presentes en la superficie de tracción máxima han sido observadas por otros autores [3,14,15].

La Fig. 5 corresponde a dos micrografías de la superficie de fractura de probetas ensayadas a rotura por flexión en cuatro puntos. Se pueden observar en la Fig. 5a) facetas provenientes de la fractura de carburos del tipo MC junto a

facetas procedentes de la matriz, estas últimas de pequeño tamaño. La Fig. 5b), en cambio, corresponde a una muestra sinterizada en gas: se pueden ver los pequeños carbonitruros MX; también se encuentran inclusiones de SMn. Estas fracturas son muy similares a la observada en las probetas de tenacidad Barker [11,12] de los mismos aceros y es del denominado tipo mixto (quasi-cleavage). Este tipo de fracturas han sido observadas en otros trabajos sobre aceros rápidos efectuados por diversos autores [3,16].

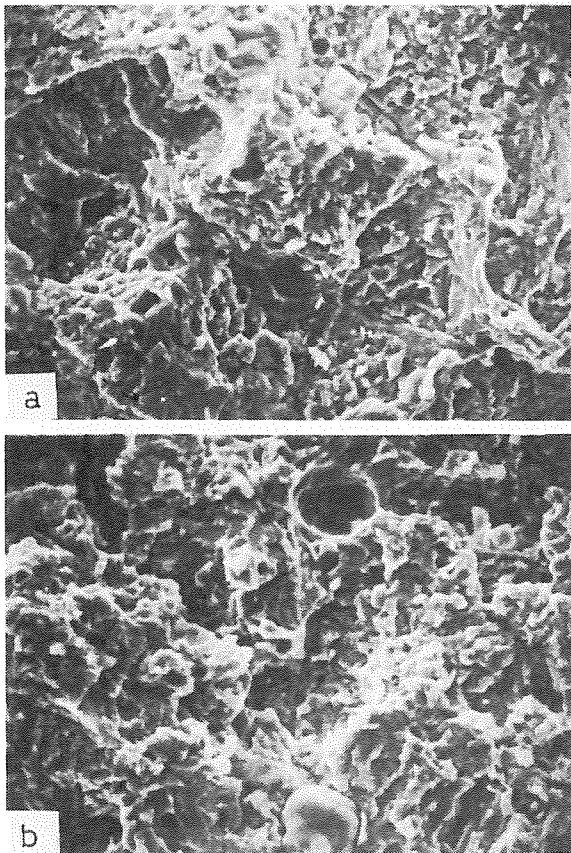


Fig. 5.- Superficie de fractura de una probeta de flexión en cuatro puntos a) sinterizada en vacío y revenida a 550 °C; b) sinterizada en gas y revenida a 585°C.

La observación de las superficies sometidas al máximo esfuerzo de tracción es muy importante para el análisis de defectos críticos responsables de la fractura de las probetas de flexión en cuatro puntos. En las presentes muestras se encontraron microgrietas exclusivamente en la zona de tensión máxima, a diferencia con las observaciones de otros autores [1,3], que encontraron grietas fuera de esta zona. En la Fig. 6 se muestra una microfografía de la superficie sometida a la tracción máxima de una muestra sinterizada en vacío, en la que se observa una grieta originada posiblemente por la fractura de carburos masivos tipo MC a través de los cuales progresa. Se debe resaltar que en ningún caso se ha observado que una grieta de este tipo haya sido el defecto crítico responsable de la fractura.

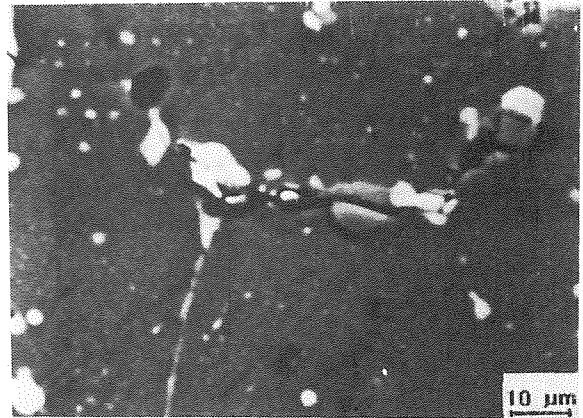


Fig. 6.- Superficie de tracción máxima de una muestra sometida a ensayo de flexión. Sinterizada en vacío y revenida a 535 °C.

Diversos autores han tratado de correlacionar la tenacidad a la fractura de un material con la resistencia a la fractura por flexión del mismo y los defectos que originaron tal fractura a través de las ecuaciones de la mecánica lineal de la fractura. Para ello se ha supuesto que los defectos - poros, carburos primarios o inclusiones- son o forman grietas elípticas o semielípticas superficiales. Se han utilizado expresiones como las de Irwin [17] que relacionan el tamaño de grieta crítica ( $a_c$ ) con la tenacidad a la fractura  $K_{Ic}$  y la tensión de fractura ( $\sigma_f$ ). En la hipótesis de grietas semielíptica externa la expresión resulta:

$$(a_c)_e = \frac{K_{Ic}^2}{\pi \sigma_f^2} \left[ \frac{\phi^2 - 0.212 (\sigma_f/\sigma_y)^2}{1.2} \right] \quad (1)$$

para una grieta de longitud  $a$  -mitad de eje menor- y un ancho  $2c$  -eje mayor.

Los valores de  $\phi$ , que son función de la relación  $a/c$ , se resumen en la Tabla 3

Tabla 3. Valores de  $\phi$  para diferentes razones de  $a/c$  (Irwin [17])

a/c	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1
$\phi$	1	1.05	1.15	1.28	1.42	$\pi/2$

El valor de la corrección, debido al factor de forma, puede oscilar aproximadamente entre 1 y 2.

En la Fig. 7 se muestra la variación de la tenacidad a la fractura  $K_{Ic}$ , medida mediante ensayos Barker, en función de la dureza para este mismo material [18].

Si en la expresión anterior para el tamaño de la grieta

crítica se sustituyen los valores de la tenacidad a la fractura que corresponden en la Fig. 7 a las mayores durezas y los valores máximos de la resistencia a la flexión, se obtienen valores para el tamaño de la grieta crítica comprendido entre 30 y 60  $\mu\text{m}$ , mientras que para los valores mínimos de resistencia a la flexión, los valores del tamaño de la grieta crítica están comprendidos entre 70 y 140  $\mu\text{m}$ . En cambio para las menores durezas los valores del tamaño de la grieta crítica pueden oscilar entre 130 y 300  $\mu\text{m}$ . Estos valores son comparables a los tamaños de poros encontrados en los presentes aceros (Figs. 8 y 9)

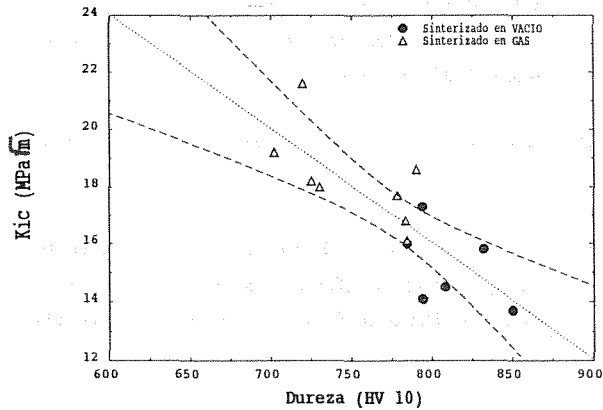


Fig. 7.- Variación de la tenacidad a la fractura del Px30S medida mediante ensayos Barker en función de la dureza.

≡ Fig. 2 del artículo anterior.

4.- CONCLUSIONES

1. Se ha encontrado una disminución del módulo elástico de los aceros rápidos al aumentar el contenido en austenita de los mismos. Para contenidos en austenita residual superiores al 30% el módulo elástico corresponde ya al de la austenita, al constituir la misma una fase matriz continua.
2. Apenas se ha encontrado variación de la resistencia a la flexión con la dureza, aunque si una apreciable dispersión de resistencias para una misma dureza.
3. Los lugares de iniciación de la fractura han sido normalmente poros residuales o inclusiones. En ningún caso las microgrietas encontradas en la zona de tensión máxima de tracción, nucleadas principalmente a partir de carburos primarios, han progresado hasta provocar la fractura.

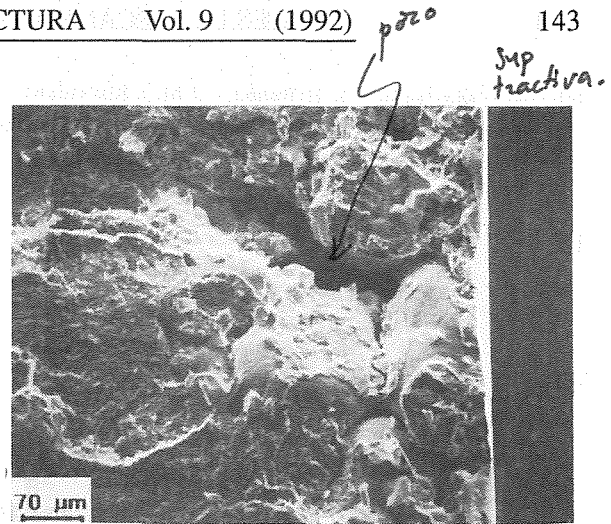


Fig. 8.- Inicio de la fractura. Px30S sinterizado en vacío y revenido a 535 °C.

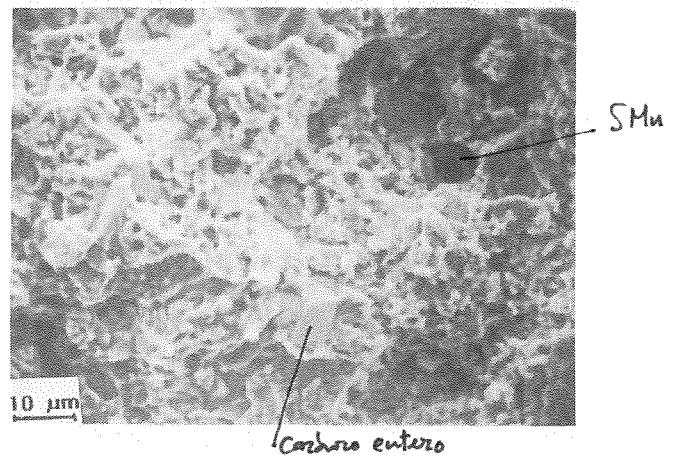


Fig. 9.- Superficie de fractura. Px30S sinterizado en gas y revenido a 550 °C.

4. Se ha encontrado una correlación aceptable entre los tamaños de defectos críticos calculados a partir de modelos L.E.F.M. y los tamaños de los posibles defectos causantes de la fractura.
5. No se han encontrado diferencias sistemáticas en cuanto a la resistencia a la flexión entre los materiales sinterizados en gas o en vacío.

5.- REFERENCIAS:

- [1] P.W. Shelton y A.S. Wronski; J. Mater. Sci., Vol. 17, Noviembre, 1983: p.533.
- [2] P.W. Shelton y A.S. Wronski; Mater. Sci. Technol., Vol. 3, 1987, p. 260.
- [3] C.S. Wrigth, A.S. Wronski y M.M. Rebbeck; Metals Tech., vol. 11, May. 1984: p.181.



- [4] V. Martínez, R.H. Palma, J.M. Rodríguez y J.J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, Marzo 1990
- [5] V.P. Martínez, R.H. Palma y J.J. Urcola; Proc. VI Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sevilla, España. Marzo 1989.
- [6] V.P. Martínez, R.H. Palma y J.J. Urcola; Ref. Met., Vo. 25, 1989, p. 79.
- [7] V.P. Martínez, R.H. Palma y J.J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, Marzo 1990
- [8] P. Maulik y W.J.C. Price, Powder Met., Vol. 30, 1987, p. 240.
- [9] A.S. Wronski, L.B. Hussein-Al-Yassari y F.L. Jagger; Powder Metall., 22, 1979: p.109.
- [10] V.P. Martínez, R.H. Palma y J.J. Urcola; J. Met. Powder Rep., Vo.44, (11), Nov., 1989: p.751.
- [11] V.P. Martínez, R.H. Palma y J.J. Urcola; J. Mat. Sci., 25, 1990, p. 3359.
- [12] V.P. Martínez, Tesis Doctoral, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Feb. 1990
- [13] J. Aranzábal, I. Gutierrez, J. M. Rodríguez y J. J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, Marzo 1990.
- [14] H. Johansson y R. Sandroström; Mat. Sci and Eng., 34, 1978: p.165.
- [15] H. Johansson; Metall. Trans., vol. 9A, Ene., 1978: p.95.
- [16] V.P. Martínez, R.H. Palma y J.J. Urcola; Proc. Intern. Confer. on Hot Isostatic Pressing of Materials, Abril, 1987, Amberes, Bélgica
- [17] G.R. Irwin y J.E. Kies; Welding Journal, 33(1954): p.193.
- [18] I. Urrutibeaskoa, V. P. Martínez y J.J. Urcola; Proc. IX Encuentro del Grupo Español de Fractura y I Congreso Hispano-Francés de Fractura, Aiguablava, España. Abril 1992.

## EFECTO DEL TRATAMIENTO TERMICO SOBRE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE UNA FUNDICION ESFEROIDAL BAINITICA (ADI)

A.M. Irisarri, J. Arriaran y J.R. Guridi

División Materiales Metálicos  
INASMET, C/Portuetxe, 12, 20009 SAN SEBASTIAN

Resumen. Se ha analizado el comportamiento frente a la fractura de probetas extraídas de bloques de fundición esférica bainítica de 12.5, 25 y 50 mm de espesor en tres estados de tratamiento térmico. Las probetas que han recibido el tratamiento térmico de austempering a la temperatura más alta exhiben una elevada tenacidad, independiente del espesor del bloque de partida. Por el contrario, las probetas tratadas en el margen inferior de temperatura presentan una elevada resistencia mecánica aunque acompañada de una acentuada merma en la tenacidad. Finalmente las probetas tratadas a temperaturas intermedias entre las consideradas en los casos anteriores ofrecen unos valores de resistencia y tenacidad comprendidos entre los registrados en aquellos.

Abstract. Fracture behaviour of austempered ductile iron specimens machined from 12.5, 25 or 50 mm thick blocks, austempered at 275, 325 and 375°C has been studied. Specimens treated at the highest temperature exhibit the highest toughness. However, samples treated at the lowest temperature show a very high strength but accompanied by a marked decrease in toughness. Finally, specimens treated at intermediate temperatures possess a strength and toughness between those measured in those treated at the highest and lowest ones.

## 1. INTRODUCCION

Durante los últimos años el interés suscitado por el desarrollo de las fundiciones esféricas bainíticas ha crecido espectacularmente gracias a la excelente combinación de propiedades de resistencia mecánica y ductilidad que les confiere el tratamiento térmico de austempering y al menor coste de fabricación de las piezas moldeadas frente a las forjadas, estos materiales constituye una alternativa atractiva al acero en usos tales como cigüeñales, arboles de levas, ruedas de vagones de ferrocarril y, sobre todo, engranajes de diversos tipos (1).

El objetivo del tratamiento de austempering es conseguir una microestructura constituida por austenita con un alto contenido en carbono y ferrita acicular, fase que, a causa de su morfología y la temperatura a la cual se forma, es habitualmente denominada bainita (2). En esencia este tratamiento consta de las siguientes etapas (3).

Austenitización de las muestras de fundición esférica a una temperatura en torno a los 900°C, generalmente durante un periodo de 1 hora.

Temple hasta una temperatura comprendida entre 235 y 450°C.

Mantenimiento a dicha temperatura durante un tiempo suficientemente largo para la formación de la ferrita acicular en una matriz de austenita con un alto contenido en carbono

Enfriamiento de las piezas desde esta temperatura de austempering hasta la ambiente.

El deseo de profundizar en el conocimiento de estos materiales ha conducido a la realización de diversos estudios, dando origen a la aparición de distintas publicaciones. Buena prueba de ello es la presentación de varias ponencias sobre este tema en anteriores ediciones de estos Encuentros (4-6). Sin embargo, la gran mayoría de estos trabajos se basan en la caracte-

terización de probetas de espesor relativamente reducido, inferior al que poseen algunas piezas donde estos materiales pueden ser firmes candidatos para su empleo.

En el presente trabajo se analiza el comportamiento frente a la fractura que ofrecen las probetas extraídas de bloques de fundición esferoidal bainítica de 12.5, 25 y 50 mm de espesor, en tres diferentes estados de tratamiento térmico.

## 2. TECNICA EXPERIMENTAL

Los diferentes bloques de fundición esferoidal objeto de este estudio se obtuvieron en un horno eléctrico de inducción de media frecuencia de 100 Kgs de capacidad. Estos bloques poseen una forma de Y, con un espesor en sus patas de 12.5, 25 o 50 mm. En la referencia (7) se ofrece una descripción más detallada de la técnica de producción de estos bloques así como de los procesos de esferoidización e inoculación empleados.

La composición química de la fundición esferoidal de los bloques de 12.5 o 25 mm corresponde a 3.70%C, 2.70%Si, 0.24%Mn, 0.010%P, 0.014%S, 0.17%Ni, 0.11%Mo, 0.86%Cu y 0.042%Mg. En las muestras de 50 mm de espesor, la necesidad de incrementar la templabilidad del material ha obligado a elevar los contenidos de níquel (0,60%), molibdeno (0,36%) y cobre (1,10%), manteniendo los demás elementos prácticamente inalterados.

Los tratamientos térmicos se efectuaron en dos hornos: uno para la austenitización de la fundición a la temperatura de 900°C durante 1 hora y el otro para transformar isotérmicamente esta fase a temperaturas entre 275 y 375°C. La duración de este tratamiento de austempering fue de 1 hora en las muestras de 12,5 y 25 mm de espesor y de 2 horas en las de 50 mm. Las probetas que recibieron el tratamiento de austempering a 275, 325 y 375°C, fueron referenciadas con las letras I, M y S, respectivamente.

La caracterización de la tenacidad a la fractura del material en los distintos estados de tratamiento térmico se basó en la determinación del factor de intensidad de tensiones crítico según la norma ASTM E399 (8). En el caso de los bloques de 12,5 o 25 mm se emplearon probetas de doblado en tres puntos de la geometría que se indica en la figura A3.1 de la mencionada norma. Sin embargo, en el caso de las muestras de 50 mm de espesor el uso de este tipo de probetas conduciría a la necesidad de fundir unos bloques de longitud muy elevada (más de 420 mm). Por esta razón se optó por la utilización de probetas compactas de tracción (CT) de la configuración señalada en la figura A4.1 de la misma norma. Todos los ensayos se efectuaron a temperatura ambiente.

Finalizado el ensayo de las probetas la mitad de cada una de ellas se destinó para el examen de su superficie de fractura en el microscopio electrónico de barrido, al objeto de determinar el mecanismo operante en cada uno de los casos.

## 3.- RESULTADOS Y DISCUSION

Las figuras 1 y 2, que muestran las gráficas carga-desplazamiento de apertura del extensómetro obtenidos en el ensayo de una probeta de referencia I y otra de referencia S, respectivamente permiten constatar los dos diferentes tipos de comportamiento a la fractura observados. La primera de estas gráficas presenta un tramo lineal hasta valores de la carga muy próximas al máximo soportado por la probeta, separándose de dicha linealidad tan solo en la fase final del ensayo. Este tipo de curvas se obtiene no solo en las probetas de referencia I sino también en aquellas otras en que el tratamiento de austempering se efectuó a 325°C (referencia M). Este comportamiento elástico de estas probetas permite, supuesto que el espesor de la probeta sea suficiente la obtención de un  $K_{IC}$  válido.

Por el contrario, las gráficas obtenidas en el ensayo de las probetas tratadas a 375°C muestran una desviación de la linealidad para valores de carga sensiblemente más bajos. A partir de este punto continua creciendo la carga de manera paulatina al tiempo que se van abriendo los labios de la fisura, pasando por un suave máximo y comenzando a decrecer nuevamente de forma lenta en un principio para acelerarse posteriormente el proceso de rotura. Esto supone que el valor del factor de intensidad de tensiones calculado según el método de la norma - ASTM E399 (8) implicaría una importante subestimación de la tenacidad. En consecuencia, en estos casos se ha decidido efectuar una evaluación de esta propiedad acudiendo al concepto de la Energía Equivalente de acuerdo con las recomendaciones de la norma ASTM E992 (9).

La Tabla 1 recoge los valores del factor de intensidad de tensiones ( $K_{IC}$  o  $K_{IEE}$ ), permitiendo establecer las oportunas comparaciones entre ellas, así como con otros materiales. Se observa que, dentro del margen de temperaturas considerado, un aumento de la temperatura de austempering conduce a un acentuado incremento de tenacidad, pudiendo considerarse los valores obtenidos en las probetas tratadas a 375°C equiparables a los registrados en aceros de baja aleación con un límite elástico similar (640 MPa). Por el contrario, los bloques tratados a 275°C que poseen una extraordinaria resistencia mecánica -límite elástico del orden de 1280 MPa- sufren una apreciable merma de tenacidad.

Por otra parte, si bien no se puede descartar totalmente un cierto efecto producido por el cambio del tipo de probeta, la adición de mayores porcentajes de aleación permite que los bloques de 50 mm posean una tenacidad incluso ligeramente superior a la obtenida en las probetas de menor espesor. Este es un resultado

de gran interés puesto que posibilita la fabricación de piezas de un espesor considerable que mantienen unas características mecánicas similares a las que presentan otras más delgadas pero con menor contenido en elementos de aleación.

El examen en el microscopio electrónico de barrido de las distintas probetas ensayadas pone de manifiesto las posibles causas de las diferencias de tenacidad observadas. La figura 3 ofrece un aspecto de la superficie de fractura de una probeta tratada a 375°C. Se aprecia la morfología predominantemente dúctil de dicha superficie de fractura con aparición de cúpulas de tamaño más o menos uniforme, alrededor de los nódulos de grafito. Asimismo, se observa que estas cúpulas o bien se encuentran vacías o bien contienen la totalidad del nódulo de grafito en su interior. La figura 4, obtenida por medio de la técnica de electrones retrodispersados, permite comprobar con mayor claridad la validez de este comentario. Este hecho indica que las microcavidades que constituyen el origen de la fractura se han formado por descohesión entre la matriz y el nódulo al no poder acompañar éste a aquella en su deformación y no por rotura del grafito. Una conclusión en el mismo sentido se ha establecido por observación directa de probetas ensayadas en el interior de la cámara del microscopio electrónico de barrido (10).

La comparación de la micrografía de la figura 3 con las de las 5 y 6, obtenidas a los mismos aumentos en las probetas tratadas a 325 y 275°C, respectivamente, apunta hacia un aumento en el tamaño de los nódulos presentes en la fractura conforme disminuye la temperatura de tratamiento. Habida cuenta que en la observación microestructural de las distintas muestras no se detecta ninguna diferencia en el tamaño de los nódulos su origen deberá ser otro. Una explicación plausible se basa en la diferente capacidad de deformación del material en función del estado de tratamiento. En las probetas tratadas a 275°C a poco de producirse la descohesión entre la matriz y los nódulos más grandes, la relativamente pobre tenacidad de la matriz facilita que se produzca una rápida unión entre las microgrietas así generadas y la subsiguiente rotura. Sin embargo, en las muestras tratadas a 375°C al producirse esta descohesión entre los nódulos de mayor tamaño y la matriz, la ductilidad del material continua siendo lo suficientemente elevada para permitir que continúe deformándose. Como consecuencia de esta ulterior deformación se generan grietas en las intercaras de la matriz con nódulos de menor tamaño que, de esta manera, intervienen en el proceso de rotura y aparecen en las superficies de fractura de las probetas.

Por otra parte, al disminuir la temperatura de austempering aparecen zonas frágiles mas numerosas en la superficie de fractura de las probetas (figura 7) entre las cavidades producidas por los nódulos de grafito. No obstante, a causa de la morfología de la matriz

constituida en parte por austenita fase donde la actuación de un mecanismo de clivaje es sumamente difícil, el tamaño de estas áreas de fractura frágil se encuentra siempre bastante limitado (11). En la referencia (7) se ofrece un estudio fractográfico más extenso.

#### 4. CONCLUSIONES

- a) Se detecta un acentuado efecto de la temperatura de austempering sobre la tenacidad del material. Este comportamiento se observa tanto en las muestras extraídas de los bloques de 12.5 0 25 mm, donde la adición de elementos de aleación es bastante reducida o en las de 50 mm en que el contenido en estos elementos es sensiblemente mayor.
- b) En ambos casos la máxima tenacidad se registra en las muestras tratadas a 375°C, alcanzándose valores del orden de las medidas en un acero de baja aleación con una resistencia mecánica similar.
- c) Las muestras tratadas a 275°C exhiben una resistencia mecánica notablemente mayor pero a costa de un apreciable sacrificio en la tenacidad.
- d) El mecanismo de fractura operante en todos los casos es uno de coalescencia de las microcavidades generadas en las intercaras entre la matriz y los nódulos de grafito.
- e) Conforme disminuye la temperatura de austempering aumenta el tamaño medio de los nódulos presentes en las superficies de fractura de las probetas. Una explicación a este comportamiento se basa en la mayor ductilidad que posee el material tratado a la temperatura más alta lo cual permite que se produzca una mayor deformación sin rotura de la matriz, facilitando la intervención de nódulos más pequeños en el proceso de generación de cavidades por descohesión y coalescencia de las mismas.
- f) Al disminuir la temperatura de austempering se observan áreas más amplias de fractura por clivaje. No obstante, la presencia de un considerable porcentaje de austenita en la matriz limita fuertemente la extensión de estas zonas.

BIBLIOGRAFIA

- (1) J.L. Dong y S.I. Yu Int. J. Fatigue Vol 10 nº 4 (1988): 219-226.
- (2) B.v. Kovacs, J. Heat Treat. Vol 5 nº 1 (1987): 55-60
- (3) R.A. Harding Hommes et Fonderie. Nov (1987) 21-35
- (4) J. Aranzabal, I. Gutierrez, J.M. Rodriguez Ibabe y J.J. Urcola. Anales de Mecánica de la Fractura 7 (1990): 39-46.
- (5) F.J. Belzunce y C. Rodríguez. Anales de Mecánica de la Fractura 7 (1990): 47-52
- (6) Y. Houbaert y J. Dilewijns. Anales de Mecánica de la Fractura 8 (1991): 44-49.
- (7) A.M. Irisarri, J.R. Guridi, J. Arriarán, J.M. Shissler, J. Chobaut. Congreso Mundial Fundición Brasil.
- (8) ASTM E399-83 Standard Test Method for Plane Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. Annual Book of Standards. Vol 03 . 01.
- (9) ASTM E992-84 Standard Practice for Determination of Fracture Toughness of Steels Using Equivalent Energy Methodology. Annual Book of Standards Vol 03.01.
- (10) R.C. Voigt Fracture of Cast Iron 57th World Foundry Congress Osaka Japon 1990
- (11) M. Gagné. Mem. Sci Rev. Met. Jan (1987): 35-45.

Ref.	Temperatura Austempering	Espesor (mm)	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	$K_{IEE}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
I	275	12,5	59	-
		25	57	-
		50	60	-
M	325	12,5	72	-
		25	66	-
		50	73	-
S	375	12,5	-	82
		25	-	98
		50	-	105

TABLA 1  
EFECTO DE LA TEMPERATURA DE AUSTEMPERING SOBRE LA TENACIDAD DEL MATERIAL

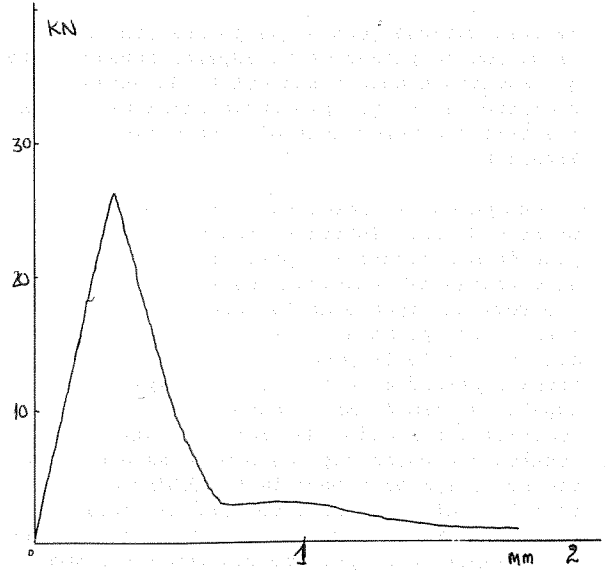


Fig.1.- Gráfica Carga-Desplazamiento de apertura del extensómetro. Probeta I.

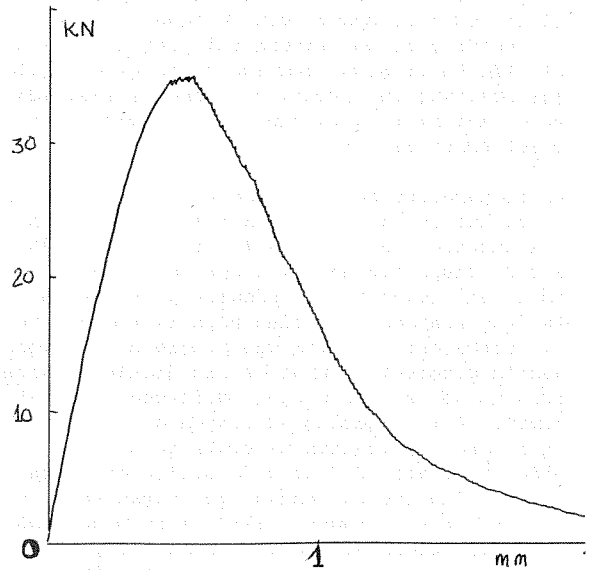


Fig.2.- Gráfica Carga-Desplazamiento de apertura del extensómetro. Probeta S.

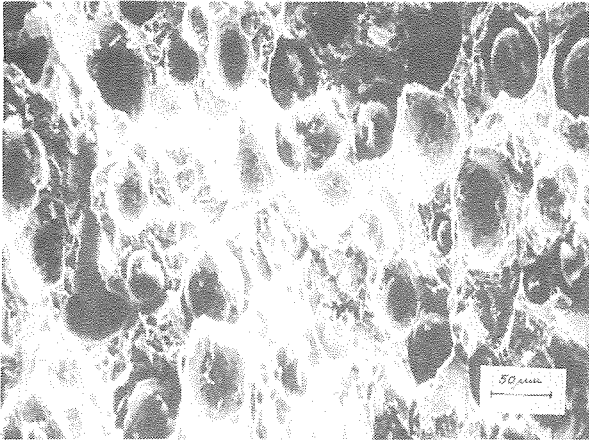


Fig.3.- Micrografía SEM. Superficie de fractura de una probeta de referencia S. Imagen de electrones secundarios.

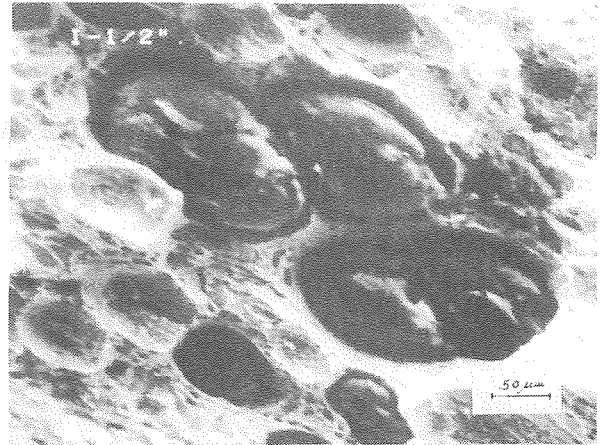


Fig. 6.- Micrografía SEM. Superficie de fractura de una probeta de referencia I.

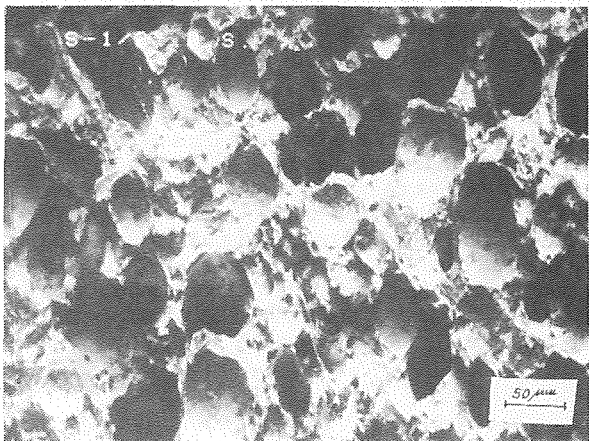


Fig.4.- Micrografía SEM. Misma zona que la imagen anterior pero obtenida con electrones retrodispersados

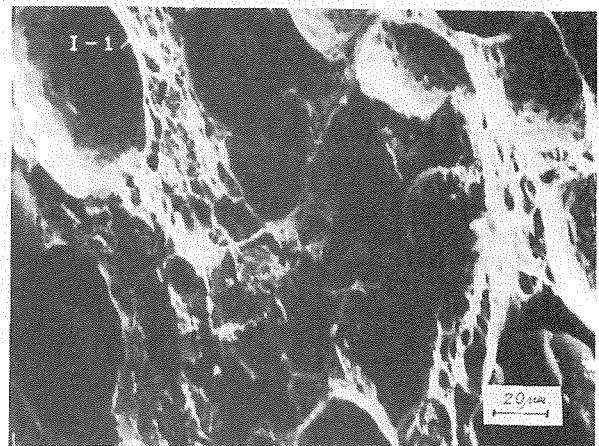


Fig. 7.- Micrografía SEM. Zonas frágiles en una probeta de referencia I.

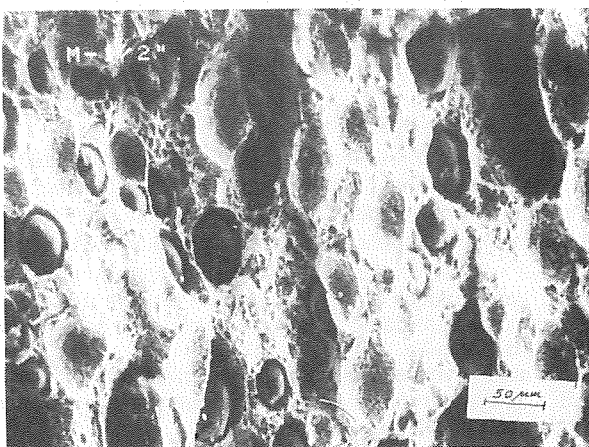


Fig. 5.- Micrografía SEM. Superficie de fractura de una probeta de referencia M.

## INTERGRANULAR BRITTLE FRACTURE IN LOW ALLOY STEEL

E. Kantidis - B. Marini - P. Soulat

CEA - CEREM/SRMA Centre d'études de Saclay (FRANCE)

**Abstract.** In this study, the local criterion of cleavage fracture, derived by Beremin, was used in the case of pure intergranular brittle fracture of a A533 C11 type steel which was embrittled with special heat treatments. Pure intergranular fracture is observed up to  $-160^{\circ}\text{C}$  for smooth tension specimens and up to  $-90^{\circ}\text{C}$  for notched tension specimens. The application of the statistical local approach of F.M Beremin model leads to a Weibull modulus of 9 and a clear bilinearity in the Weibull plot. The value of Weibull modulus is particularly low in comparison with those obtained in the case of cleavage fracture for unsegregated material. The observed bilinearity may be implied by two concurrent distributions with independent statistical parameters. Each individual distribution is found to be a two parameters Weibull distribution. A new bimodal local fracture criterion was derived for intergranular brittle fracture. This model could predict the temperature dependence of fracture toughness.

**Résumé.** Dans cette étude le critère local pour la rupture fragile, établi par Beremin, a été utilisé dans le cas de la rupture intergranulaire d'un acier de type A533 C11 fragilisé par un traitement thermique spécial. La rupture intergranulaire pure a été observée en dessous de  $-160^{\circ}\text{C}$  pour des éprouvettes de traction lisses et en dessous de  $-90^{\circ}\text{C}$  pour des éprouvettes axisymétriques entaillées. L'application de l'approche locale statistique de F. M. Beremin conduit à un module de Weibull égal à 9 et une bilinéarité marquée sur le diagramme de Weibull. La valeur du module de Weibull est particulièrement basse par rapport à celle obtenue dans le cas de la rupture par clivage pour les aciers qui n'étaient pas ségrégués. La bilinéarité observée peut s'interpréter par deux distributions concurrentes avec des paramètres statistiques indépendants. Chaque distribution individuel obéit à la statistique de Weibull à deux paramètres. Un nouveau modèle bimodal pour la rupture intergranulaire a été établi. Ce modèle pourrait prévoir la variation de la ténacité avec la température.

## 1. INTRODUCTION

Segregation of impurities (P,S...) to grain boundaries during heat treatments of low alloy steels may induce intergranular fracture, in local brittle zones (ghost lines), leading to low values of Charpy V impact properties and of fracture toughness ( $K_{Ic}$ )[1].

The aim of several works on this problem is to determine by the local approach of fracture how this population of brittle zones (weakest links) can affect the parameters of the Weibull statistics used for modelling the brittle failure probability.

In the present work, the Beremin local approach, initially proposed for the pure cleavage fracture, is applied in the case of pure intergranular fracture in a special heat treated material. Application for construction steels can be derived.

## 2. THE F.M. BEREMIN MODEL

The Beremin model for brittle fracture of low alloy steels [2] is based on the critical stress concept and on the assumption of a certain statistical distribution of the size of defects at the origin of the fracture. Using the weakest link theory and assuming that brittle failure cannot occur without any plasticity, it is possible to express the probability of failure  $P_r$  of a structure having a plastified volume  $V_p$  in a form similar of those proposed by Weibull [3]

$$P_r = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_u}\right)^m\right) \quad (1)$$

where

$$\sigma_w^m = \int_{V_p} \sigma_1^m \cdot \frac{dV}{V_0} \quad (2)$$

$\sigma_w$  is named the Weibull stress.

$\sigma_u$  is the value of  $\sigma_w$  for a probability of failure of 0.63.

$m$  is a measurement of the scatter of  $\sigma_w$ . In theory, it depends only on the distribution of the defects size [4].

$\sigma_1$  is the maximal principal stress in the volume  $dV$ .

$V_0$  is a volume, characteristic of the material, which have to be large enough to contain several defects and small enough to be considered as uniformly loaded in any case of stress distribution.

To obtain the values of  $\sigma_u$  and  $m$  for a given material, tests and elastoplastic finite element computations of notched tension specimens have to be performed.

One sketch of the specimens used in the present study is presented in figure 1. The tests give values of average strains and stresses at fracture. The elastoplastic finite element computations give the stress and strain state and permit the calculation of the Weibull stresses at fracture

for each specimen. This calculation is performed for the given value of  $V_0$  and assuming a value of  $m$ . The results are fitted by the equation (1) and a new value of  $m$  is found. The determination of  $m$  is performed until the value obtained by the fit is the same than those used to calculate the Weibull stresses.

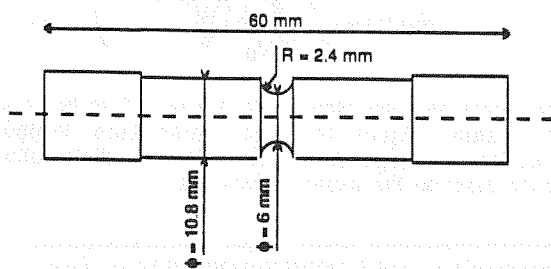


Figure 1 : Axial-symmetric notched tension specimen (AE 4-6 type).

3. MATERIAL

In order to produce pure intergranular type of fracture, a A 533 type steel with a phosphorus content of 170 ppm (table I) was austenitized at 1100°C during 1 hour, quenched in oil, tempered at 630°C during 2h and subjected to a step cooling heat treatment between 600 and 470°C. This step cooling heat treatment has been used to promote the intergranular fracture as in [5]. The resulting microstructure is bainite-martensitic with a prior average austenitic grain size of 250 μm. This microstructure is of the same type than those found in some strongly segregated ghost lines of heavy forgings and specially in the underclad H.A.Z of pressure vessel steels.

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	S
0.20	1.38	0.25	0.15	0.83	0.49	0.009
P	Cu	Al	Nb	Ti	As	Sb
0.017	0.14	0.024	0.006	0.005	0.0017	0.0006

Table I : Chemical composition of the A533 type steel with high phosphorus content (% wt).

The heat treatment has strongly increased the yield stress for 0,2 % of plastic deformation (Y.S.) and the ultimate tensile stress (U.T.S.) and has reduced the uniform elongation (U.El.), the total elongation (El.) and the reduction of area (R.A.) (table II).

	Y.S. (MPa)	U.T.S. (MPa)	U.El. (%)	El. (%)	R.A. (%)
As received	484	628	10.2	24.2	68
Heat treated	695	803	7.7	19.4	60
Shift	+211	+175	-2.5	-5.5	-8

Table II : Tensile properties at room temperature before and after the heat treatment for the A 533 type steel with high phosphorus content.

4. EXPERIMENTAL RESULTS

To apply the local approach of brittle fracture of F.M. Beremin to the intergranular fracture, 32 notched tension specimens (Figure 1) were tested between the liquid nitrogen temperature and -90 °C. All these specimens were extracted in the transverse direction of the plate. After each test, the specimens were examined and pure intergranular fracture was found for all the specimens. Elastoplastic finite elements computations were made to simulate the mechanical behavior of the tested specimens. The results were first used to derive for each specimen the critical stress which is the maximum principal stress corresponding to fracture. The dependence of the critical stress with the temperature appears in figure 2. It is difficult to define a critical stress for the all experimental temperature range but a maximum critical stress seems to exist. The scatter of the critical stress appears to be temperature dependent.

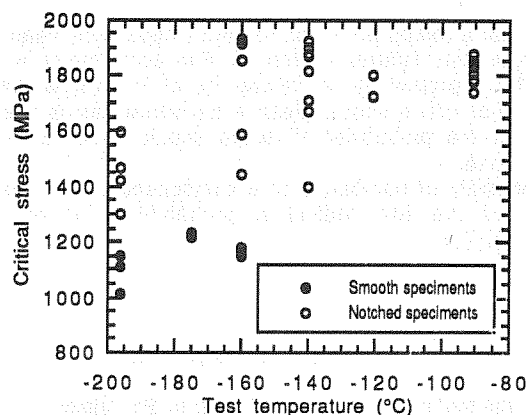


Figure 2 : Critical stresses for the smooth and the notched tension specimens.

Smooth tensile specimens have been tested at -196°C, -175 °C and -160 °C. The examinations of the fracture surfaces of these specimens show that the fracture mode was intergranular. The comparison of the critical stresses measured for the notched and the smooth tension specimens exhibits an important difference of about 300 MPa between the two types of specimens. This behaviour can be related to a size effect or a geometry effect. For the F.M. Beremin model, this effect would be purely a size effect.

5. LOCAL APPROACH APPLICATION

Using the previous finite elements computations, the parameters of the local approach criterion are evaluated as describe above. The value of the characteristic volume  $V_0$  was choosen equal to  $(200 \mu m)^3$ . The parameters  $m$  and  $\sigma_U$  are found to be respectively equal to 9.18 and 3610 MPa (Figure 3). But it is clear that the correlation of the linear regression in the Weibull plot is rather poor because of the quasi bilinear behaviour. The basic Beremin model do not describe the set of data in a satisfactory way. So it is necessary to develop a new model in order to describe the intergranular fracture.



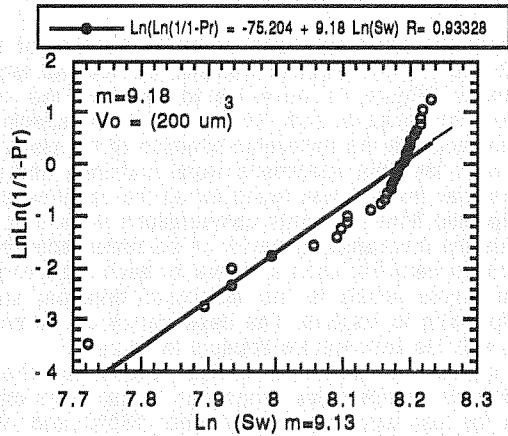


Figure 3: Determination of the Weibull parameter m in the case of pure intergranular fracture.

6. THE PROPOSED LOCAL CRITERION TO INTERGRANULAR FRACTURE

Let consider a component which has two independent means of intergranular failure, A and B. For each mean we associate a probability of failure  $P_A$  et  $P_B$ .  $P_A$  is the probability of failure should mean A be present alone and  $P_B$  is the probability of failure should mean B be present alone.

The probability of non-failure of a component is then the product of the two individual probabilities of non-failure [6],[7]:

$$1 - P_T = (1 - P_A)(1 - P_B) \quad (3)$$

Solving for the total probability of failure,  $P_T$ , yields

$$P_T = 1 - (1 - P_A)(1 - P_B) \quad (4)$$

If each mean of failure obeys the two-parameter Weibull distribution, then equations 1 and 4 yield

$$P_T = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma_w}{S_{uA}}\right)^{m_A} - \left(\frac{\sigma_w}{S_{uB}}\right)^{m_B}\right) \quad (5)$$

This failure probability function contains four adjustable parameters,  $m_A$ ,  $m_B$ ,  $S_{uA}$ ,  $S_{uB}$ . But the estimation of the parameters  $m_A$  and  $m_B$  from the application of the two-parameters Weibull distribution separately allow us to adjust only the parameters  $S_{uA}$  and  $S_{uB}$ .

The application of two-parameters Weibull distribution in each population separately gives (ignoring censored data technique) [8],[9]:

For population A:  $m_A=49.34$ ,  $\sigma_{uA}=2002$

For population B:  $m_B=8.23$ ,  $\sigma_{uB}=2959$

In the relation 5 we associate a Weibull stress ( $\sigma_w$ ) with a certain probability of failure. This Weibull stress is strongly dependent of  $m$  (equation 2). The estimation of the Weibull stress has therefore to be performed with common  $m$  p.e this obtained when we consider the two parameters Weibull distribution for all experimental data ( $m=9.18$ ). The new local criterion for intergranular fracture can be written:

$$P_T = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma_w(m)}{S_{uA}}\right)^{m_A} - \left(\frac{\sigma_w(m)}{S_{uB}}\right)^{m_B}\right) \quad (6)$$

with

$$\sigma_w(m) = \sqrt[m]{\int_{V_p} \sigma_1 \frac{m dV}{V_0}} \quad (7)$$

Experimental data are plotted with equation 6 in figure 4. In the same figure the two parameters Weibull distribution is reported. The bimodal distribution correctly describe the experimental data.

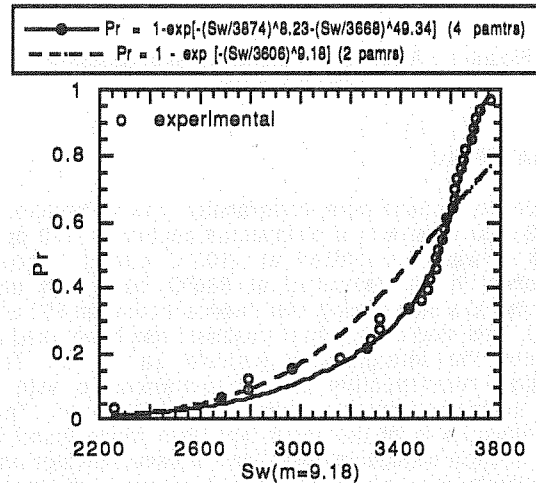


Fig. 4. Comparison of two and four parameters Weibull Statistics

7. APPLICATION TO CRACK TIP PROBLEM

The proposed criterion can be used to predict the fracture toughness as the stress strain distribution ahead of the crack tip is known and the parameters of the statistical model for each individual population are already estimated [2],[10],[11].

Theoretical prediction, in respect with experimental data of fracture toughness, with  $m=8.23$   $\sigma_u=2959$  (parameters of the B population) and with  $m=49.34$   $\sigma_u=2002$  (parameters of the A population) for a probability of 5% and 95%, is given in figure 5.

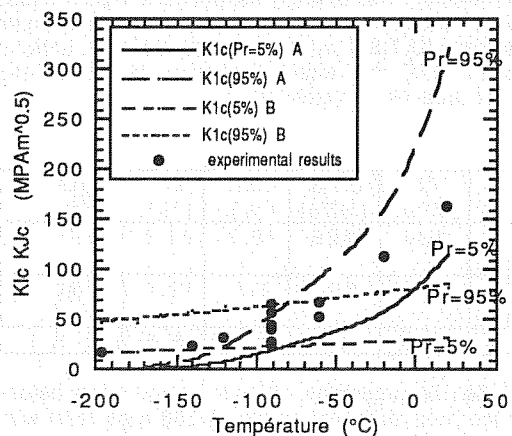


Fig. 5. Prediction of fracture toughness from statistical parameters of two populations

## 8. CONCLUSIONS

The application of Beremin model to the intergranular fracture leads to a low value of Weibull modulus indicating a large scatter in the results associated with poor fit of the data.

Further analysis of results can be interpreted by two concurrent distributions of results with independent statistical parameters. Each individual distribution is found to be a two-parameters Weibull distribution.

A new bimodal local fracture criterion was derived for intergranular fracture. This model could predict the temperature dependence of fracture toughness.

## 9. REFERENCES

- [1] Soulat P, Houssin B, Bocquet B, Bethmont M, 1990  
"Analysis of Irradiation Embrittlement Results from a French Forging Examined in the Second Phase of an AIEA Coordinated Research Programme"  
IAEA Specialist Meeting, Balatonfured, Hungary, Sept. 1990.  
To be published in ASTM-STP.
- [2] Beremin, F.M., 1983  
"A Local Criterion for Cleavage Fracture of Nuclear Pressure Vessel Steel"  
Metallurgical Transaction A, Vol. 14A, pp 2277-2287.
- [3] Weibull, W., 1951  
"A Statistical Distribution Function of Wide Applicability"  
Journal of Applied Mechanics, Vol. 18, pp 293-297
- [4] A De S Jayatilaka, K Trustrum  
"Statistical approach to brittle fracture"  
Journal of materials science 12 (1977) 1426-1430
- [5] Tavassoli, A.A., Soulat, P., Pineau, A., 1989  
"Temper Embrittlement and Toughness of A 508 Class 3 Steel"  
ASTM-STP 1042, pp 100-113.
- [6] C.A Johnson  
"Fracture Statistics of multiple flaw distributions"  
pp 365-386, Fracture Mechanics of Ceramics;  
Vol 5, Edited by R.C Bradt et al,  
Plenum Press, New York, 1981
- [7] T. H Service, J. E Ritter, K Jacus and D. Sonderman  
"Bimodal strength populations"  
Ceramic Bulletin, Vol 64, No 9 (1985)
- [8] K. Jakus, J. E Ritter, T. Service, D. Sonderman  
"Evaluation of bimodal, concurrent flaw distributions"  
J. Am. Ceram. Soc., 64, C174-C175 (1981)
- [9] L. G. Johnson  
The statistical treatment of fatigue experiments  
Elsevier, New York, 1964
- [10] F Mudry  
"Rupture ductile et fragile des aciers faiblement alliés"  
Thèse de doctorat d'état en sciences physiques  
Université de technologie de Compiègne  
Mars 82
- [11] W. Hutchinson  
"Singular behaviour at the end of a tensile crack in a hardening material"  
J. Mech. Phys. Solids 1968, Vol 16, pp 13 to 31

## LOIS DE FISSURATION DES ACIERS MARTENSITIQUES A 9 - 12 % CHROME

**AUTEURS :** C. GABREL - COUSAERT, J. LECOQ, A. VANDERSCHAEGHE  
GEC ALSTHOM - STEIN INDUSTRIE  
59390 LYS-LEZ-LANNOY

**Résumé.** Les aciers martensitiques à 9 % Cr (ASME grade P91) et 12 % Cr (DIN X 20 Cr Mo V 12.1) sont couramment mis en oeuvre en soudage et cintrage par la Société Stein Industrie. Pour la conception il est nécessaire de connaître les vitesses de fissuration de ces matériaux et de leurs soudures.

Les auteurs ont mesuré les valeurs seuil de  $\Delta K$  et les vitesses de fissuration à 20°C et 550°C pour R = 0,1. Les résultats montrent une accélération de la vitesse de fissuration d'un facteur 3 entre 20 et 550°C. En outre, à 550°C, a été étudiée l'influence du rapport R pour les matériaux de base entre R = 0,05 et 0,9. Les résultats révèlent une décroissance linéaire du seuil de non fissuration en fonction de R du type  $\Delta K_o(R) = (1 - \alpha R) \Delta K_o(o)$ .

**Abstract.** Martensitic steels with 9 % Cr (ASME grade P 9 1) and 12 % Cr (DIN X 20 Cr Mo V 12 1) are currently bended and welded by Stein Industrie. For our purpose it was necessary to know the crack growth laws of these materials and weldments.

The authors have studied the threshold values and crack growth rates for weldments at 20°C and 550°C for R = 0,1. The results show an increase of the crack growth rate of a factor 3 between room temperature and 550°C. Moreover at 550°C the influence of the ratio R has been studied only for base material in the range of 0,05 and 0,9. The results show a linear decrease of threshold value relating to R according to the relation  $\Delta K_o(R) = (1 - \alpha R) \Delta K_o(o)$ .

## 1. INTRODUCTION

STEIN INDUSTRIE a une grande expérience dans l'utilisation des aciers alliés au Cr - Mo qui sont mis en oeuvre par soudage et cintrage pour la réalisation de surchauffeurs, tuyauteries et collecteurs. Parmi ceux-ci, les aciers martensitiques à 9 % chrome (grade P91 développé par ORNL) et à 12 % chrome (X 20 Cr Mo V 12.1 développé par MANNESMANN) sont largement utilisés. Les lois de fissuration des assemblages soudés ont été étudiées.

Dans cet article, nous présenterons d'abord les résultats obtenus à 20°C et 550°C pour R = 0,1 pour le métal de base, la zone affectée thermiquement et la soudure. Ensuite, l'influence du rapport R pour le métal de base à 550°C est discutée.

## 2. MATERIAUX UTILISES

Les caractéristiques chimiques et mécaniques sont garanties par les normes DIN 17175 pour l'acier X 20 Cr Mo V 12.1 et SA 335 pour l'acier grade P91. Les structures généralement observées sont présentées figure 1. A noter que si la structure de l'acier grade P91 est entièrement martensitique, l'acier

X 20 Cr Mo V 12.1 peut contenir jusqu'à 5 % de ferrite.

## 3. REALISATION DE L'ETUDE

### 3.1 FABRICATION DES ASSEMBLAGES

Cette étude a été menée d'une part sur des assemblages soudés d'une tuyauterie de diamètre extérieur 320 mm et d'épaisseur 62 mm en acier X 20 Cr Mo V 12.1 et d'autre part sur des assemblages soudés d'une tuyauterie de diamètre extérieur 390 mm et d'épaisseur 50 mm en acier grade P91. Dans le premier cas, les soudures ont été réalisées par un procédé automatique (TIG + SMAW + SAW) alors que dans le second cas, un procédé manuel a été utilisé (TIG + SMAW). Après soudage, un traitement thermique de revenu a été effectué.

### 3.2 EPROUVETTES UTILISEES

Les éprouvettes de type CT 15 (conformes à celles décrites dans NFA 03180) ont été prélevées dans le métal de base, la zone affectée thermiquement et la soudure comme indiqué figure 2.

### 3.3 METHODE EXPERIMENTALE

Les lois de PARIS et les valeurs du seuil de non fissuration  $\Delta K_0$  ont été déterminées.

$\Delta K_0$  est défini comme étant le niveau de  $\Delta K$  correspondant à une vitesse de fissuration égale à  $10^{-7}$  mm/cycle (A 03404,1,2). Les conditions expérimentales sont les mêmes que celles adoptées lors d'une étude précédente (2,3,4), à savoir :

- fréquence d'essai 10 Hz
- suivi de fissuration par méthode électrique à courant continu pulsé.

## 4. RESULTATS

### 4.1 COMPORTEMENT A 20°C ET A 550°C POUR R = 0,1

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 1 pour les essais effectués à 20°C et dans le tableau 2 pour ceux effectués à 550°C. Les courbes da/dN en fonction de  $\Delta K$  correspondant au métal de base sont illustrées figure 3. Nous avons mis en évidence les éléments suivants pour chacun des deux aciers :

- pour ce qui est de la loi de PARIS, quelle que soit la température d'essai, il n'y a pas de différence significative de comportement entre le métal de base, la zone affectée thermiquement et la soudure. Le domaine d'application de la loi de PARIS s'étend d'environ  $10^{-3}$  à  $10^{-6}$  mm par cycle à 20°C pour environ  $10^{-3}$  à  $10^{-4}$  mm par cycle à 550°C. Le comportement en vitesse de fissuration peut donc être décrit par une seule loi. Nous voyons que pour les températures élevées, la valeur de  $m$  chute, ce qui est en bon accord avec les résultats de la littérature (5,6). A 550°C, pour un même  $\Delta K$ , les vitesses de fissuration sont très sensiblement augmentées par rapport à celles obtenues à 20°C (jusqu'à 3 fois plus).

- Les courbes (da/dN) fonction de  $\Delta K$  obtenues à 550°C présentent une "bosse" dans la zone des  $\Delta K$  proches de  $\Delta K_0$ , ce qui n'est pas observé à 20°C. Dans cette région, pour un  $\Delta K$  donné, la fissure se propage plus vite que ne le laisserait prévoir la loi de PARIS.

A 20°C pour l'acier X 20 Cr Mo V12.1, et bien que les différences mesurées entre les valeurs de  $\Delta K_0$  soient faibles, on constate que c'est le métal de base qui a le  $\Delta K_0$  le plus faible, la zone affectée ayant le plus fort  $\Delta K_0$ . Pour l'acier grade P91, les valeurs obtenues pour les différentes zones ne sont pas significativement différentes.

A 550°C,  $\Delta K_0$  obtenu pour le métal de base est voisin de celui obtenu à 20°C pour ce qui est de l'acier X 20 Cr Mo V 12.1 alors qu'il est notablement plus élevé dans le cas de l'acier grade P 9.1 (5,4 ou 5,7 MPa  $\sqrt{m}$  à comparer à 3,5 MPa  $\sqrt{m}$ ). L'effet de l'oxyda-

tion à haute température conduisant à une augmentation de la valeur du seuil de non fissuration qui a été expliqué par J.E KING (7) est dans ce dernier cas mis en évidence.

### 4.2 INFLUENCE DU RAPPORT R A 550°C

L'influence du rapport R n'a été étudiée que pour le métal de base. Les résultats obtenus sont donnés tableau 3 et illustrés figures 4 et 5 pour R = 0,1 - 0,5 et 0,7. Comme on peut le constater, pour chacun des deux matériaux, l'influence du rapport R dans le domaine où la loi de PARIS s'applique est faible. Par contre, dans la zone des  $\Delta K$  proches de  $\Delta K_0$ , une influence du rapport R sur  $\Delta K_0$  est mise en évidence : plus R est grand plus  $\Delta K_0$  est petit. Il ne semble y avoir que peu de différence entre les résultats obtenus pour l'acier X 20 Cr Mo V12.1 et l'acier grade P 91. Les essais effectués à chaud se caractérisent par la présence d'un film d'oxyde épais et compact dans la zone des  $\Delta K$  proches de  $\Delta K_0$  alors qu'il est plutôt strié dans la zone concernée par la loi de PARIS. Des exemples typiques sont donnés figures 4 et 5.

L'étude de l'influence du rapport R a été complétée pour l'acier grade P91. Les résultats obtenus pour R = 0,05, 0,3 et 0,9 sont donnés tableau 3. La courbe  $\Delta K_0$  fonction de R obtenue pour l'ensemble des valeurs mesurées sur chacun des deux matériaux est présentée figure 6. Il apparaît une décroissance de  $\Delta K_0$  qui est linéaire et peut s'écrire sous la forme  $\Delta K_0(R) = (1 - \alpha R) \Delta K_0(0)$  avec  $\alpha = 0,307$ .

## 5. CONCLUSION

a) Cette étude montre que les lois de PARIS sont similaires pour le métal de base, la soudure et la zone affectée thermiquement, que ce soit à 20°C ou à 550°C et quel que soit le matériau étudié. D'autre part, les deux matériaux ont des lois similaires.

b) Les valeurs des seuils de non fissuration obtenues à 20°C sont plus faibles pour l'acier grade P91 que pour l'acier X 20 Cr Mo V 12.1. Ces valeurs sont par contre similaires à 550°C.

c) L'influence de la température sur la forme de la courbe (da/dN) fonction de  $\Delta K$  est importante surtout du côté des faibles  $\Delta K$ . L'influence de l'oxydation sur la valeur de  $\Delta K_0$  pour diverses valeurs de R est bien mise en évidence.

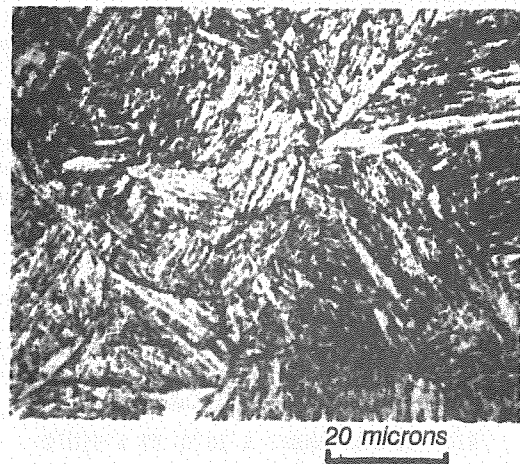
d) le seuil de non fissuration décroît linéairement en fonction de R, le même comportement étant mis en évidence pour l'acier grade 9.1 et l'acier X 20 Cr Mo V 12.1.

Remerciements : Les auteurs remercient la société STEIN INDUSTRIE pour leur avoir permis de publier ces résultats.

## BIBLIOGRAPHIE

- (1) J.H Bulloch, L.W Buchanam  
"Fatigue Crack Growth Behaviour of  
2 1/4 Cr 1 Mo Steel Tube at  
Elevated Temperature"  
Res Mechanica 20 (1987) 73-95  
Elsevier Applied Science  
Publishers Ltd
- (2) C. Gabrel, J. Lecoq, A. Vanderschaeghe  
"Influence de la température sur les  
vitesses de fissuration des différen-  
tes zones d'un assemblage soudé en  
acier martensitique à 12% de Chrome"  
Journées Métallurgiques d'Automne de  
la Société Française de la Métallur-  
gie - Paris Octobre 1987
- (3) Modified 9% Cr steel (grade P91) : low  
cycle fatigue and crack propagation  
rate of base material and welds at  
room and high temperature  
C. Gabrel-Cousaert, A. Vanderschaeghe  
J. Lecoq  
ICPVT-7 Dusseldorf, 31 May-5 June 1992
- (4) "Application of Metallurgical Proper-  
ties to the Industrial Development  
of a 12 % Chromium Martensitic Steel  
for Piping"  
A. Vanderschaeghe, J. Lecoq,  
G. Vigneron  
VGB, vol 69 n° 8, August 1989
- (5) ORNL : Technical Program and Data  
Package of Modified 9 Cr-1Mo Steel  
P. Patriarca
- (6) Vinod K. Skikka  
"Data Package on Modified 9 Cr-1Mo  
alloy for review by ASTM Committee"  
ASM Materials Design Conference,  
Philadelphia 2-3 Déc 1980
- (7) J.E King, P.J Cotterill  
"Role of oxides in fatigue crack  
propagation"  
Materials Science and Technology  
January 1990 - vol 6 p19-31

X 20 Cr Mo V 12.1



A 335 GRADE P9.1



Figure 1 Typical structure of base materials

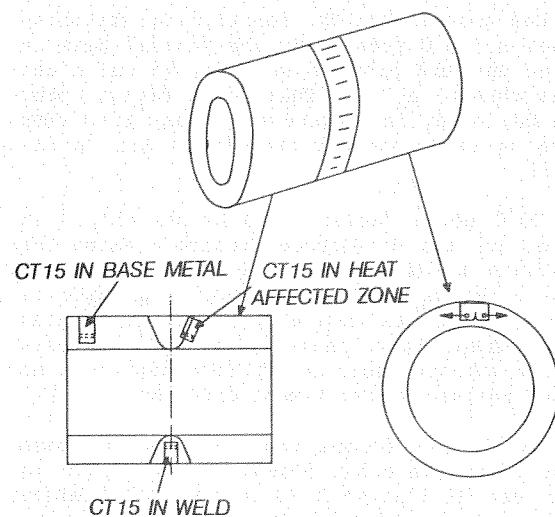


Figure 2 Sampling of CT 15 test specimens

	MATERIAL	PARIS LAWS (mm/cycle) - (MPa $\sqrt{m}$ )	THRESHOLD VALUES $\Delta K_0$ (MPa $\sqrt{m}$ )
BASE MATERIAL	P91	$(da/dN) = 3,23 \cdot 10^{-9} \Delta K^{3,04}$	3,5
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 2,6 \cdot 10^{-9} \Delta K^{3,23}$	4,5 - 5,5
WELD	P91	$(da/dN) = 2,97 \cdot 10^{-9} \Delta K^{3,06}$	3 - 3,5
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 5,5 \cdot 10^{-9} \Delta K^{3,05}$	5,3 - 6
FUSION LINE	P91	$(da/dN) = 6,59 \cdot 10^{-9} \Delta K^{2,85}$	3,5 - 4
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 8,7 \cdot 10^{-9} \Delta K^{2,89}$	6 - 7

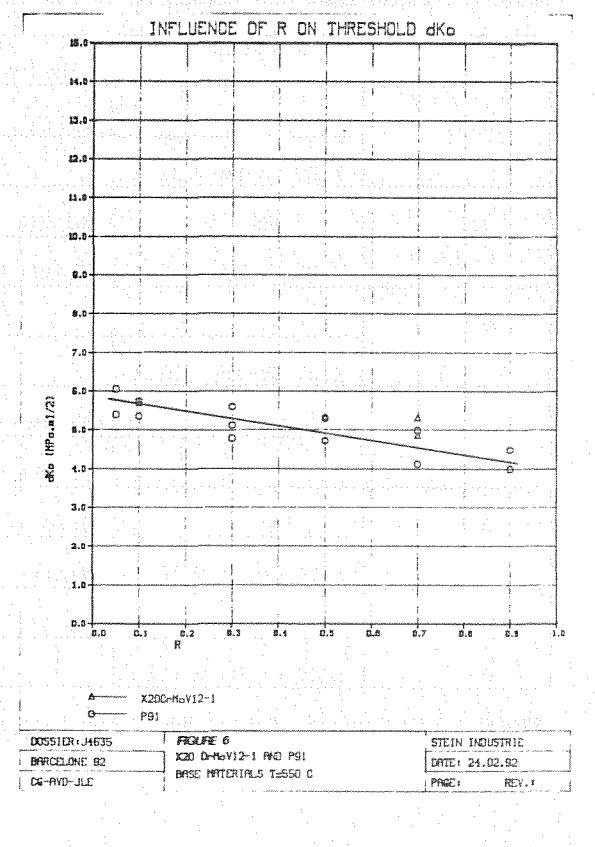
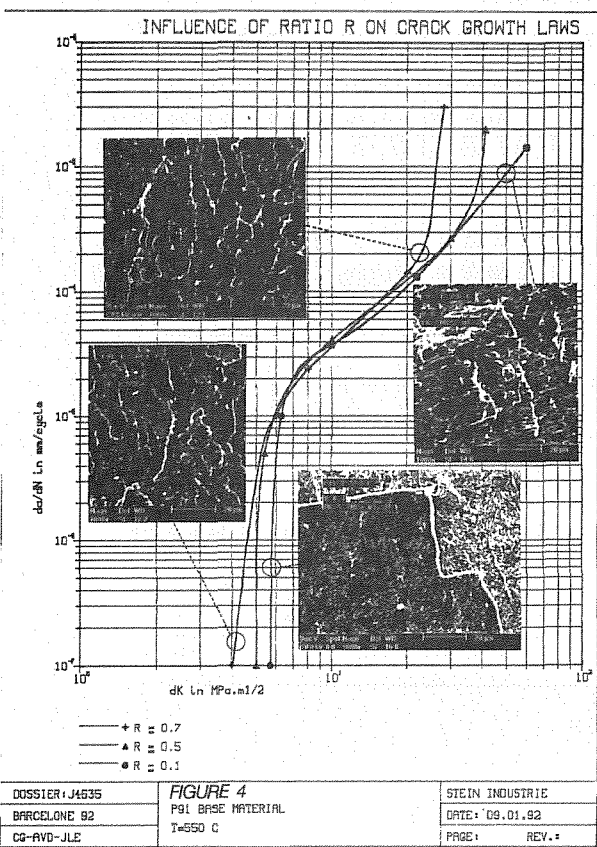
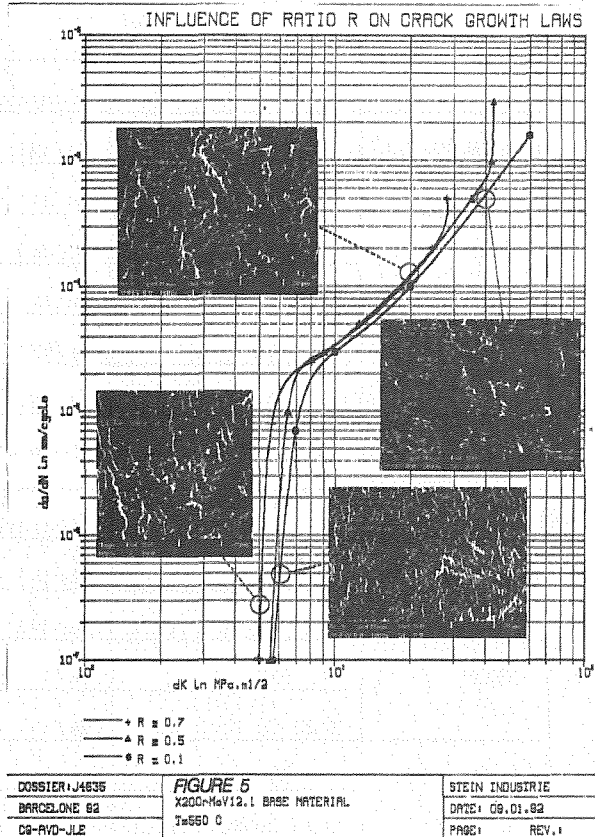
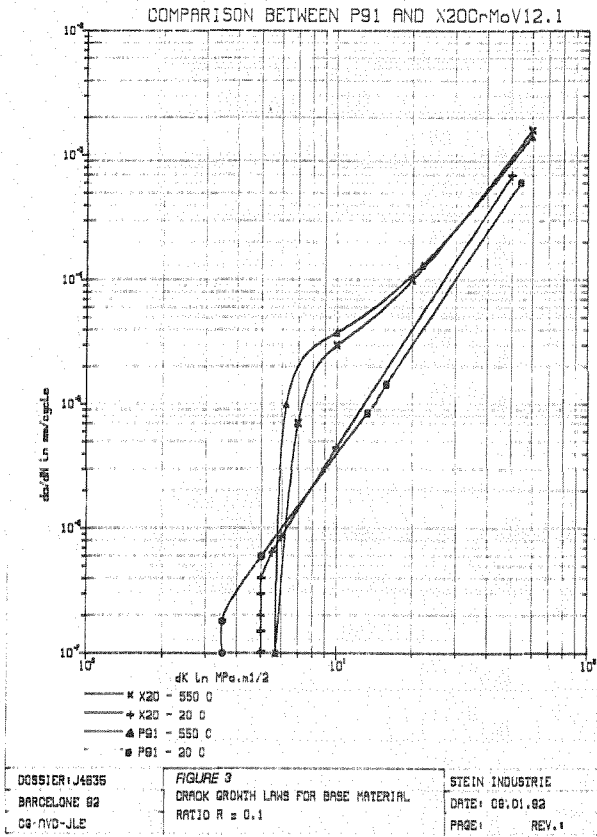
Table 1 : PARIS LAWS and Threshold Values at 20°C (R = 0,1)

	MATERIAL	PARIS LAWS (mm/cycle) - (MPa $\sqrt{m}$ )	THRESHOLD VALUES $\Delta K_0$ (MPa $\sqrt{m}$ )
BASE MATERIAL	P91	$(da/dN) = 8,57 \cdot 10^{-8} \Delta K^{2,37}$	5,4 - 5,7 - 5,75
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 5,6 \cdot 10^{-8} \Delta K^{2,52}$	interpolated 5,7
WELD	P91	$(da/dN) = 2,30 \cdot 10^{-7} \Delta K^{2,11}$	/
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 9,2 \cdot 10^{-8} \Delta K^{2,41}$	/
FUSION LINE	P91	$(da/dN) = 1,42 \cdot 10^{-7} \Delta K^{2,25}$	/
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 1,3 \cdot 10^{-7} \Delta K^{2,3}$	/

Table 2 : PARIS LAWS and Threshold Values at 550°C (R = 0,1)

	MATERIAL	PARIS LAWS (mm/cycle) - (MPa $\sqrt{m}$ )	THRESHOLD VALUES $\Delta K_0$ (MPa $\sqrt{m}$ )
0,05	P91	$(da/dN) = 3,05 \cdot 10^{-7} \Delta K^{1,98}$	6,06 - 5,4
	X 20 Cr Mo V 12.1	/	/
0,1	P91	$(da/dN) = 8,57 \cdot 10^{-8} \Delta K^{2,37}$	5,4 - 5,7 - 5,75
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 5,6 \cdot 10^{-8} \Delta K^{2,52}$	interpolated 5,7
0,3	P91	/	5,6 - 5,14 - 4,8
	X 20 Cr Mo V 12.1	/	/
	P91	$(da/dN) = 8,25 \cdot 10^{-7} \Delta K^{1,70}$	4,7 - 5,3
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 1,3 \cdot 10^{-7} \Delta K^{2,3}$	5,4
0,7	P91	$(da/dN) = 4,55 \cdot 10^{-7} \Delta K^{1,91}$	5 - 4,1
	X 20 Cr Mo V 12.1	$(da/dN) = 3,5 \cdot 10^{-7} \Delta K^{1,97}$	4,9
0,9	P91	$(da/dN) = 9,90 \cdot 10^{-10} \Delta K^{5,19}$	4,0 - 4,5
	X 20 Cr Mo V 12.1	/	/

TABLE 3 : Influence of R at 550°C for base materials



INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO TERMICO SOBRE LA NUCLEACION Y PROPAGACION DE GRIETAS POR DEFORMACION CICLICA EN LA ALEACION Ti-6Al-4V.

F.J. Gil, M. Marsal y J.A. Planell.

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.  
E.T.S Ingenieros Industriales. Universidad Politécnica de Cataluña.  
Av. Diagonal 647. 08028-Barcelona.

**Resumen.** En el presente trabajo se ha estudiado el proceso de nucleación y crecimiento de grietas por deformación cíclica en la aleación Ti-6Al-4V en las microestructuras "mill-annealed" (MA) y las tratadas térmicamente en región  $\beta$  y enfriadas lentamente (T) y mediante temple (M). Se ha determinado la curva cíclica de tensión-deformación y de reblandecimiento cíclico. Se han analizado las grietas superficiales y la penetración de éstas hacia el interior de la probeta, así como el estudio fractográfico de las probetas llevadas a rotura por deformación cíclica.

**Abstract.** Crack nucleation and crack propagation of cyclically deformed Ti-6Al-4V alloy have been investigated in the present work. Three different heat treatments were given to the alloy giving rise to three different microstructures: "mill-annealed" or as received material (MA), "basket weave" after a heat treatment at 1040°C during an hour followed by slow cooling (T) and "martensite" after the same heat treatment but followed by water quenching (M). The surface cracks and their growth towards the center of the specimen has been analyzed by means of scanning electron microscopy. The fracture surfaces have been also studied using this same technique.

## 1. INTRODUCCION.

Las aleaciones de Titanio pueden ser tratadas térmicamente y/o conformadas en un amplio rango de condiciones, lo que da lugar a diferentes microestructuras que corresponden a distintas propiedades.

Las microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V se pueden dividir en dos grupos: aquellas que han sido tratadas térmicamente en el campo de estabilidad de las fases  $\alpha+\beta$  y las que han sido procesadas en la región de la fase  $\beta$ . Las diferencias en la microestructura residen en la morfología de la fase  $\alpha$ . En el primer caso, se produce una microestructura de granos  $\alpha$  no transformados prácticamente equiaxiales en una matriz  $\beta$ . Al enfriarla lentamente se produce la transformación  $\beta \rightarrow \alpha+\beta$  con una morfología denominada "mill-annealed" constituida por granos equiaxiales  $\alpha$  y granos de placas de Widmanstätten  $\alpha$  rodeados

por fase  $\beta$  no transformada. En el segundo caso, el calentamiento debe ser por encima de la temperatura  $\beta$ -transus (-1040°C) lo que provoca un rápido crecimiento de grano (1). Al enfriar lentamente los granos de  $\beta$  transforman en placas de Widmanstätten  $\alpha$  rodeadas de  $\beta$  residual. Si el enfriamiento es rápido se produce la transformación martensítica  $\beta \rightarrow \alpha'$  de morfología acicular.

## 2. METODO EXPERIMENTAL.

La aleación Ti-6Al-4V utilizada en el presente trabajo fue gentilmente donada por Industrias Quirúrgicas de Levante, S.A. en forma de barras cilíndricas que habían sido forjadas a 950°C y posteriormente recocida a 700°C durante 2 horas y enfriadas al aire. La composición química se muestra en la Tabla I y la microestructura "mill annealed" de recepción se muestra para una sección transversal



en la Fig.1. Tanto la composición química como la metalografía, cumple la norma ASTM F136-84 para el Ti-6Al-4V forjado para aplicaciones quirúrgicas.

Tabla I. Composición química de la aleación Ti-6Al-4V, objeto del presente estudio.

Al	V	Fe	C	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
6.1	4.0	0.11	0.021	0.09	0.010	0.003

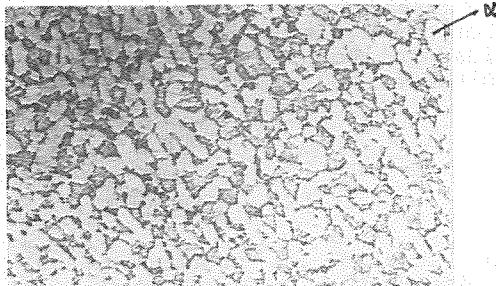


Fig.1. Estructura "mill-annealed".

Una parte de las probetas de fatiga se sometieron a un tratamiento térmico por encima de la temperatura  $\beta$ -transus (1040°C) durante una hora en atmósfera de Argón. Posteriormente, unas se enfriaron en el interior del horno obteniendo unas microestructuras de placas  $\alpha$  de Widmans-tatten con fase  $\beta$  rodeando dichas placas como muestra la Fig.2 y las restantes se templaron en agua a 20°C, resultando una estructura martensítica  $\alpha'$  como la que se muestra en la Fig.3. Tanto el material MA, T y M han sido ensayados estáticamente en orden a evaluar el límite elástico, resistencia a tracción, elongación y la estricción.

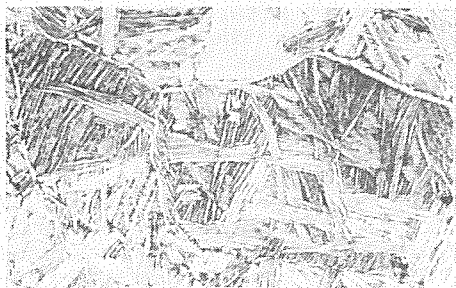


Fig.2. Microestructura obtenida después de mantener la muestra a 1040°C una hora y enfriado luego al horno.

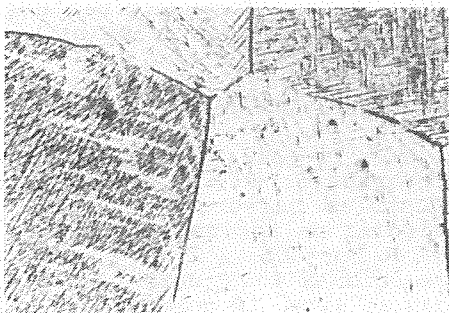


Fig.3. Estructura martensítica  $\alpha'$ .

Las superficies de las probetas se pulieron y atacaron con una mezcla de ácidos fluorhídrico y nítrico en disolución acuosa. Estas se sometieron a ensayos de deformación cíclica de tracción-compresión en una máquina servohidráulica Instron de 100 KN de capacidad bajo control de deformación con  $R = -1$ . La velocidad de deformación en todos los ensayos fue de  $6.5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Las amplitudes de deformación utilizada fueron de  $5 \cdot 10^{-3}$ ,  $7 \cdot 10^{-3}$  y  $12 \cdot 10^{-3}$ . Se ensayaron en cada caso, diferentes probetas a diferentes números de ciclos en orden a observar la nucleación y posterior propagación de las grietas. Para cada una de las microestructuras y para cada amplitud de deformación se llevó por lo menos, una probeta a rotura.

Las probetas una vez ensayadas se observan mediante un Microscopio Electrónico de Barrido las grietas superficiales, posteriormente, se cortan longitudinalmente para observar la penetración de las grietas hacia el interior del material. Así mismo se estudian las superficies de fractura para cada una de las microestructuras y para cada amplitud de deformación.

### 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES.

Los resultados de los ensayos de tracción realizados para las probetas de cada una de las microestructuras se indican en la Tabla II.

Tabla II. Características mecánicas a tracción

	Límite elas. al 0.2%(MPa)	Resist.a tracc.(MPa)	Alarg. (%)	Estr. (%)
MA	986	1050	14	36
T	860	992	6	15
M	894	1080	4	7

Estos resultados son los valores medios de cuatro ensayos de tracción para cada microestructura, que pueden variar con los resultados de otros autores, debido a la gran dependencia de las propiedades mecánicas con la pureza del material. De la Tabla II se desprende que la ductibilidad de las microestructuras aciculares es considerablemente menor que la microestructura recocida en la región  $\alpha+\beta$ , siendo ésta la de mayores valores de resistencia.

Las tres estructuras presentan saturación o reblandecimiento cíclico para todas las amplitudes de deformación ensayadas, observándose dicho comportamiento desde el primer ciclo hasta fractura. La Fig. 4 muestra las curvas de reblandecimiento cíclico para el material MA, T y M. La tensión máxima en el primer ciclo es superior para el material MA que para el M y este respecto al

T, lo que está de acuerdo con los valores obtenidos de límite elástico y resistencia, obtenidos para cada una de las microestructuras.

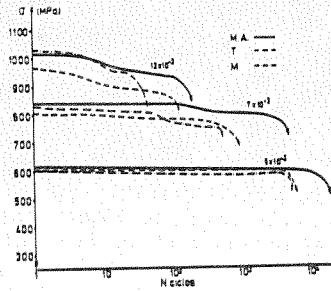


Fig. 4. Curvas de reblandecimiento cíclico.

Para todas las amplitudes de deformación, el material MA tiene un número de ciclos a rotura superior a los tratados en la región β así como un mayor número de ciclos para la nucleación de la grieta; resultados que se muestran en la Tabla III. Los valores de número de ciclos para nuclear la grieta se obtuvieron con las probetas no llevadas a rotura, los ensayos se detuvieron en el momento, que era posible observar grietas en su superficie. Para esto fue necesario que para cada amplitud de deformación y para cada material se fueran ensayando probetas a números de ciclos cada vez menores.

En la Tabla III, también se muestran los valores de daño acumulado, es decir la deformación plástica relativa al número de ciclos de deformación cíclica, resultando ser mayor para el material MA que para el T y estos respecto al M.

Cabe señalar, que la tasa de reblandecimiento cíclico es superior para el material MA que para los materiales recocidos por encima de β-transus, pudiéndose interpretar por una mayor densidad de dislocaciones móviles en la microestructura MA y deberá ser estudiado con mayor detalle, mediante microscopía electrónica de transmisión.

Tabla III. Número de ciclos para nucleación de grieta (No), para rotura del material (Nr) y razón entre ambos. Daño acumulado en nucleación E(No) y para rotura E(Nr).

Material	MA	T	M
$L = p/2$	No=8000 Nr=23187	No=3500 Nr=8771	No=4000 Nr=14302
$5 \times 10^{-3}$	No/Nr=0.34 E(No)=3.20 E(Nr)=9.28	No/Nr=0.39 E(No)=1.40 E(Nr)=3.51	No/Nr=0.28 E(No)=1.12 E(Nr)=4.00
$7 \times 10^{-3}$	No=2500 Nr=5182 No/Nr=0.48 E(No)=4.73 E(Nr)=9.48	No=200 Nr=916 No/Nr=0.22 E(No)=0.69 E(Nr)=2.66	No=200 Nr=850 No/Nr=0.23 E(No)=0.12 E(Nr)=0.51
$12 \times 10^{-3}$	No=100 Nr=211 No/Nr=0.47 E(No)=1.69 E(Nr)=3.21	No=15 Nr=126 No/Nr=0.12 E(No)=0.27 E(Nr)=2.22	No=15 Nr=75 No/Nr=0.20 E(No)=0.22 E(Nr)=1.01

A partir de las curvas de tensión-deformación cíclica para las microestructuras MA, T y M de la Figura 5 construida para la deformación plástica y la tensión máxima de saturación para cada ensayo a las diferentes amplitudes de deformación total analizadas, se observa que en la estructura MA no hay endurecimiento cíclico al aumentar la amplitud de deformación desde  $1.10^{-3}$ , mientras que existe endurecimiento cíclico para el material T y más acusadamente en el material M. A partir de estas curvas de tensión-deformación cíclica, se puede decir que el límite elástico de deformación cíclica para el material MA es de unos 700 MPa, mientras que para los materiales recocidos en la región β son inferiores a este, siendo 600 MPa para el material T y M.

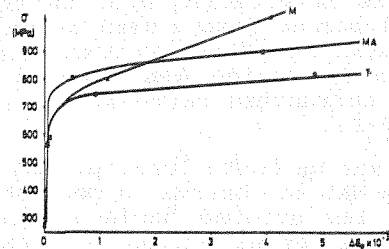


Fig. 5. Curvas de tensión-deformación cíclica.

La nucleación de grietas en el material MA a elevadas amplitudes de deformación parece iniciarse en bandas de deslizamiento dentro de los granos equiaxiales α a pocos números de ciclos en relación a la vida a fatiga del material. Este inicio de grieta es claramente diferente al producido en el Titanio puro, ya que en éste son iniciadas en las maclas que se forman por deformación. Los granos hexagonales α del Ti-6Al-4V contiene gran cantidad de Aluminio que estabiliza la fase α y facilita el deslizamiento para la acomodación de la deformación en lugar del maclado (2).

Al disminuir la amplitud de deformación parece observarse un cambio de comportamiento en la nucleación de la grieta, produciéndose en las interfaces α/β, lugares en los cuales existe una elevada intensidad de tensiones. Este tipo de nucleación de grietas es común en muchos materiales polifásicos, como las aleaciones de aluminio (3) y en aceros (4).

En ocasiones y a elevadas amplitudes de deformación, se observa que la nucleación de la grieta ocurre por fractura o descohesión de los granos de fase α primaria, como se observa en la Fig. 6, apreciándose orificios en la superficie de la probeta del tamaño de los granos, estos actúan como iniciadores de la grieta. Este tipo de nucleación de grietas ha sido observado por Gilbert y Piehler en aleaciones de Ti-6Al-4V con microestructura "mill-annealed" (5).

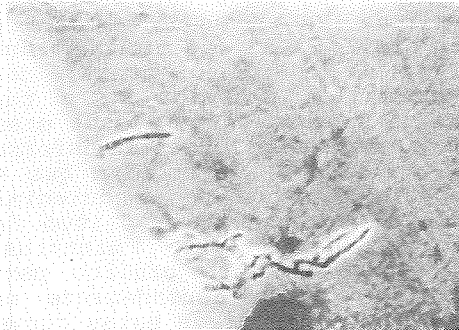


Fig. 6. Corte longitudinal de una probeta MA, observándose descohesión de grano  $\alpha$ . Cada trazo representa  $10 \mu\text{m}$ .

A amplitudes de deformación menores en el material MA y en el material T en todas las amplitudes ensayadas, el inicio de grieta se produce fundamentalmente en las interfaces  $\alpha/\beta$ . La fracción área-volumen de fase  $\alpha$  será mayor en las estructuras recocidas en  $\beta$  que las tratadas en la región  $\alpha+\beta$ , siendo máxima para la estructura martensítica (interficie  $\alpha'-\beta$ ).

Al realizar un corte longitudinal en las probetas MA, se observa la poca penetración de las grietas hacia el interior del material en el estado I, la explicación que se ha dado por diversos autores (2) ha sido que los límites de grano ofrecen una barrera efectiva a la propagación de la grieta. Esta superficialidad del estado I provoca la dificultad de detectar la grieta por medio de ensayos no destructivos, siendo este estado el que ocupa casi el 80% de la vida a fatiga.

En el caso del material T, para amplitudes de deformación bajas, parece que la nucleación de grietas se produce fundamentalmente a lo largo de intercaras  $\alpha-\beta$  y a través de las mismas, como se observa en la Fig. 7 para una amplitud de deformación de  $7 \cdot 10^{-3}$ . La nucleación de grietas en bandas de deslizamiento en las placas de Widmanstätten  $\alpha$  es tanto más importante cuanto más elevada es la amplitud de deformación, siendo la Fig. 8 una clara demostración de este mecanismo. Las grietas siguen las bandas de deslizamiento que fueron observadas en la misma dirección o perpendiculares a las colonias de placas de Widmanstätten. La densidad de estas bandas se incrementa con el aumento de la amplitud de deformación.

Al realizar un corte longitudinal de la probeta se observa la penetración de las grietas hacia el interior del material con un ángulo de  $45^\circ$  respecto al eje de tensión a través de una placa de  $\alpha$ , propagándose, generalmente en dirección perpendicular a las interfaces  $\alpha/\beta$ , con bifurcación de la grieta y propagación de las mismas en las intercaras  $\alpha-\beta$  y a través de intercaras  $\alpha-\beta$ , tal como muestra la Fig. 9. Las grietas en muchas

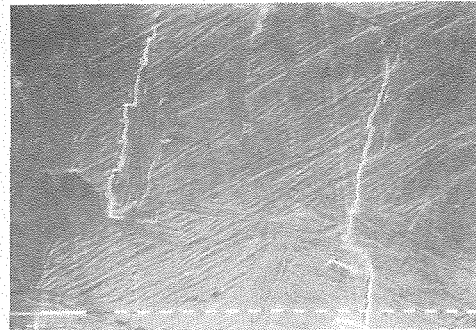


Fig. 7. Grietas a lo largo de intercaras  $\alpha/\beta$  y a través de las mismas para un material T, deformado a  $7 \cdot 10^{-3}$  durante 200 ciclos.

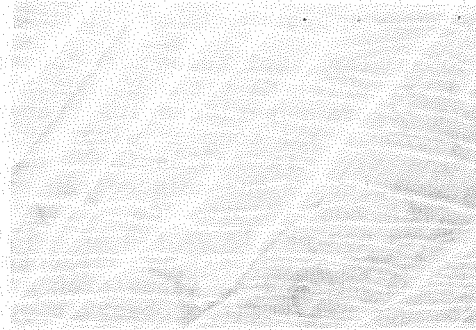


Fig. 8. Grietas formadas a lo largo de bandas de deslizamiento a través de placas de Widmanstätten en una probeta T deformada a  $12 \cdot 10^{-3}$  durante 50 ciclos. cada trazo representa  $1 \mu\text{m}$ .

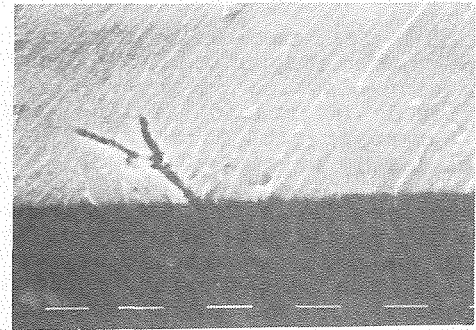


Fig. 9. Corte longitudinal de una probeta T deformada a  $12 \cdot 10^{-3}$  durante 15 ciclos. Cada trazo representa  $10 \mu\text{m}$ .

ocasiones avanzan a través de las interfaces  $\alpha/\beta$ , según el plano normal a los ejes de las placas  $\alpha$ , correspondientes a los planos basales o planos prismáticos de la fase  $\alpha$ . La razón de este mecanismo de propagación no es clara y diversos autores la justifican por el efecto de la textura o las velocidades de enfriamiento desde la temperatura  $\beta$ -transus (6-7).

La nucleación de grietas en las estructuras martensíticas tiene una gran dependencia con la amplitud de deformación. Para amplitudes de deformación grandes, la nucleación de las grietas parece ser en las interfaces  $\alpha'/\beta$ , siguiendo las grietas la orientación de las colonias de las placas como se observa en la Fig. 10. Al ir disminuyendo

la amplitud de deformación las grietas se generan preferencialmente, en los límites de grano; así como a lo largo de las interfaces de las placas y a través de las placas en los planos de máxima compacidad (0001) de la estructura hexagonal (8).

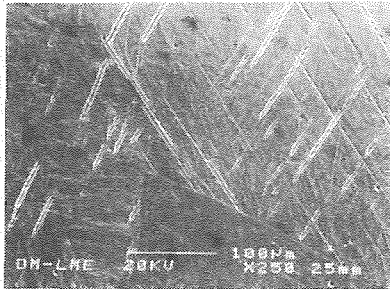


Fig.10. Grietas siguiendo orientaciones preferenciales, para una probeta M deformada a  $12 \cdot 10^{-3}$  durante 50 ciclos.

Al realizar el corte longitudinal, se aprecian largas grietas hacia el interior, en el estado I de fatiga. En algunas ocasiones se observan pequeñas grietas a cierta distancia de la superficie de la probeta. La causa de este comportamiento no se ha determinado con claridad, aunque parece ser las considerables tensiones residuales debidas a la baja conductividad térmica de la aleación, localizadas en zonas próximas a la superficie susceptibles de la nucleación de grietas (9).

Las superficies de fractura se estudiaron en todos los casos, también por microscopía electrónica de barrido. En el caso del material MA las superficies de fractura para las tres amplitudes de deformación, resultaron muy similares. La morfología es prácticamente plana, no siendo sensible a la microestructura del material. Aparecen grietas secundarias perpendiculares a la dirección de avance de grieta, con pequeñas regiones estriadas. Al ser el ensayo a tracción-compresión hace que la superficie de fractura se encuentre muy dañada.

Para el material T, se observa una sensibilidad a la microestructura del material, se observa el aspecto facetado correspondiendo a la microestructura de granos constituidos por colonias de placas de Widmanstätten. Esta sensibilidad es la que explica que la velocidad de propagación de grietas por fatiga sea mucho menor en el material T que en el MA.

La superficie de fractura para el material M, es también muy sensible a la microestructura, se observa la morfología de un grano pentagonal de gran tamaño con la superficie muy dañada debido a las características del ensayo de fatiga tracción-compresión. En la zona

central se observa, la zona de propagación de la grieta, revelándose la descohesión de las placas de martensita con sus orientaciones determinadas, como se observa en la Fig.11. También se aprecia el punto triple de un grano martensítico, constatando de esta forma que las grietas también se propagan por los límites de grano.

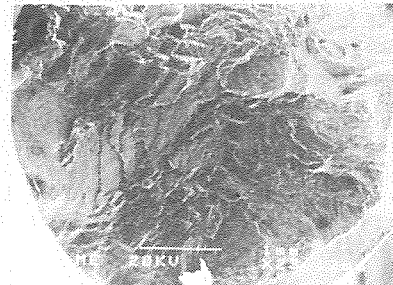


Fig.11. Superficie de fractura de una probeta M deformada a  $7 \cdot 10^{-3}$ .

#### 4. DISCUSION.

Los resultados obtenidos indican que los lugares más favorables para la nucleación de grietas son las interfaces entre la fase  $\alpha$  y la matriz  $\beta$  (10). El área interfacial de  $\alpha$  por unidad de volumen, aumenta desde la estructura con granos equiaxiales hasta la morfología más acicular de la martensita  $\alpha'$ . Por tanto, la nucleación de grietas será facilitada por las morfologías aciculares.

La deformación puede ser constituida por dos partes: a) la deformación para nuclear grietas y b) la deformación requerida para que las grietas se propaguen y coaleszcan. Es conocido (11) que la velocidad de crecimiento de las grietas es baja en los materiales que se endurecen mediante trabajo rápidamente. La velocidad de endurecimiento en la aleación TI-6Al-4V es relativamente baja y la deformación localizada entre grietas ocurre fácilmente una vez estas se han formado. Por tanto, el daño acumulado está dominado por la deformación requerida para nuclear las grietas (12). Esto significa que la microestructura MA que mayor número de ciclos necesita para la nucleación de la grieta, será la que tenga un mayor daño acumulado.

La causa del cambio de mecanismo en la iniciación de las grietas en el material MA, ha sido estudiada por Benson y cols (2) que han determinado la tensión de activación de 800 MPa para la formación de bandas de deslizamiento y que de esta manera el inicio de grieta se efectúe en el grano  $\alpha$ . Este inicio pasa a ser en

las interfaces  $\alpha/\beta$  a menores amplitudes de deformación. La nucleación de grietas en las intercaras  $\alpha-\beta$  puede explicarse por la deformación incompatible por deslizamiento plástico entre las dos fases de diferente estructura cristalina. Además, la distribución de deformación en la intercara de  $\alpha$  aumenta rápidamente cuando los niveles de límite elástico de la fase matriz aumentan, produciéndose antes la descohesión (12). Así sucede que la estructura martensítica de mayor límite elástico que la fase  $\alpha$ , sufre a un número de ciclos menor la rotura del material. Por tanto, la relación de límite elástico de ambas fases es la que controla las propiedades de fatiga, explicando también la reducción de ductilidad al aumentar la fracción área-volumen de la fase  $\alpha$  o  $\alpha'$  respecto  $\beta$ .

La bifurcación de las grietas en las colonias de Widmanstätten explica la considerable reducción de la velocidad de propagación en las estructuras T, ello provoca una dispersión del campo de deformación en las múltiples puntas de la grieta. Otra causa que favorece el descenso de la velocidad de propagación de la grieta es que éstas se ven detenidas en los límites de las colonias y deben renuclearse en la colonia contigua. Este proceso de renucleación, que es dependiente de la microestructura, es el responsable del lento crecimiento de la grieta en estructuras T e comparación con las MA.

La estructura martensítica tiene sus placas en colonias con orientaciones preferenciales para cada grano. Estas alineaciones de  $\alpha'$  muestran velocidades de propagación de grietas mayores que las microestructuras MA y T, debido a que la grieta se propaga fundamentalmente siguiendo las placas sin encontrarse con otras colonias de  $\alpha'$  de diferente orientación. Las estructuras martensíticas  $\alpha''$ , que se obtienen para mayores contenidos elementos  $\beta$ -estabilizantes, muestran las placas martensíticas con diferentes orientaciones, lo que provoca una disminución de la velocidad de propagación de grietas respecto al material con estructuras martensíticas  $\alpha'$  (9). Otro factor que afecta a la velocidad de propagación de grietas es el elevado tamaño de grano  $\beta$  que se produce al recocer por encima de la temperatura de  $\beta$ -transus. Este aumento en la velocidad de propagación afecta al material T y M, por tanto los tratamientos térmicos se debe controlar tanto la temperatura como el tiempo de permanencia de tratamiento térmico para evitar en la medida que sea posible, el aumento de tamaño de grano (12).

Las superficies de fractura por deformación cíclica vienen a demostrar que la propagación de grietas por deformación

cíclica es insensible a la microestructura en el material M.A., mientras que es altamente sensible para los materiales T y M.

#### AGRADECIMIENTOS.

Los autores desean agradecer la financiación recibida de la CICYT a través del proyecto MAT 90-0755, así como a Industrias Quirúrgicas de Levante S.A. la donación de la aleación Ti-6Al-4V.

#### REFERENCIAS.

1. F.J.Gil y J.A.Planel. Scripta Met. 25, 311-317 (1991).
2. D.K.Benson. J.C.Grosskreutz y G.G.Shaw. Met. Trans. 3A, 1239-1248 (1972).
3. J.G.Grosskreutz. G.G.Shaw y D.K.Benson. Air Force Materials Laboratory. 1969. Tech.Rep. TR-69-121.
4. B.P.Barnsley. J.Aust. Ints. Metals. 14 (2), 65 (1969).
5. J.L.Gilbert y H.R.Piebler. Met. Trans. 20A, 1715 (1989).
6. C.G.Rhodes y J.C.Willians. Met. Trans. 6A, 1670-71 (1975).
7. R.E. Lewis y F.A. Crossley. Report LMSC-D454884. Lockheed Missiles and Space Company Inc. Sungrale. California. 1975.
8. I.W.Hall y C.Hammond. Mat. Sci and Eng. 32, 241-253 (1978).
9. Y.T.Lee, M.Peters y G.Welsch. Met. Trans. 22A. 709 (1991).
10. M.A.Greenfield y H.Margolin. Met.Trans. 3A, 2649 (1972).
11. F.A.McClintock. Int.Jl.Fract. Mechanics. 4, 101 (1968).
12. J.C.Willians. J.C.Chesnutt y A.W.Thompson. "The effects of microstructure on ductility and fracture toughness of  $\alpha+\beta$  titanium alloys", in Microstructure Fracture Toughness and Fatigue Crack Growth Rate in Titanium Alloys. (Ed. A.K. Chakerabay y S.C.Chesnutt) p.255, ASM. Ohio 1987.

ENFOQUE MICROMECHANISTICO A LA ESTIMACION DE VIDA EN CONDICIONES DE FATIGA-FLUENCIA.  
 APLICACION A LA PREDICION DE VIDA DE UN ACERO INOXIDABLE AISI 316L

J. Ma Rodríguez Ibabe, A. Martín Meizoso, M. Fuentes Pérez.

Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa  
 P. Manuel de Lardizabal, 15, 20009-San Sebastián, España.

**Resumen.** Se propone un criterio de estimación de vida en condiciones de fatiga-fluencia lenta, basado en los micromecanismos de deformación, suponiendo una ecuación independiente de daño para cada uno de los mecanismos implicados. Cada ecuación de daño tiene dos parámetros que han de ser determinados: el límite del mecanismo (en términos de energía por unidad de volumen o de deformación: ductilidad) y un índice de irreversibilidad. Este método de predicción de vida tiene mejores fundamentos físicos que los fenomenológicos hasta ahora propuestos. El modelo permite explicar las diferentes formas de fallo observadas en ensayos de tracción, fluencia lenta, fatiga y en condiciones de fatiga-fluencia lenta para un acero inoxidable AISI 316L. La correlación observada entre el modelo y los experimentos realizados en un acero inoxidable AISI 316L, es extraordinariamente buena (también para los datos disponibles del acero 1 Cr Mo V). Un sencillo modelo de cooperación de los diferentes mecanismos al fallo da buenos resultados en estos materiales.

**Abstract.** A criterion for life assesment under fatigue-creep conditions is proposed based on deformation mechanism maps and assuming an independent damage equation for every failure mode involved. Every damage equation has two parameters to be determined: the limit of the mechanism (in terms of energy per unit of volume, or strain: ductility) and a damage irreversibility index. This approach to life prediction has better sound physical basis than any of the phenomenological methods proposed until now. Failures explained in such terms permits to explain the different modes of fracture observed: in a tensile test, under creep, fatigue and creep-fatigue conditions. Correlation observed between theory and experiments performed on AISI 316L stainless steel is extraordinarily good (also for available data on 1 Cr Mo V steel). A simple model of damage cooperation for failure is proved to work well for these meaterials.

#### INTRODUCCION

La estimación de vida de los componentes bajo condiciones de trabajo de fatiga-fluencia lenta se ha abordado tradicionalmente empleando criterios empíricos (veanse las revisiones [1-3]). Típicamente consiste en realizar una gran cantidad de ensayos en condiciones de laboratorio lo más parecidas posible a las reales de trabajo, y obtener ajustes fenomenológicos para la predicción de la vida.

El principal problema es la extrapolación a tiempos largos, ya que los ensayos del laboratorio se realizan en tiempos cortos al fallo, con mayores tensiones (cargas) y/o temperaturas. La extrapolación de vida resulta muy incierta cuando la siguiente condición no se cumpla: ningún nuevo mecanismo de deformación debe aparecer en las condiciones reales de trabajo no estudiado en la etapa experimental. Por otro lado, las ecuaciones de vida se mantienen para los mecanismos implicados y pueden extrapolarse sobre toda la extensión de los propios mecanismos.

La estimación de la vida se exigió a la ingeniería mucho antes de que se alcanzase un buen conocimiento de los mecanismos de deformación. Sus autores no son reprochables por esta ausencia. Hoy en día es bien conocido que cada material tiene sus propios mecanismos de deformación. Estos mecanismos tienen sus propias ecuaciones de velocidades de deformación en función de la temperatura y la tensión.

Ya se han realizado algunos intentos de enfocar el problema desde el punto de vista de los mecanismos de deformación, fundamentalmente para corregir los modelos empíricos debido a las serias discrepancias observadas.

Lo que aquí se propone, es usar los mecanismos de deformación desde el principio de la estimación de vida. Este procedimiento tiene dos ventajas principales:

\* Por estar basado en los micromecanismos implicados, se puede extrapolar su aplicación a tiempos largos siempre que se garantice que no aparecerá ningún nuevo mecanismo.

\* Tiene buenos fundamentos físicos de los que carece cualquier otro enfoque fenomenológico.

## 2. TENSIONES, TEMPERATURAS Y MECANISMOS DE DEFORMACION

Ashby [4] propuso un número limitado de mecanismos disponibles para deformar y que la velocidad de deformación (deslizamiento de dislocaciones, deslizamiento de límites de grano, difusión,..) es función de la tensión aplicada, temperatura y la microestructura del material. La velocidad total de deformación se obtiene sumando los diferentes mecanismos activos.

Ashby [4] y otros autores [5,8-10] construyen, para un gran número de materiales, mapas de los mecanismos de deformación en donde la velocidad total de deformación y cuál es el mecanismo de deformación dominante, se dibujan en función de la temperatura y la tensión de cizalladura normalizadas.

## 3. LIMITE DE LOS MECANISMOS DE DEFORMACION

Todos los mecanismos que permiten la deformación son, al mismo tiempo, dañinos para la microestructura. No es posible acumular trabajo indefinidamente en un mecanismo: se produce el fallo.

Como regla general, cada mecanismo tiene un nivel de energía crítica por unidad de volumen que conduce al fallo (algo similar fue propuesto por Bisego [11]). En resumen, hay una cierta cantidad de deformación que cada mecanismo es capaz de acomodar unidireccionalmente antes del fallo (la ductilidad del mecanismo). La Tabla 1 ilustra las ductilidades típicas de los metales para los mecanismos de deformación más frecuentes.

Tabla 1. Ductilidades e índices de irreversibilidad para diferentes mecanismos de deformación.

Mecanismos de deformación	Ductilidad típica	Índice de irreversibilidad
Deformación elástica	10% (metales BCC) 5% (metales FCC)	0.1
Deslizamiento de dislocaciones	50%	0.6
Deslizamiento de límites de grano	6%	0.8
Difusión	10%	-
Mecanismos completamente irreversibles	-	1.0

Obsérvese en la Tabla 1 que la deformación elástica es un raro mecanismo de deformación: la velocidad de deformación es cero cuando la temperatura y la tensión se mantienen constantes. También el límite es teórico (los materiales fallan realmente con tensiones mucho más bajas y generalmente con mayores deformaciones). Pero, si hubiese algún modo de evitar todos los demás mecanismos de deformación, los materiales fallarían seguramente con esas deformaciones elásticas. Los átomos se separarían unos de otros.

Se puede definir el daño de un mecanismo como el cociente entre la energía absorbida por este mecanismo y su energía crítica. O, como primera aproximación, el cociente entre la

deformación debida a un mecanismo y su ductilidad.

La deformación debida a un mecanismo particular se obtiene realizando la integral, dependiente del camino de integración, de su velocidad de deformación con respecto al tiempo:  $t$ .

$$\epsilon_i = \int_{t=0}^t \dot{\epsilon}_i (T, \sigma, \text{micro}) dt \quad (1)$$

## 4. IRREVERSIBILIDAD DEL DAÑO PRODUCIDO POR LOS MECANISMOS DE DEFORMACION. FRACTURA EN CONDICIONES DE CARGA CICLICA.

Cuando las cargas son cíclicas aparece el concepto irreversibilidad del daño. Algunos mecanismos son completamente reversibles (como la deformación elástica) pero esto es la excepción. Se puede introducir un índice de irreversibilidad,  $\alpha$ , en la ecuación de daño.

$$D_i = \frac{\Delta \epsilon_i}{\epsilon_{ic}} N^{\alpha_i} \quad (2)$$

Se pueden proponer otras ecuaciones de daño, pero ésta se ajusta muy bien con las observaciones experimental. La Tabla 1 recoge también valores típicos del índice de irreversibilidad.

## 5. MODOS DE FALLO

Cuando el deslizamiento de dislocaciones produce el fallo, la morfología de la fractura aparece ductil y transangular, ya que el deslizamiento de dislocación tiene lugar dentro de los granos, las dislocaciones encuentran las inclusiones o los precipitados, se nuclean cavidades, coalescen, etc. Si es el deslizamiento de límites de grano el mecanismo que conduce a fractura, se observan superficies de fractura frágil intergranular.

De acuerdo con los modelos de daño, la morfología de la fractura depende del número de ciclos para producir la fractura porque algunos mecanismos acumulan daño más deprisa que otros. No se requiere que el mecanismo domine el proceso de deformación para producir la fractura, éste es generalmente el caso con el deslizamiento de límites de grano [12-14] (pequeñas ductilidades y altos índices de irreversibilidad hacen el trabajo).

De algún modo, los mecanismos de deformación son los responsables de la fractura. Supondremos que cada modo de fallo (en lugar de cada mecanismo de deformación) tiene una ecuación de daño característica que se aplica a todos los mecanismos que colaboran en este mismo tipo de daño. Por lo tanto, no se hará distinción entre los diferentes tipos de mecanismos de movimientos de dislocaciones: deslizamiento controlado por obstáculos, por la tensión de Peierls, trepado (fluencia lenta)(\*),...

(\*) La mayoría de los modelos [1-3, 15] consideran el mecanismo de deslizamiento de dislocación (respuesta rápida) como "fatiga" y el movimiento de dislocaciones controladas por trepado (respuesta lenta) como "fluencia lenta". Preferimos considerarlos como dislocaciones. No hay razón para pensar que estos movimientos de dislocación producirán otra clase de daño. En un ensayo de fluencia lenta lo que podría aparecer es el mecanismo de deslizamiento de límites de grano.

6. CRITERIO DE FALLO

Si sólo actúa un mecanismo, el criterio de fallo, es daño igual a uno. En el caso de mecanismos independientes: que cualquiera de ellos alcance el valor unidad.

Arbitrariamente definimos mecanismos "cooperativos" cuando se exige que la suma de todos los mecanismos alcance el valor 1. para que se produzca el fallo. Se demostrará que esta hipótesis funciona bien en el acero inoxidable AISI 316L.

Hay mecanismos sinérgicos bien conocidos como corrosión-fatiga. El criterio de fallo en tales casos será mucho más complejo. En cualquier caso, suponer los mecanismos cooperativos parecen ser una buena elección para la mayoría de las combinaciones de mecanismos.

Si se considera un factor de dispersión de dos en el número de ciclos al fallo, no existe margen para proponer otro criterio. Como veremos después, un factor de dispersión de dos en el número de ciclos oculta muchos efectos sinérgicos.

7. EXPERIMENTOS EN EL ACERO INOXIDABLE AISI 316L

Con el fin de revisar los diferentes criterios, se seleccionó un material particularmente sensible. Observando la fig. 1, (la velocidad de deformación debida a los diferentes mecanismos frente a la tensión de cizalladura normalizada), para el acero inoxidable AISI 316 a 625°C con un tamaño de grano de 100 micras tiene una suave transición entre el deslizamiento de dislocaciones controlado por obstáculos, el deslizamiento de dislocaciones controlado por trepado y el deslizamiento de límites de grano (el acero inoxidable AISI 316L tiene también un interés técnico obvio a estas temperaturas de trabajo).

La composición química del material seleccionado se muestra en la tabla 2. Es un acero inoxidable AISI 316L con un tratamiento de solubilización y un tamaño de grano de 53 µm.

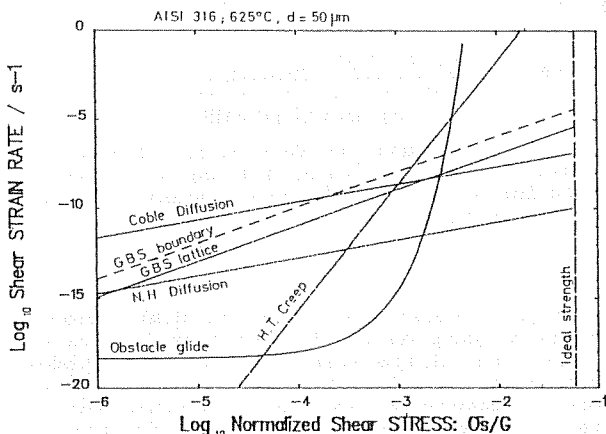


Fig. 1. Velocidad de deformación a cizalladura de cada mecanismo frente a la tensión de cizalladura normalizada por el módulo de cortadura. AISI 316 con un tamaño de grano de 100µm a 625°C. Las ecuaciones fueron tomadas de [5,10].

Tabla 2. Composición química (porcentajes en peso).

Elementos	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	N
Cantidades	0.035	1.50	0.37	0.017	0.016	17.4	12.7	2.42	0.04

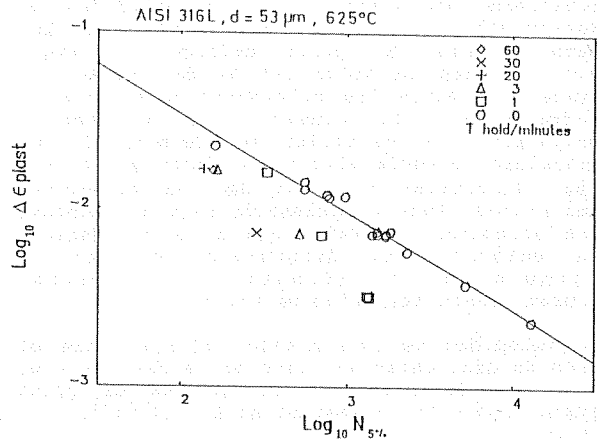


Fig. 2. Resultados experimentales para el AISI 316L a 625°C. Número de ciclos a rotura frente a la amplitud de deformación plástica para diversos tiempos de mantenimiento en el pico de tracción.

Los ensayos de fatiga cíclica y los ensayos de fatiga-fluencia lenta se realizaron en una máquina de ensayo servohidráulica INSTRON 1342 provista con extensometría diametral y un sistema de calentamiento por corriente a través de la probeta. Las temperaturas de ensayo fueron: 600 ± 3°C y 625 ± 3°C para los ensayos de fatiga cíclica y 625 ± 3°C para los ensayos de fatiga-fluencia lenta. Las probetas tienen 25 mm de largo y un diámetro mínimo nominal de 10mm, en forma de reloj de arena. Los detalles experimentales se describen en [16-18].

Los ensayos de fatiga cíclica se realizaron bajo control de la deformación diametral. El rango de deformación diametral cubierto abarca desde el 0.14% hasta el 1.27%. La forma de onda impuesta fue triangular simétrica con amplitud constante. Las velocidades de deformación axial resultantes están en el rango 0.9 · 10<sup>-3</sup> a 7.6 · 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Los resultados se resumen en la fig. 2 y la ecuación de daño estimada para el fallo transgranular dúctil (inducida por dislocaciones) es:

$$D_{dislo} = \frac{\Delta \epsilon_{dislo}}{0,531} N^{0,581} \quad (3)$$

(se supone el fallo cuando se observa una reducción de carga del 5%, indicativa de la presencia de una pequeña grieta).

Se realizaron ensayos con tiempos de mantenimiento en el pico de tracción. Los tiempos de mantenimiento por ciclo varían desde un minuto hasta una hora. Los rangos de deformación diametral se encontraban entre



0.24% y 0.98%. La velocidad de deformación axial durante la parte dinámica del ciclo fue  $4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ .

El problema que se plantea es calcular las deformaciones producidas por los diferentes mecanismos. Una solución teóricamente correcta sería integrar las ecuaciones de velocidades de deformación(1). Un procedimiento más clásico (y una buena aproximación) consiste en asignar la deformación a los diferentes mecanismos de acuerdo con la velocidad de deformación a la cual son producidas las deformaciones. El punto crítico es elegir correctamente la velocidad de deformación de transición entre los diferentes mecanismos de deformación. De acuerdo con el modelo propuesto, la velocidad de deformación de transición debería elegirse de modo que iguale las velocidades de daño de los diferentes mecanismos. Esta aproximación requiere conocer las ecuaciones de daño, que a su vez deciden la velocidad de deformación crítica de transición y viceversa. Cualquier procedimiento iterativo es válido.

La velocidad de deformación crítica entre el daño de dislocaciones (daño en la matriz) y el daño por deslizamiento de límites de grano (daño tipo cuña) se estimó en  $5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ .

Toda la deformación producida durante el periodo de mantenimiento por encima de la velocidad de deformación crítica se asigna a los mecanismos de dislocaciones ( $\Delta\epsilon_{dislo}$ ) y las deformaciones producidas a velocidades inferiores, al deslizamiento de límites de grano ( $\Delta\epsilon_{gbs}$ ).

A partir de los resultados experimentales, por un método de mínimos cuadrados y suponiendo un modelo cooperativo de fallo, se obtuvo la siguiente ecuación de daño:

$$D = \frac{\Delta\epsilon_{dislo}}{0,531} N^{0,581} + \frac{\Delta\epsilon_{GBS}}{0,064} N^{0,794} \quad (4)$$

Volviendo sobre cual debiera ser la velocidad de deformación de transición. (En cualquier caso, la ecuación (4) resulta insensible a la velocidad de deformación de transición). Si los ensayos son realizados con el mismo ciclo, la deformación plástica total,  $\Delta\epsilon$ , puede dividirse en:

$$\begin{aligned} \Delta\epsilon_{GBS} &= \Delta\epsilon \cdot f \\ \Delta\epsilon_{dislo} &= \Delta\epsilon(1-f) \end{aligned} \quad (5)$$

y se obtiene el mismo daño en ambos mecanismos cuando los dos términos en la ecuación (4) se igualan:

$$\frac{1-f}{0,531} N^{0,581} = \frac{f}{0,064} N^{0,794} \quad (6)$$

La Fig. 3 muestra la solución de la ecuación (6) en función del número de ciclos supuesto al fallo. La fractura es dominada por el deslizamiento de límites de grano siempre que la fracción de la deformación no elástica total debida al deslizamiento de límites de grano esté por encima del 10%, si la fractura tiene lugar en un solo ciclo (ensayo de fluencia-lenta) pero sólo se requeriría un 3% para fracturas en 1000 ciclos.

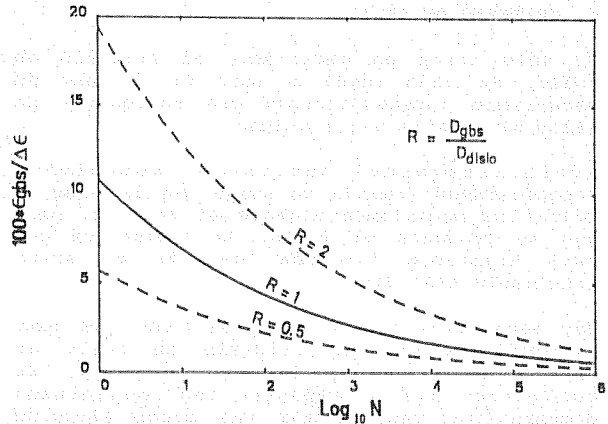


Fig. 3. Porcentaje de deslizamiento de límites de grano por ciclo requerido para producir el mismo daño que los mecanismos de deslizamiento de dislocaciones en función del número de ciclos, AISI 316L, 625°C.

La Figura 4 muestra los porcentajes de la velocidad total de deformación plástica debida a los diferentes mecanismos. Estos valores se calcularon de acuerdo con las ecuaciones de velocidades de los mecanismos de deformación propuestas por Ashby [4,5] y Lüthy [10] (para el deslizamiento de límites de grano). La velocidad de deformación crítica, usada para separar la deformación, corresponde con una participación en la velocidad de deformación de un 3% para el deslizamiento de límites de grano, que encaja bien (fig. 2) con el típico número de ciclos observado para la fractura.

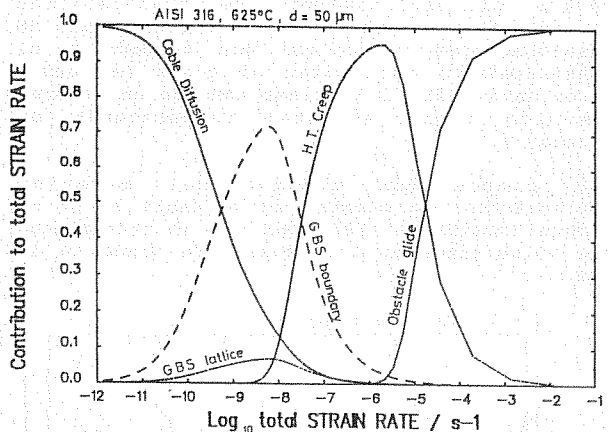


Fig. 4. Velocidad de deformación frente al porcentaje de la velocidad de deformación producida por los diferentes mecanismos. Las ecuaciones fueron tomadas de [5,10].

La Fig. 5 muestra el daño de dislocaciones frente al daño de deslizamiento de límites de grano. La dispersión de los resultados experimentales alrededor de la línea de un modelo cooperativo es igual (incluso menor) que la obtenida en los ensayos cíclicos de fatiga (si los experimentos se realizan cuidadosamente, no hay razón para obtener una mayor dispersión). Las líneas de trazos representan un factor de dos en el número de ciclos a fallo. El ajuste por el método de mínimos cuadrados se realizó sólo sobre los

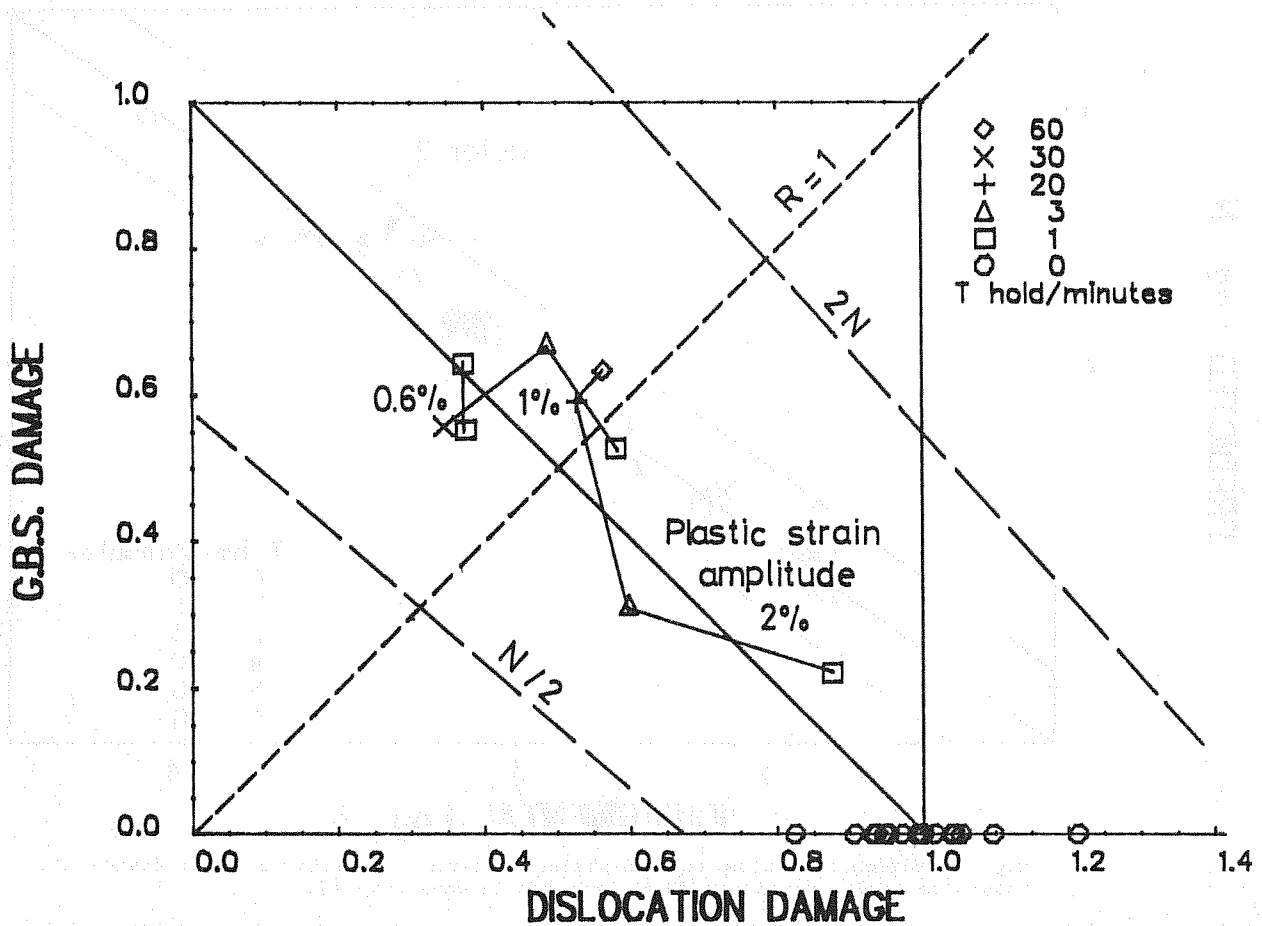


Fig. 5. Daño de dislocaciones frente al daño por deslizamiento de límites de grano. Resultados experimentales para AISI 316L, 625°C.

puntos con daños de deslizamiento de límites de grano mayores que el daño de dislocaciones.

La Fig. 6 presenta las predicciones de vida calculadas de acuerdo con la ecuación (4) y las observadas experimentalmente. La concordancia es quizá demasiado buena.

8. CONCLUSION

Se propone un método de estimación de vida basado en los micromecanismos de deformación. Este método proporciona estimaciones de vida extraordinariamente buenas incluso cuando se emplean con materiales que presentan transiciones muy suaves de unos a otros mecanismos.

Se propone emplear, para cada modo de fallo (debida a una colección de mecanismos de deformación), una ecuación de daño del tipo Coffin-Manson: caracterizada por una ductilidad crítica (o energía por unidad de volumen) y un índice de irreversibilidad.

Se requieren, al menos, dos experimentos para calcular los parámetros de cada ecuación de daño. De hecho, un número de experimentos bastante pequeño.

El deslizamiento de límites de grano, que raramente llega a ser un mecanismo de deformación dominante, puede producir el fallo debido a que es un mecanismo más irreversible.

Cuando se emplean velocidades de deformación crítica para asignar la deformación a los diferentes mecanismos de deformación, se sugiere emplear las velocidades de deformación que producen las mismas velocidades de daño como velocidades de transición ( $5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ ).

La ecuación (4), por estar basada en los micromecanismos responsables del fallo, se puede extrapolar con propósitos de predicción de vida mientras la difusión (un nuevo mecanismo) continúe jugando un papel irrelevante en la deformación [19,20].

REFERENCIAS

- [1] G.J. Lloyd, J. Wareing, "Metals Technology", 8, 297 (1981).
- [2] G. Gailletaud et al., "Nuclear Engineering and Design", 83, 267 (1984).
- [3] J.L. Chaboche, "Fatigue at High Temperature", French Metallurgical Society (1984).
- [4] M.F. Ashby, "Acta metall.", 20, 887 (1972).
- [5] H.J. Frost, M.F. Ashby, "Deformation-Mechanism Maps", Pergamon (1982).
- [6] R.H. Priest, E.G. Ellison, "Materials Science and Engineering", 49, 7 (1981).

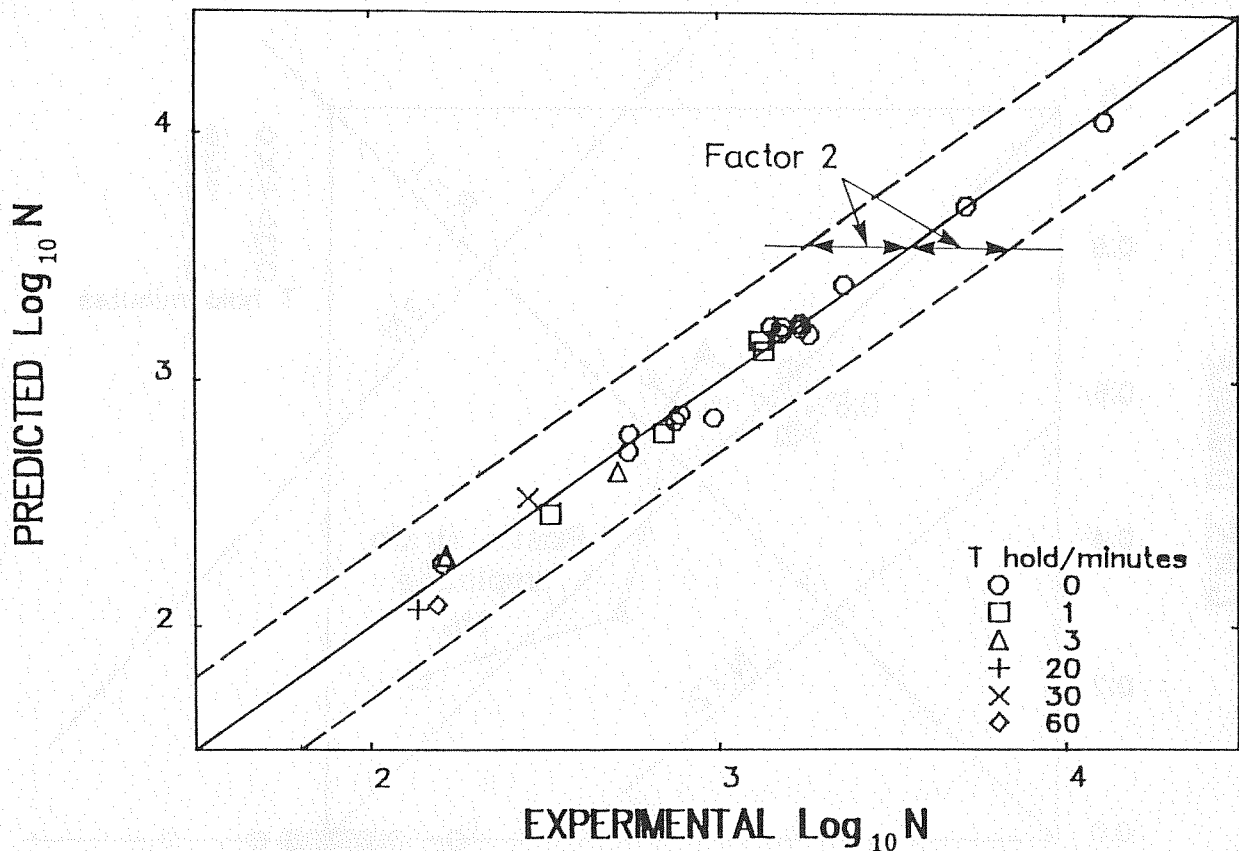


Fig. 6. Número de ciclos experimentales requeridos para la fractura frente al número de ciclos predichos de acuerdo con la ecuación (4).

- [7] D.A. Miller, C.D. Hamm, J.L. Phillips, "Materials Science and Engineering", 53, 233 (1982).
- [8] F.A. Mohamed, T.G. Langdon, "Metall. Trans.", 5, 2339 (1974).
- [9] T.G. Langdon, F.A. Mohamed, "Journ. of Materials Science", 13, 1282 (1978).
- [10] H. Lüthy, R.A. White, O.D. Sherby, "Materials Science and Engineering", 39, 211 (1979).
- [11] V. Bisego, C. Fossati, S. Ragazzoni, "Materials Behaviour at Elevated Temperatures and Component Analysis", ASME, (1982).
- [12] R.S. Gates, C.A.P. Horton, "Materials Science and Engineering", 27, 105 (1977).
- [13] R.S. Gates, "Materials Science and Engineering", 27, 115 (1977).
- [14] R.S. Gates, "Materials Science and Engineering", 27, 127 (1977).
- [15] R.H. Priest, E.G. Ellison, "Materials Science and Engineering", 49, 7, (1981).
- [16] S. Simón, J.M. Rodríguez, M. Fuentes, "Anales de Mecánica de la Fractura", 6, 133 (1989).
- [17] S. Simón, J.M. Rodríguez, M. Fuentes, "Anales de Mecánica de la Fractura", 4, 95 (1987).
- [18] S. Simón, J.M. Rodríguez, M. Fuentes, "Revista de Metalurgia", 25, 326 (1989).
- [19] B.K. Min, "Deformation and Intergranular Fracture during High Temperature Creep and Creep Fatigue", ICM 3, 2, Cambridge, 151 (1979).
- [20] B.K. Min, R. Raj, "Acta Metall.", 26, 1007 (1978).

#### LISTA DE SIMBOLOS

- $\alpha_i$  = índice de irreversibilidad para el mecanismo  $i$ .
- $d$  = tamaño de grano.
- dislo = subíndice usado para indicar el mecanismo de dislocaciones.
- $D_i$  = daño acumulado en el mecanismo  $i$ .
- $\epsilon$  = energía por unidad de volumen o de deformación acumulada por un mecanismo particular (mecanismo  $i$ ).
- $\epsilon_{icrit}$  = energía o ductilidad crítica de un mecanismo.
- $\dot{\epsilon}_i$  = velocidad de deformación debida al mecanismo  $i$ .
- $f$  = fracción de la deformación plástica debida al deslizamiento de límites de grano.
- $G$  = módulo de cizalladura.
- $gbs$  = subíndice usado para el deslizamiento del límite de grano.
- micro = material con una microestructura particular.
- $N$  = número de ciclos.
- $\sigma$  = tensor de tensiones.
- $\sigma_s$  = tensión de cizalladura.
- $t$  = tiempo.
- $T$  = temperatura.
- $\Delta\epsilon_i$  = Energía o rango de deformación por ciclo debida al mecanismo  $i$ .

## A FATIGUE CRACK PROPAGATION STUDY IN A515 STEEL

C. M. Branco\*, J. M. Ferreira\*\*

\*CEMUL, Lisbon University of Technology, 1096 Lisbon Codex, Portugal

\*\*SAEM, University of Coimbra, 3000 Coimbra, Portugal

**Abstract.** The first part of the paper presents experimental results and theoretical predictions of non-propagating cracks in bending specimens of A515 Grade 70 steel with through thickness cracks and corner cracks. The theoretical predictions were made using the strain intensity factor approach. For that purpose both elastic-plastic and linear elastic analysis at crack tip were carried out using finite element codes. Good correlation was obtained between the experimental results and the theoretical predictions. A fatigue threshold analysis is also presented.

The second part of the paper presents a crack closure analysis in the same type of specimens and crack geometries and for  $R=0$  and  $R=-0.4$ . Values of the crack closure parameter,  $U$ , were obtained and the crack growth rate gave a good correlation with the effective value of  $\Delta K$ .

## 1. INTRODUCTION

A515 Grade 70 steel is a C-Mn steel largely used in pressure vessels. Previous work carried out by one of the authors (1, 2) covered in detail the fracture toughness behaviour. Appropriate values of fracture toughness  $\delta_c$  and  $J_c$  were obtained at room temperature and the resistance  $R$  curves,  $\delta - \Delta a$  and  $J - \Delta a$  were also obtained at different testing conditions. The results have shown very high values of fracture toughness as compared with other carbon steels. Plane strain conditions were only possible to get using side grooves in the test specimens. A thickness effect on the fracture toughness results was found but the values for crack initiation were not significantly affected by thickness.

In some pressure vessel applications specially supersaturated water vapour vessels working at temperature close to 350°C low cycle fatigue can occur due to pressure fluctuations, stops and starts and differential thermal expansions. Hence a detailed study of the low cycle fatigue behaviour of this material was initiated covering not only the base and weld metal but also the weldments more frequently used in this application. This research is included in the ECCS F5 Committee and ultimately will lead to the development of suitable methods to improve the low cycle fatigue behaviour of the welded joints more largely used in pressure vessels (3).

In this paper preliminary data is presented concerning the threshold and fatigue crack propagation behaviour of base metal A515 Grade 70

steel. The threshold analysis was carried out using the strain intensity approach which defines the conditions for non-propagating cracks (4, 5). Fatigue crack growth data was obtained using the effective  $\Delta K$  approach with crack closure data also reported.

## 2. RESULTS AND DISCUSSION

### Threshold behaviour. Non-propagating cracks

The strain intensity factor approach was applied successfully before by the authors (6, 7) to characterize the conditions where by non propagating cracks can occur at the weld toe. The strain intensity factor,  $\Delta K_e$  is given by the equation

$$\Delta K_e = E \Delta \epsilon \sqrt{\pi (a + a_0)} \quad (1)$$

where E is the Young's modulus,  $\Delta \epsilon$  is the local strain range at the crack tip, a is the crack length and  $a_0$  is a local microstructural crack size parameter given by the equation

$$a_0 = \frac{1}{\pi} \left( \frac{\Delta K_{th}}{\Delta \sigma_f} \right)^2 \quad (2)$$

where  $\Delta K_{th}$  is the range of the threshold stress intensity factor and  $\Delta \sigma_f$  is the fatigue limit of the material.

The objective of the analysis was to calculate the nominal threshold stress range,  $\Delta S_{th}$  as a function of crack length a. In LEFM the relationship between  $\Delta S_{th}$  and  $\Delta K_{th}$  is given by the well known equation,

$$\Delta S_{th} = \frac{\Delta K_{th}}{Y \sqrt{\pi a}} \quad (3)$$

where Y is the geometric factor of the stress intensity factor formulation.

Equation (3) was used to calculate  $\Delta S_{th}$  in essentially linear elastic conditions and this was defined for crack lengths above 0.2mm. For crack sizes below 0.2mm extensive local plasticity occurs at the crack tip and the strain intensity approach was

used instead. In this case equation (3), solved for  $\Delta K_{th}$ , was equated to the strain intensity factor equation (1) and then  $\Delta S_{th}$  was obtained as a function of a. The plastic local strain range,  $\Delta \epsilon$ , at the crack tip in equation (1) was computed with a 2DFE elastoplastic code detailed in (8).

Results were obtained for square section bars 12x12mm loaded in cantilever bending and with full depth through thickness cracks. The theoretical curve  $\Delta S_{th}$  vs. a is plotted in Fig.1 and the strain intensity factor curves,  $\Delta K_e$  vs. a are plotted in Fig.2 for different values of the applied nominal stress range, S. In equation (3) the value of Y was the Murakami (9) stress intensity factor equation for cantilever bending.

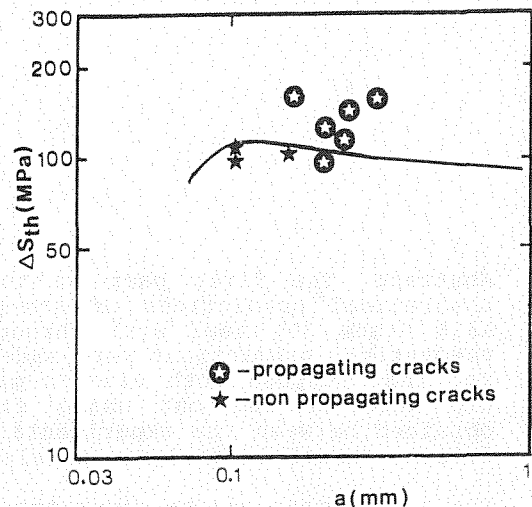


FIG.1 Threshold stress range  $\Delta S_{th}$  against a. Cantilever bending. Exp. results (R=0). A515 steel

In Fig.1 experimental results of propagating and non-propagating cracks are also plotted. These were obtained by fatigue testing the bars with different crack sizes in cantilever bending at R=0 in constant amplitude loading with a frequency of 20Hz. it is seen that the non-propagating crack results are very close but below the theoretical prediction. The propagating cracks are always above the prediction curve. This shows a good agreement between the predicted curve and the experimental results.

In equations (1) to (3) the stress-strain equation was given in the form

And the following parameters were taken for the A515 Grade 70 steel.

$$e = \frac{\sigma}{E} + \left( \frac{\sigma}{\alpha} \right)^\beta \quad (4)$$

$E = 21000 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_{ys} = 370 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_{uts} = 650 \text{ MPa}$ ;  $\Delta\sigma_f = 325 \text{ MPa}$ ;  $\alpha(\text{MPa}) = 843$ ;  $\beta = 7.243$  and  $\Delta K_{I,f} = 7.55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

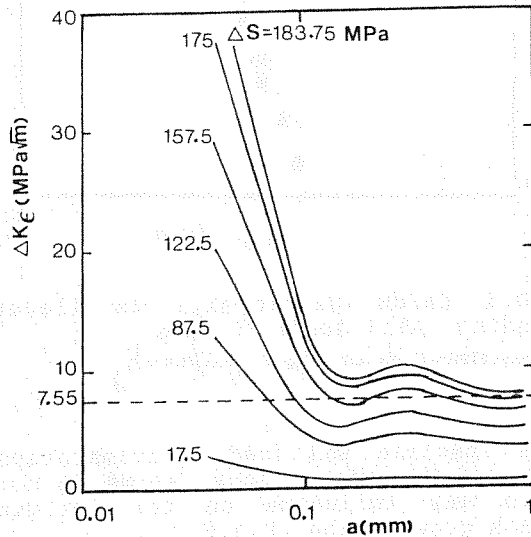


FIG.2 Strain intensity range  $\Delta K_\epsilon$  vs.  $a$  as a function of nominal stress range. Cantilever bending

The strain intensity factor results (Fig.2) show  $\Delta K_\epsilon$  decreasing with the crack length up to crack length values close to 0.2mm where the linear elastic solution starts.  $\Delta K_\epsilon$  increases with the applied nominal stress range as expected. The threshold value of  $7.55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  is indicated in the figure. Intersection of this line with the curves plotted in Fig.2 will give the pairs of values  $\Delta S_{th}$ , a used to draw the curve plotted in Fig.1

Fatigue crack propagation and crack closure data

Crack closure data was obtained with a special extensometer gauge provided with knife edges located above and below the crack plane. The specimens were fatigue loaded in cantilever bending and the testing details were given above. Two types of crack starters were used; a through thickness notch with 1mm depth and a corner crack with depth equal to

length of 1mm also. The tests were carried out at two different stress ratio values;  $R=0$  and  $R=-0.4$ . The

latter value was chosen to make a comparative study of the influence of the compressive part of the load wave both on crack propagation and crack closure behaviour. The crack closure parameter,  $U$ , initially defined by Elber (10) was computed with the equation

$$U = \frac{P_{max} - P_{op}}{P_{max} - P_{min}} \quad (5)$$

where  $P_{max}$  and  $P_{min}$  are the maximum and minimum values of the load in the fatigue cycle and  $P_{op}$  is the load corresponding to the opening of the crack surfaces,  $P_{op}$  was obtained from the load displacement plots taken from the crack closure gauge.

Plots of  $U$  against crack length are shown in Fig. 3 a), b) for the through thickness crack and in Figs.4 a), b) for the corner crack. For  $R=0$  the through thickness crack data shows higher scatter than the corner crack data. For  $R=-0.4$  (Figs.3b, 4b) scatter is negligible for both types of cracks and the  $U$  values are below those for  $R=0$  and show a small variation with crack length (0.65 to 0.5).

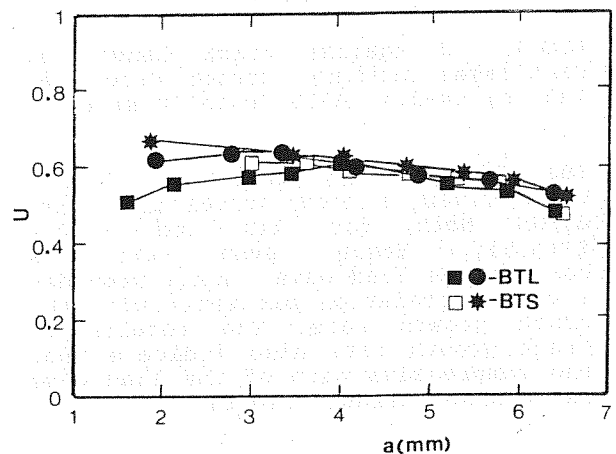
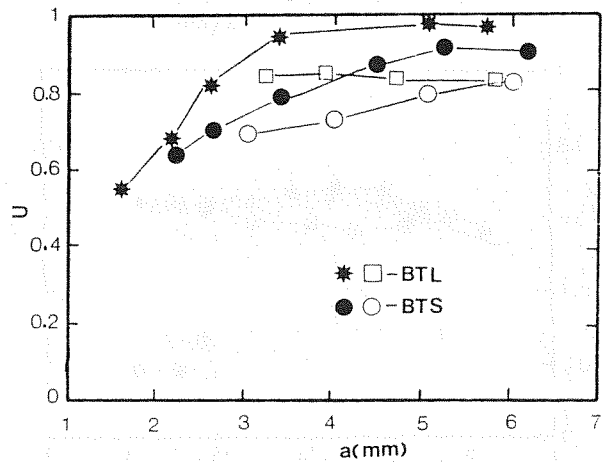


FIG.3 U against crack length a. Cantilever bending. Through thickness crack. a) R=0. b) R=-0.4. A515 Grade 70 steel

For the through thickness crack and for R=0, U increases markedly with crack length while for the corner crack (Fig. 4a) a less increase of U with a was obtained. U ranges from 0.7 to 0.95 for the corner crack at R=0 (Fig. 4a). This shows there is always a significant amount of crack closure in these tests.

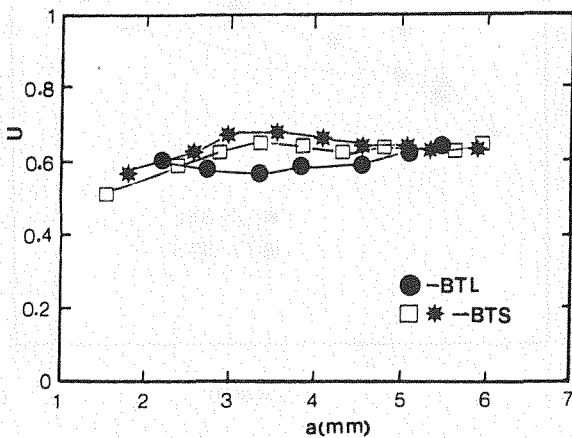
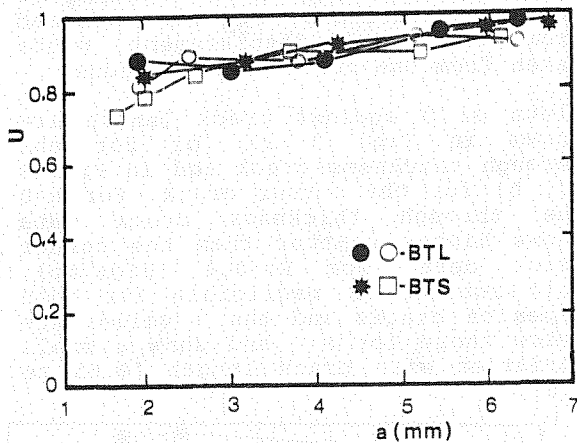


FIG.4 U against crack length a. Cantilever bending. Corner crack. a) R=0. b) R=-0.4. A515 Grade 70 steel

The effective  $\Delta K$  parameter,  $\Delta K_{ef} = U K$ , gives a good correlation with  $da/dN$  both for R=0 and R=-0.4 (Fig.5). Hence even with a compressive load wave,  $\Delta K_{ef}$  provides a good correlation parameter with the crack growth rate. The results of crack growth rate also indicate that the compressive part of the load wave has a minor effect (Fig.5).

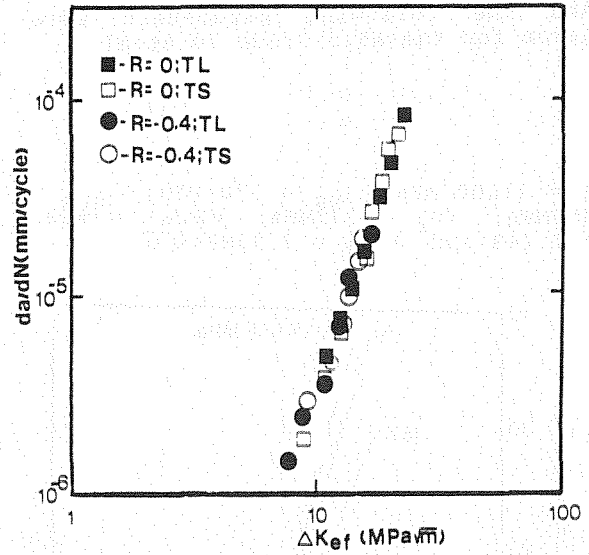


FIG.5  $da/dN$  against  $\Delta K_{ef}$ . Cantilever bending. A515 Grade 70 steel

*Compressions do not affect significantly*

The specimen and loading orientation (TL and TS orientations) seems do not have any influence on the fatigue crack growth rate (Fig.5).

Fig. 6 shows the plot  $da/dN$  against  $\Delta K$  for the corner cracked specimens and for R=0. The data shows a considerable overlap of results of crack length,  $a$  direction, and crack depth,  $c$  direction. Hence  $\Delta K$  for R=0 is a good correlation parameter both for the crack length rate,  $dc/dN$ , and the crack depth rate,  $da/dN$ . Crack speed is therefore very close in both crack directions.

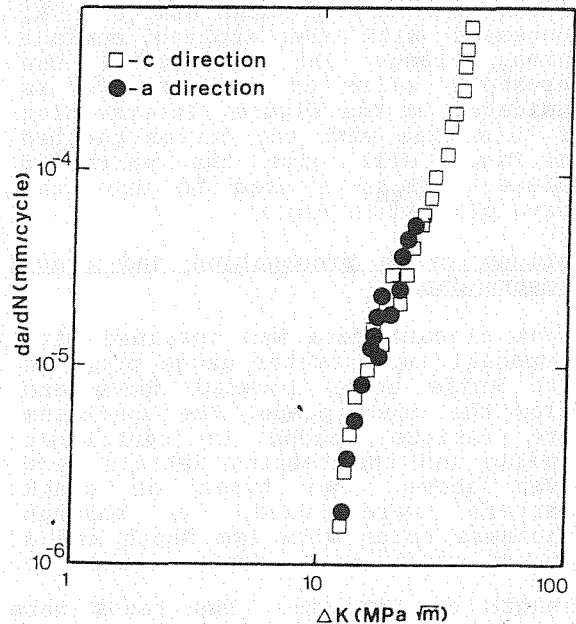


FIG.6  $da/dN$  against  $\Delta K$ . Cantilever bending. A515 Grade 70 steel

*Direction of the crack growth.*

## 3. CONCLUSIONS

1. The strain intensity factor approach gives good prediction of results of threshold data and non-propagating cracks in bending specimens of A515 Grade 70 steel.
2. Fatigue crack growth rate gives a good correlation with the effective value of  $\Delta K$  corrected for crack closure. This correlation was obtained for  $R=0$  and  $R=-0.4$  (compressive load wave)
3. The compressive part of the load wave in the fatigue cycle ( $R=-0.4$ ) has a minor effect on fatigue crack growth rate of A515 Grade 70 steel
4. In the A515 Grade 70 steel fatigue crack growth rate seems not to depend on the specimen orientation in the plate material referred to the loading axis.

## 4. REFERENCES

- (1) Branco, C. M., Progress report of project "Fracture toughness study of A515 Grade 70 steel", Contract CECA 7210/ KE / 932, F5.3/88, December 1991
- (2) Branco, C. M. "Fracture toughness behaviour of A515 Grade 70 steel used in pressure vessels", (in Portuguese), 3<sup>rd</sup> Portuguese Congress on Fracture, Lisbon, 1989
- (3) Branco, C. M. and Maddox, S. J., Proposal of the project "Weld improvement methods for low cycle fatigue applications", Contract CECA 7210/MC/931, F5, 1991
- (4) El Haddad, M. H., Topper, T. H. and Smith, K. N., "Prediction of non-propagating cracks", Eng. Fract. Mech., 11, pp. 573-584, 1979
- (5) Marques, J. M., Ferreira, J. A. and Branco, C. M., "Crack propagation in T joints subjected to bending", Proc. VIII Spanish Congress on Fracture, Santillana del Mar, pp. 270-274, 1991
- (6) Branco, C. M. and Ferreira, J. M., "Fatigue analysis of T joints in plates", Proc. ISOPE-91, Session 56, Edinburgh, UK, August 1991
- (7) Branco, C. M., Ferreira, J. M. and Radon, J. C., "Assessment of non propagating cracks using the strain intensity approach", Proc. 10<sup>th</sup> Congress on Material Testing, Session 8, Vol. II, pp. 454-459, Budapest, Hungary, October 1991
- (8) Modulef EPFE Code, University of Coimbra, Portugal, 1990
- (9) Murakami, Y., "Analysis of mixed mode stress intensity factors by body force methods", in Numerical Methods in Fracture Mechanics, Eds. D. R. J. Owen and A. R. Luxmoore, Pineridge Press, Swansea, UK, 1980
- (10) Elber, W., "The significance of fatigue crack closure", ASTM STP 486, pp. 230-242, 1972



**CRACK INITIATION AND GROWTH UNDER CREEP AND CREEP-FATIGUE LOADINGS OF 1Cr-1Mo-0.25V STEEL**

R. PIQUES, E. MOLINIE<sup>1</sup> and A. PINEAU  
Centre des Matériaux - Ecole des Mines  
B.P.87 - 91003 EVRY CEDEX - FRANCE  
URA CNRS n°866

**Abstract.** The present study deals with crack initiation and growth, under creep and creep-fatigue conditions, in 1Cr-1Mo-0.25V steel.

In this creep ductile material, most studies have focussed on the creep crack growth (CCG) rates,  $da/dt$ , and load-geometry parameter  $C^*$  correlations. Here the creep crack initiation (CCI) time is defined as the time,  $T_i$ , necessary for a defect to grow by a small critical distance,  $X_c$ , ( $X_c \approx 50 \mu\text{m}$  for example). This initiation stage may represent a large part of the rupture life of a cracked component. The importance of such studies is discussed in the first part.

In the second part, an attempt is made to present a simplified method based on the fracture mechanics of creeping solids (FMCS) to define the relevant load-geometry parameters for crack initiation and crack growth under creep-fatigue loadings. In particular, it is shown that  $da/dN-\Delta K$  correlations apply only when the hold time,  $t_h$  is lower than the transition time,  $t_{tr}$  between small-scale and large-scale yielding conditions. Conversely, for long hold times, it is suggested to use the  $T_i-C^*$  correlation to predict the fatigue life.

## 1. INTRODUCTION

Macroscopic cracks can initiate and propagate in metallic components at elevated temperature. Creep and creep-fatigue cracking have been extensively investigated in Cr-Mo-V steels which are used for the fabrication of components of steam turbines.

The creep crack initiation (CCI) and creep crack growth (CCG) behaviour of these materials was thoroughly examined in the authors laboratory [1-3]. The emphasis was laid not only on CCG behaviour but also on CCI behavior under isothermal conditions (550°C). In particular, a CCI time was defined as the time,  $T_i$ , necessary for a fatigue crack to grow over a predetermined distance,  $X_c$  ( $\approx 50 \mu\text{m}$ ). It was shown that the initiation stage may represent a significant part of the life of a component

[4]. This material was investigated under two conditions, that is, the initial unaged condition, and after long term aging ( $\approx 150\,000$  hours) in service exposure. In a first part, only a short account of isothermal creep cracking results is given.

The second part of the paper deals with the cracking behaviour of 1Cr-1Mo-0.25V steel, submitted to cyclic loading at 550°C. In this part, an attempt is made to develop a simplified method based on the Fracture Mechanics of Creeping Solids (FMCS) [5-6], to define the conditions according to which a creep cracking approach is more appropriate to account for hold time effects on CCI behaviour than a fatigue approach.

<sup>1</sup> Now at IRSID, 34, rue de la Croix de Fer,  
78104 Saint-Germain en Laye Cédex, France

In both parts, a number of results derived from the application of FMCS are used. It is therefore necessary to summarize some results. The stress-strain field around the tip of a stationary crack can be calculated, in an approximate way, as a function of time and distance from the crack tip. Upon loading at time  $t = 0$ , the stresses in the instantaneous plastic zone are given, for  $r \rightarrow 0$ , by the HRR singularities [7,8]. Under small-scale plastic yielding conditions, the stresses just outside of the plastic zone are given by :

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot r}} \cdot f_{ij}(\theta) \quad (1)$$

where  $f_{ij}(\theta)$  is a geometrical factor.

As time increases, creep zones develop into the instantaneous plastic zone and eventually into the elastic zone. For materials essentially deforming by secondary power law creep, these stresses within the creep zone are given by the Riedel and Rice singularities [5,6] :

$$\sigma_{ij}(r, \theta, t) = \left[ \frac{C_s(t)}{B_2 \cdot I_{n_2} \cdot r} \right]^{\frac{1}{n_2 + 1}} \cdot \sigma_{ij}(\theta, n_2) \quad (2)$$

where  $B_2$  and  $n_2$  are defined by the stationary creep law :

$$\left( \frac{d\epsilon}{dt} \right)_s = B_2 \cdot \sigma^{n_2} \quad (3)$$

$\sigma_{ij}(\theta, n_2)$  are geometrical tabulated functions;  $I_{n_2}$  is a numerical constant. In Eq.2,  $C_s(t)$  is given by :

$$C_s(t) = \frac{J}{(n_2 + 1) \cdot t} \text{ for } t < t_{tr}; \quad (4)$$

$$C(t) = C^* \text{ for } t > t_{tr} \quad (5)$$

where  $J$  is the contour intergral. Under plane strain small-scale yielding conditions, the transition time,  $t_{tr}$ , is defined as :

$$t_{tr} = \frac{J}{(n_2 + 1) \cdot C^*} = \frac{K^2(1-\nu^2)}{E(n_2 + 1)C^*} \quad (6)$$

$E$  : Young's modulus;  $\nu$  : Poisson's ratio.

It appears therefore that  $K$  or  $C^*$  are initiation and crack growth under creep and cyclic loadings. In the following, the calculations of stress-intensity factor are made by using the results given in Ref. [9]. The load-geometry parameter  $C^*$  is calculated for initial crack lengths, from simplified methods (see eg. [10-13]).

## 2. CRACK INITIATION AND CRACK GROWTH IN THE CREEP RANGE

Full details concerning the experimental procedures used to investigate both CCI and CCG behaviour are given elsewhere, i.e. in Ref.[1-3]. Both time to initiation,  $T_i$ , i.e. the time necessary for the crack to grow over a critical distance,  $X_c = 50 \mu\text{m}$  and CCG rates were determined. Based on the fracture mechanics of creeping solids (FMCS) - Ref. [5,6], the relevant load-geometry parameter applicable to this creep ductile materials is the  $C^*$  parameter. A short account of simplified methods used to calculate  $C^*$  for test specimens is given in Ref. [13].

Here it is enough to remember that the load-geometry parameter,  $C^*$ , was defined from the measurement of the load-line displacement rate,  $\dot{\Delta}_{exp}$ , as  $C^*_{exp}$  (see e.g. Ref.[2-3]).

**Creep crack initiation time.** Test results carried out on compact CT specimens tested at 550°C, are reported in Fig.1. These results show a unique correlation between  $T_i$  and  $C^*_{exp}$ , independent of initial test conditions, given by :

$$T_i \cdot C^*_{exp}{}^\alpha = \text{constant} \quad (7)$$

The slope  $\alpha$  was found to be equal to 0.85 in this Cr-Mo-V ferritic steel (aged or unaged).

**Creep crack growth rates.** It was shown that the CCG rates exhibit a typical two-stage behavior [2-3]. During the initial stage I regime,  $\dot{\Delta}_{exp}$  and  $C^*_{exp}$  remain essentially constant, while  $da/dt$  increases rapidly. Thus stage I depends strongly on initial test conditions. No unique correlation can therefore be established in Stage I between  $da/dt$  and  $C^*_{exp}$ . Conversely, a unique quasi-linear correlation was observed to exist

between  $C^*_{exp}$  and Stage II CCG rates, that is, for  $da/dt \geq 5 \mu\text{m/h}$ . In fact, this quasi-proportionality reduces essentially to a simple correlation between  $da/dt$  and  $da/dt$  (Ref. [2-4]). This may bring into doubt some published data where only high CCG rates were studied. For engineering applications, to assess creep crack behavior, it is suggested to use times- $C^*$  diagrams (Fig 1) to predict times to initiation without other consideration.

### 3. CRACK GROWTH UNDER CYCLIC LOADING

In steam power plant components, macroscopic cracks can initiate and propagate during in-service conditions under the combined influence of creep and fatigue damages. This is one of the reasons why we have investigated in more details the crack growth behaviour of 1Cr-1Mo-0.25V ferritic steel under creep-fatigue loadings.

**Experimental procedures.** Two different types of cyclic loadings were investigated :

- (i) Isothermal fatigue at 20Hz,  $5 \times 10^{-2}$  Hz and  $3.7 \times 10^{-3}$  Hz. In these tests, the temperature was 550°C and the load ratio  $R = P_{min}/P_{max} = 0.1$ .
- (ii) Isothermal creep-fatigue tests at 550°C and  $R = 0.1$ . Hold times,  $t_h$ , of 1 hour, 10h and 30h were investigated.

All these experiments were carried out on CT specimens with  $W = 40$  mm and a thickness,  $B = 20$  mm. More details on the experimental procedures can be found elsewhere [1-3]. Initial conditions of creep-fatigue tests are given in Table 1. In this table, we have included the initial values of the reference stress,  $\sigma_{ref}$ , calculated from limit-load analysis (see e.g. Ref.[12]).

**Experimental results.** Table 2 shows the experimental and calculated results. From measured stationary load-line displacement rates,  $\dot{\Delta}_{exp}$ , it is possible to calculate  $C^*_{exp}$ . According to fracture mechanics of creeping solids [5,6] Eq. 6 gives the transition times,  $t_{tr}$ . In all tests, the times to initiation,  $T_i$ , are much larger than the transition times,  $t_{tr}$ , as shown in Table 2.

For hold times  $t_h \leq 1$ h, one obtains  $t_h < t_{tr}$ . In this case, small-scale creep conditions prevail and the stress-intensity factor characterizes the time-dependent crack-tip stress-strain field. Moreover, the time spent in crack initiation,  $T_i$ , can be neglected in comparison with either the time to growth,  $T_G$ , or the time to failure  $T_F$  ( $T_F = T_i + T_G$ ).

The creep-fatigue cracking tests for which  $t_h \geq 10$  h are such that  $t_h \geq t_{tr}$ . As indicated in the introduction, it appears therefore that the load-geometry parameter  $C^*$  controls stress-strain singularities in the large-scale creep zone ahead of the crack tip. The experimental results show that the time to initiation,  $T_i$ , is of the same order of magnitude than  $T_G$  (and  $T_F$ ).

**Discussion.** It appears necessary to distinguish two cases; the first situation corresponds to loadings such that  $t_h$  is smaller than the transition time,  $t_{tr}$ , while the second one is associated with longer hold times. In the later case, because of the limitations in the correlation between  $(da/dt)$  and  $C^*$  parameter mentioned earlier, it seems more appropriate to concentrate on crack initiation than on crack growth. Both situations are considered successively.

#### Fatigue and creep-fatigue crack growth.

The results of crack growth rates measurements are reported in Fig.2 in terms of  $\Delta K$  for aged material. In all cases, after a transient regime characterized by a high slope of the  $da/dN$ - $\Delta K$  curves a stationary regime is observed. The curves obtained at large frequency (20Hz and  $5 \cdot 10^{-2}$  Hz) are characterized by a relatively low slope ( $\approx 4$ ), while those obtained under continuous cycling at low frequency ( $3.7 \cdot 10^{-3}$  Hz) or with a superimposed hold time show a higher slope ( $\approx 10$ ). Detailed examinations of secondary cracks on sections perpendicular to nickel-plated fracture surfaces showed that this change in slope was associated with a modification in fracture modes from transgranular at high frequency to intergranular at low frequency or with a hold time.

It is necessary to limit the use of these fatigue  $da/dN$ - $\Delta K$  curves for hold times

lower than the transition time, and to attempt to develop another approach for the tests in which creep damage is predominant.

**Creep-fatigue crack initiation.** For the analysis of creep crack behaviour in engineering applications we have proposed to use  $C^*$ -times diagrams similar to those shown in Fig.1. The results of the creep-fatigue tests with a superimposed hold time are reported in this diagram (Fig.3). The times to initiation given in Table 2 were defined as  $T_i = N_i \times t_h$ , where  $N_i$  is the number of cycles observed to propagate the fatigue precrack over a critical distance of  $50\mu\text{m}$ . It was shown that it was possible to calculate  $C^*$  for creep-fatigue loading using fully predictive simplified methods, similar to those developed for pure creep tests [3].

The results given in Fig.3 show that, for both unaged and aged material, the creep crack initiation approach developed for pure creep applies to creep-fatigue tests, as soon as the hold time is much larger than the transition time,  $t_{tr}$ , i.e. for hold times of 10h and 30h. On the other hand, for lower hold times (1h), the observed times to initiation are much lower than those predicted from the creep approach, as expected. For those conditions, as indicated previously, it is necessary to adopt a fatigue approach based on  $da/dN-\Delta K$  curves which are experimentally determined with various hold times.

#### 4. CONCLUSIONS

From this study on a Cr-Mo-V ferritic steel, two main conclusions can be derived :

(1) Creep cracking behavior under isothermal conditions can be characterized by the master-curve :

$$T_i \cdot C^{*\alpha} = \text{Constant.}$$

This correlation can be used to predict the time to initiation  $T_i$  in cracked components, provided that  $C^*$  is calculated by fully predictive methods. The method based on reference stress and reference length concepts can be extremely useful for engineering applications.

(2) In the assessment of creep-fatigue crack growth behaviour, it is necessary to compare the hold time,  $t_h$  to the transition time,  $t_{tr}$ , calculated from the application of the fracture mechanics of creeping solids :

- (i) For  $t_h \ll t_{tr}$ , the time to growth,  $T_G$  represents a large part of the time to failure,  $T_F$ . Under these conditions, the crack growth rate is determined as a function of  $\Delta K$  and  $t_h$ , under these conditions.
- (ii) For  $t_h \gg t_{tr}$ , the time to initiation is of the same order of magnitude than  $T_F$ . A pure creep approach based on  $T_i-C^*$  correlation is recommended for these situations.

#### REFERENCES

- [1] Molinié, E., Piques, R. and Pineau, A., "Behaviour of a 1Cr-1Mo-0.25V steel after long term exposure; Part I : Charpy impact toughness and creep properties". Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, **14**, (1990), pp.531-545.
- [2] Molinié, E., Piques, R. and Pineau, A., "Behaviour of a 1Cr-1Mo-0.25V steel after long term exposure"; Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, **14**, (1990), pp.547-563.
- [3] Molinié, E., (1991), "Mécanique et mécanismes de l'endommagement et de la fissuration en viscoplasticité dans les aciers ferritiques faiblement alliés. Eléments d'estimation de la durée de vie résiduelle". Thèse Ecole des Mines, Paris May 15, 1991 (in French).
- [4] Pineau, A. "Assessment procedures for defects in the creep range", High temperature Structural design, ESIS 12, Mechanical Engineering Publications, London (1992), pp.355-396.
- [5] Riedel, H., "Creep deformation at crack tips in elastic-viscoplastic solids". Journal of the Mechanics and Physics of Solids, **29**, (1981), pp.35-49.

- [6] Riedel, H., and Rice, J.R., "Tensile cracks in creeping solids" Fracture Mechanics : Twelfth Conf. ASTM STP 700. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, (1980), pp.112-130.
- [7] Rice, J.R. and Rosengren, G.F., "Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material", Journal of the Mechanics and Physics of Solids, **16**, (1968), pp.1-12.
- [8] Hutchinson, J.W., "Singular behaviour at the end of a tensile crack in a hardening material", Journal of the Mechanics and Physics of Solids, **16**, (1968), pp.13-31.
- [9] Saxena, A. and Hudak, S.J., "Review and extension of compliance information for common crack growth specimens", International Journal of Fracture, **14**, (1978), pp.453-478.
- [10] Harper, M.P. and E.G. Ellison, (1977). "The use of the C\* parameter in predicting creep crack propagation rates", Journal of Strain Analysis, **12**, (1977), pp.167-199.
- [11] Mass, E. and Pineau, A., "Creep crack growth behaviour of type 316L steel" Engineering Fracture Mechanics, **22**, (1985), pp.307-325.
- [12] Bensussan, P., Piques, R. and Pineau, A., "A critical assessment of global mechanics approaches to creep crack initiation and creep crack growth in 316L steel". Non-linear Fracture Mechanics : Volume I - Time - Dependent Fracture, ASTM STP 995, (1989), pp. 27-54.
- [13] Piques, R., Molinié, E. and Pineau, A., "Creep and creep-fatigue cracking behavior of two structural steels", 11th SMIRT post seminar N°5, Tokyo, Japan (1991).

MATERIAL (*)	TEST TEMPERATURE (°C)	CT REFERENCE	a <sub>0</sub> /W	P <sub>max</sub> (daN)	R	K <sub>I</sub> <sup>max</sup> (MPa.√m)	σ <sub>Ref</sub> <sup>max</sup> (MPa)	t <sub>h</sub> (h)
U	550	8-06	0.398	1083	0.1	22.1	97	1
U	550	8-03	0.401	1194	0.1	24.1	108	10
A	550	1-32	0.539	712	0.1	21.6	121	1
A	550	4-10	0.399	1250	0.1	25.5	112	1
A	550	2-43	0.506	965	0.1	26.4	139	10
A	550	3-40	0.434	1754	0.1	39.1	182	10
A	550	3-21	0.387	1303	0.1	25.8	111	30

(\*) U = Unaged; A = Aged

**Table 1.** Experimental initial conditions of creep-fatigue tests performed on CT cracked specimens.

CT (*) REFERENCE	Δ <sub>exp</sub> (μm/h)	C* <sub>exp</sub> (N/m.h)	t <sub>tr</sub> (h)	T <sub>i</sub> (h)	T <sub>G</sub> (h)	T <sub>F</sub> = T <sub>i</sub> +T <sub>G</sub> (h)
8-06 (U)	0.11	6.8	36.7	355	1500	1855
8-03 (U)	0.39	27.4	11.4	1610	640	2250
1-32 (A)	1.42	81.2	2.4	32	1168	1200
4-10 (A)	0.98	75.4	3.1	64	636	700
2-43 (A)	1.32	89.5	3.3	368	557	925
3-40 (A)	35.91	3990.4	0.2	22	34	56
3-21 (A)	0.31	24.1	11.7	820	1580	2400

(\*) U = Unaged; A = Aged.

**Table 2.** Experimental and calculated results of creep-fatigue tests performed on CT cracked specimens.

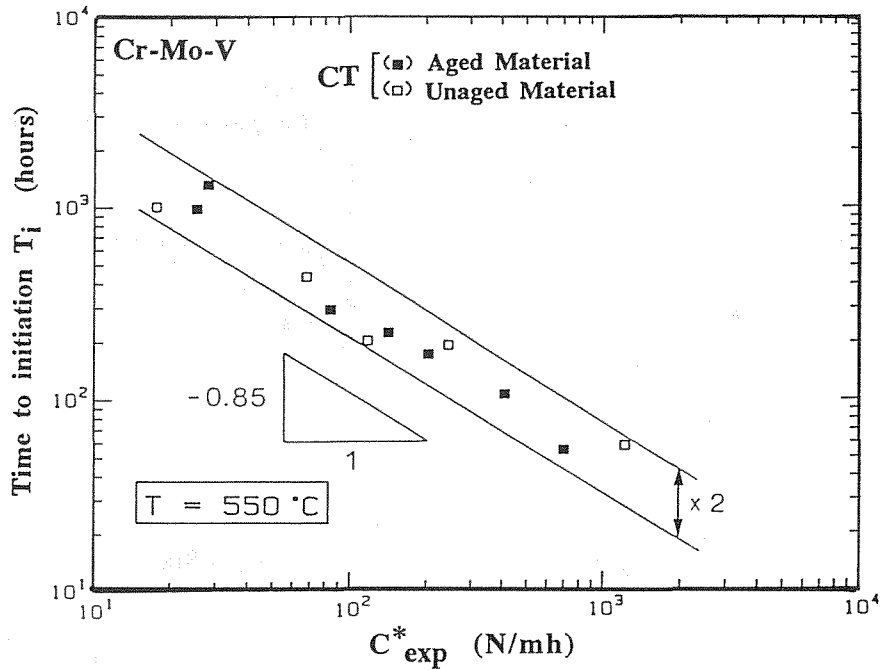


Figure 1. Time to initiation,  $T_i$ , versus  $C^*_{exp}$  in Cr-Mo-V steel. The results were obtained on CT specimens tested at  $550^\circ\text{C}$ .

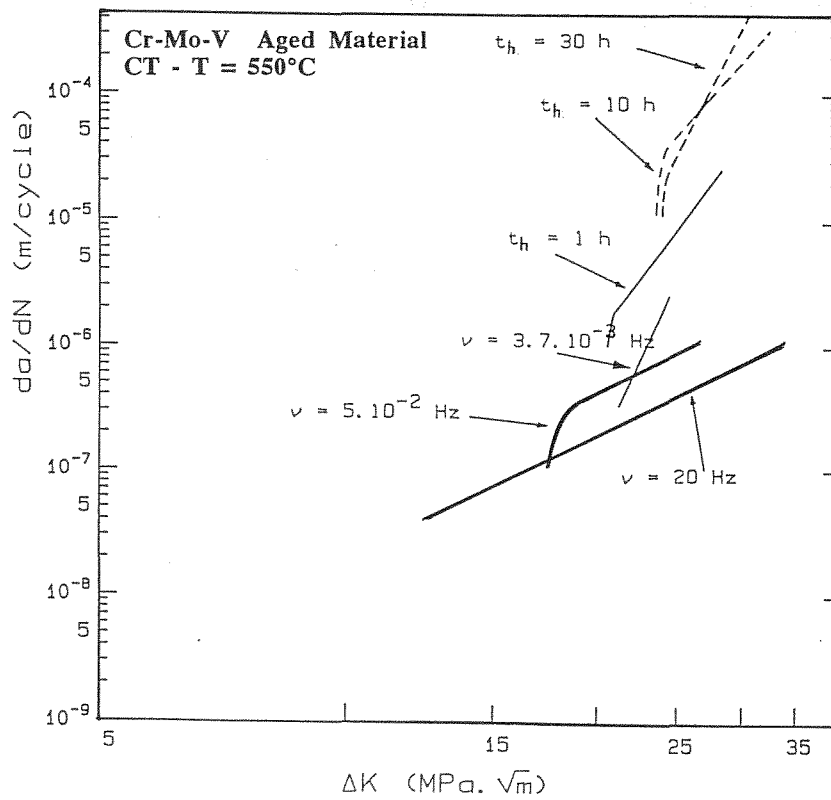


Figure 2.  $da/dN = f(\Delta K)$  curves determined on aged Cr-Mo-V steel - CT specimens tested under fatigue and creep-fatigue loading at  $550^\circ\text{C}$  and  $R = 0.1$ .

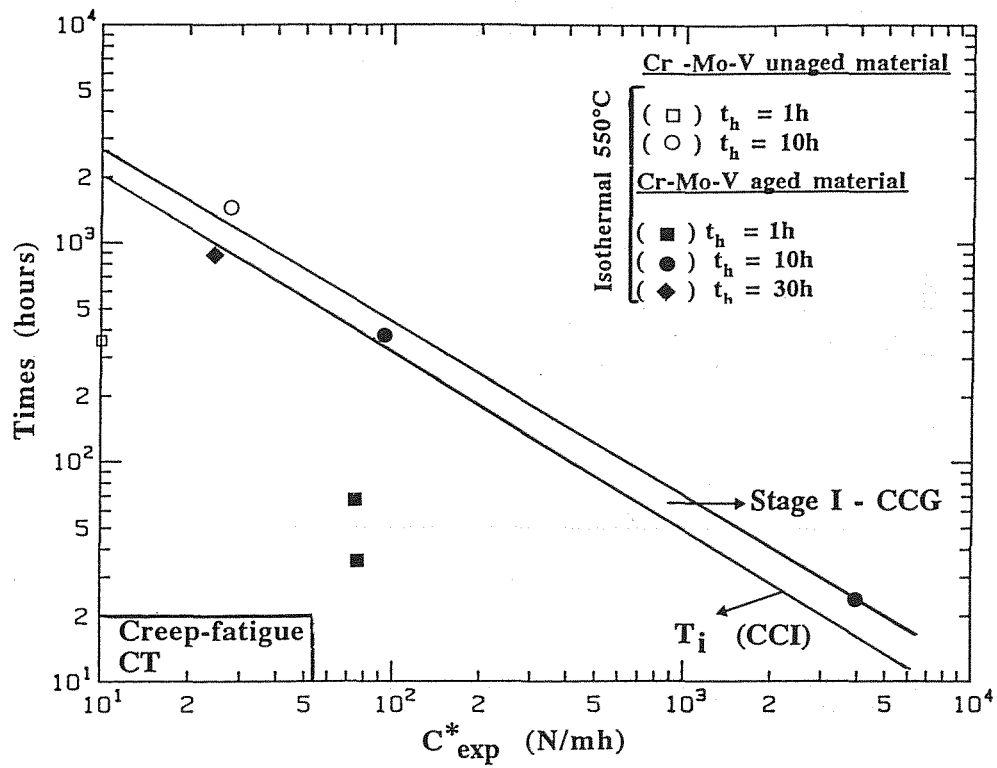


Figure 3. Time to initiation,  $T_i$ , versus  $C^*_{exp}$  obtained on Cr-Mo-V steel - CT specimens tested under creep-fatigue conditions.

## APLICACION DE METODOS DE MECANICA DE ROTURA ADHESIVA AL ENSAYO DE UNIONES SOLDADAS POR DIFUSION

J.C. Suárez, E. Carrillo y F. Molleda

Departamento de Arquitectura y Construcción Navales  
E.T.S. Ingenieros Navales, Universidad Politécnica de Madrid  
Ciudad Universitaria, 28040-Madrid.

**Resumen.** El presente trabajo pretende mostrar las posibles ventajas que supone el empleo del llamado "ensayo de burbuja", proveniente del campo de los adhesivos, para evaluar las propiedades mecánicas de una unión soldada por difusión. Se presenta, dentro del planteamiento global de la Mecánica de Fractura, el análisis teórico y numérico que conduce a expresiones que relacionan la presión hidrostática crítica que provoca la propagación de una grieta en la intercara de unión con la energía por unidad de superficie necesaria para la creación de nueva superficie de fractura. Se sugieren, asimismo, procedimientos prácticos para determinar con precisión el comienzo del desgarro.

**Abstract.** This paper shows several possible advantages from the use of the so-called "Blister Test", formerly used in the adhesives world, for the evaluation of the mechanical properties of a diffusion bonded joint. According with the Fracture Mechanics energy balance approach, it presents the analytical method and computer techniques leading to obtain expressions that relate the critical hydrostatic pressure to start crack propagation along the interface with the energy per unit length needed to create new fracture surface. There are also some suggestion on practical procedures to precisely determine the flaw growth initiation pressure.

## 1. INTRODUCCION

La soldadura por difusión ha adquirido un auge notable en los últimos tiempos. Las razones fundamentales son la gran calidad de las uniones, por ser una unión en estado sólido (sin fusión), y la versatilidad para unir multitud de materiales (metal-metal, metal-cerámico, cerámico-cerámico, etc.).

La determinación de la resistencia de la unión no es, sin embargo, una tarea fácil. Existen no pocos ensayos en la literatura [1-6], ninguno aceptado universalmente y, además, es difícil la comparación e interpretación de los resultados obtenidos con cada uno de ellos.

Se propone en el presente trabajo la aplicación de métodos ya empleados en la caracterización de uniones adhesivas

[7]. El paralelismo entre ambas situaciones es evidente: dos materiales masivos (adherentes) se unen por medio de una delgada capa de adhesivo. En la soldadura por difusión el papel del adhesivo lo desempeña la, asimismo, delgada intercara de difusión (en la que algunas veces se sitúa incluso un fina lámina de material que actúa como intermediario en el proceso de difusión).

El ensayo estudiado es el denominado "ensayo de burbuja" [8]. Utilizando el concepto de balance de energía se trata de relacionar los desplazamientos de una zona no unida, de forma circular, sometida a presión hidrostática, con la energía de rotura adhesiva de la unión. Se presenta el procedimiento para algún casos donde se puede obtener fácilmente una solución analítica: un disco, usando teoría de placas y un medio infinito,



con una grieta en forma de moneda. Para situaciones más realistas, con placas de espesor arbitrario, se presentan algunos resultados obtenidos mediante elementos finitos.

El objetivo último del trabajo es presentar expresiones que nos relacionen la presión hidrostática crítica a la que se produce la propagación de la grieta por la intercara de unión (determinación experimental que no es objeto del presente trabajo) con la energía disponible para la creación de nueva superficie durante la propagación de la grieta, por unidad de superficie (denominada energía de rotura adhesiva).

## 2. DESCRIPCION DEL ENSAYO

En su versión más simple, el ensayo de burbuja consiste en una lámina de material que ha sido unida a un soporte mucho más rígido, excepto en una zona central de radio  $a$ . En el caso que nos interesa, la unión se realiza mediante soldadura por difusión (aplicando presión y calor muy por debajo de la temperatura de fusión del material). Para evitar que se produzca la unión en la zona central se aplica una fina película de "stop-off" o barrera de difusión. Cuando se somete a presión hidrostática la región no unida, mediante la inyección de un fluido, la lámina de material se levanta del soporte y forma una "burbuja" (Fig. 1).

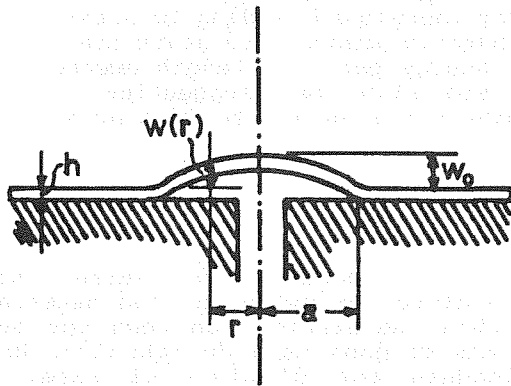


Fig. 1. Geometría del ensayo de burbuja presurizado.

El radio de la burbuja permanece fijo hasta que se alcanza una presión crítica,  $p_{cr}$ . A partir de ese instante el radio de la burbuja crece de tamaño, lo cual significa que se ha producido el fallo a lo largo de la intercara de unión.

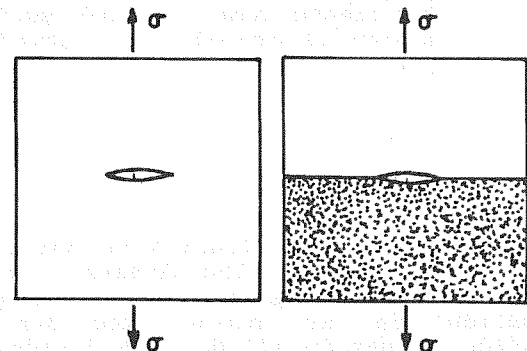
La presión puede proporcionarse neumática o hidráulicamente. En cualquier caso, siempre se tiene la ventaja de estar seguros de que las cargas son aplicadas de forma simétrica, sin precisar de alineamientos laboriosos

de dispositivos de ensayo mecánicos. Una ventaja añadida se encuentra en el estudio de la influencia de factores ambientales sobre la resistencia de la unión. Si el ambiente agresivo puede ser incorporado como fluido presurizante, podemos estar razonablemente seguros de que estará actuando en el mismo (o zonas muy próximas) vértice de grieta.

Una dificultad importante es la de determinar de manera fiable la carga de iniciación de la propagación, particularmente en situaciones en las que el crecimiento estable de la fisura sea muy lento. Puede usarse un sensor de presión para detectar pequeñas variaciones de presión en la zona bajo la burbuja, se pueden emplear registros de emisión acústica, galgas extensométricas pegadas a la superficie de la burbuja, etc. Por nuestra parte, estamos intentando poner a punto un sistema que utiliza la técnica fotoelástica de reflexión para poder seguir y registrar ópticamente todo el experimento.

## 3. ANALISIS TEORICO

La Mecánica de la Rotura que habitualmente manejamos se puede denominar Mecánica de Rotura Cohesiva, en el sentido de que se ocupa de la propagación de grietas dentro de un material uniforme. Cuando la grieta se sitúa en la intercara entre dos materiales nos introducimos en lo que se denomina Mecánica de Rotura Adhesiva (Fig. 2).



Fractura cohesiva Fractura adhesiva

Fig. 2. Rotura cohesiva versus rotura adhesiva.

No se trata de una teoría diferente; como demostró Williams [9], la similitud de la rotura adhesiva y cohesiva desde el punto de vista de la Mecánica de Medios Continuos, particularmente el concepto de energía de fractura, permite un tratamiento similar de ambas situaciones.

Al contrario que en el caso de un material uniforme con comportamiento

elástico (donde  $R$  o  $G_c$  puede considerarse como una propiedad del material, al menos en situaciones de deformación plana), la energía de rotura adhesiva  $\gamma_a$  (energía necesaria para crear una unidad de área) no es en sentido estricto una propiedad del material (depende, por ejemplo, de la preparación superficial de los materiales a unir) dentro de una interpretación de mecánica del continuo, pero es sin duda un parámetro del sistema y puede ser usado posteriormente para predecir la rotura de la unión.

La restricción de que el sistema sea homogéneo no es ciertamente necesaria para poder aplicar el planteamiento global o energético de la Mecánica de la Rotura, ya que se ha de tener en cuenta la disipación de energía en el sistema como un todo. De forma que la aplicación a sistemas adhesivos, como lo es una unión soldada por difusión, es directa. Para iniciar la propagación de una grieta en la intercara y extenderla un área  $\delta A$ , debe ser satisfecho el siguiente balance energético

$$\delta W - \delta U - \delta E_d \geq \gamma_a \delta A \quad (1)$$

donde  $\delta W$  es la variación en el trabajo suministrado por las fuerzas,  $\delta U$  es la variación en la energía elástica almacenada y  $\delta E_d$  es la energía disipada. Estamos admitiendo implícitamente las siguientes hipótesis, fundamentales para simplificar el problema: las fuerzas aplicadas son casi estacionaria, no dependen del tiempo o lo hacen de manera tal que es posible despreciar los efectos de inercia; la velocidad de propagación de la fisura es pequeña respecto a la velocidad de las ondas superficiales (Rayleigh) en el sólido. Otras hipótesis, no fundamentales pero sí razonables en muchas situaciones, son: no se considera el aporte de energía térmica; la energía de rotura adhesiva por unidad de área se supondrá constante (esto es válido, en principio, para estudiar la iniciación del desgarro aunque a efectos de la propagación sea más conveniente considerar  $\gamma_a$  como una función de la velocidad de crecimiento de la fisura); las fuerzas por unidad de volumen se consideran nulas; consideramos la iniciación de la propagación y no la condición para que una grieta siga propagándose, por lo que la contribución de la energía cinética es nula.

En ausencia de trabajo suministrado por las fuerzas exteriores (condición de contorno de desplazamientos impuestos) y no actuando en forma apreciable mecanismos de disipación de energía tales como la plastificación o el flujo viscoso, la ecuación (1) se reduce a

$$-\delta U \geq \gamma_a \delta A \quad (2)$$

En el límite, a medida que el área de la fisura tiende a cero, la condición de inestabilidad o criterio de fallo se escribe en términos de la energía por unidad de área disponible para la propagación de la grieta (miembro izquierdo, prescindiendo del signo) y de la energía de fractura adhesiva (miembro derecho de la desigualdad)

$$\frac{\partial U}{\partial A} \geq \gamma_a \quad (3)$$

Luego, para poder predecir las condiciones de fallo de una unión deberemos, en primer lugar, calcular el lado izquierdo de la desigualdad ( $\partial U / \partial A$ ) y, por otra parte, medir el lado derecho ( $\gamma_a$ ). Consideraremos el cálculo, analítico o numérico, de la energía disponible por unidad de área para la propagación de la grieta en el ensayo de burbuja. La determinación de la energía de fractura adhesiva no es objeto del presente trabajo y, actualmente, estamos en proceso de puesta a punto del dispositivo experimental.

De la teoría clásica de placas, se encuentra que los desplazamientos de un disco de radio  $a$ , sujeto en el contorno y uniformemente cargado (presión  $p$ ), están dados por

$$w(r) = \frac{1}{64} \frac{p}{D} (a^2 - r^2)^2 \quad (4)$$

donde  $D = Eh^3/12(1-\nu^2)$  es la rigidez a flexión de la lámina ( $h$  es el espesor de la lámina).

Ahora, podemos calcular la energía de deformación elástica almacenada

$$U = \pi \int_0^a p w(r) r dr \quad (5)$$

Utilizando el balance de energía en la situación de equilibrio (justo antes de comenzar a propagarse la fisura), debemos igualar la energía disponible por unidad de área para la propagación de la fisura con la energía necesaria para la creación de nueva superficie  $\delta \Gamma = 2\pi a \gamma_a \delta a$ .

$$\frac{d}{dA} (U - \Gamma)_{p=p_{cr}} = 0 \quad (6)$$

de donde se puede despejar el valor de la presión crítica en función de  $\gamma_a$

$$p_{cr} = \sqrt{\frac{32}{3(1-\nu^2)} \left(\frac{h}{a}\right)^3 \sqrt{\frac{E\gamma_a}{a}}} \quad (7)$$

Esta expresión es válida sólo bajo los supuestos de la teoría de placas, en la

cual se supone que las secciones planas permanecen planas tras la deformación. Esto es más cierto cuanto más delgado es el material. Para láminas de mayor espesor o diferentes condiciones de contorno hay que refinar las soluciones analíticas, si es posible, o recurrir a análisis numéricos.

En cualquier caso, la idea fundamental es que se trata de obtener una expresión que nos relacione la energía de rotura adhesiva con la presión crítica a la cual comienza a propagarse la grieta. De esta forma, determinando por alguno de los procedimientos anteriormente descritos el valor de  $p_{cr}$  obtendríamos inmediatamente la  $\gamma_a$  buscada.

Existen varias versiones, desde el punto de vista metodológico, para la realización del ensayo de burbuja. Quizá una de las variantes más usadas es la de la grieta con forma de moneda, cuya configuración se muestra en la Fig. 3 y que se ajusta a la relación entre  $p_{cr}$  y  $\gamma_a$  dada por

$$P_{cr} = \sqrt{\frac{2\pi\gamma_a E_2 (1-2\nu_2)}{(1+\nu_2)(3-4\nu_2) [\frac{1}{4}\pi^2 \ln^2(3-4\nu_2) + 1] \ln(3-4\nu_2)a}} \quad (8)$$

donde los subíndices 1 y 2 se refieren a las propiedades de los dos materiales, entre los que está la fisura.

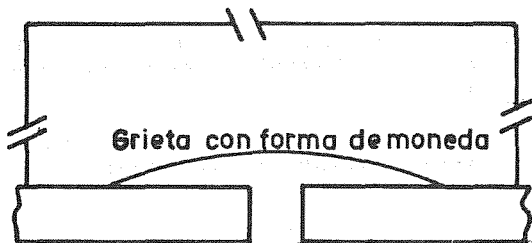


Fig. 3. Fisura en forma de moneda.

Para un material incompresible ( $\nu = \frac{1}{2}$ ) esta última ecuación se reduce a

$$P_{cr} = \sqrt{\frac{2\pi}{3}} \sqrt{\frac{E\gamma_a}{a}} \quad (9)$$

La Fig. 4 muestra (Anderson et al. [7]), en una representación adimensional y para un material incompresible, la diferencia entre aplicar las ecuaciones (7) para comportamiento como placa (lámina delgada) y (9) para un continuo infinito (lámina gruesa). Como es previsible, no cabe esperar una transición brusca entre estos dos comportamientos extremos tal como viene

marcado por la intersección de las curvas.

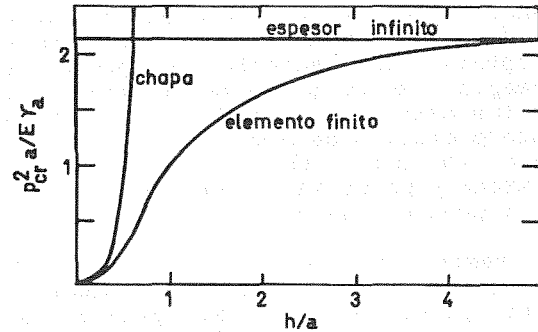


Fig. 4. Comparación de soluciones numéricas y analíticas.

Según se desprende del análisis por elementos finitos, como veremos en el siguiente apartado, existe una transición suave.

Es necesario acotar las limitaciones de las soluciones analíticas desde el punto de vista de la realización práctica del ensayo. La asunción de la teoría clásica de placas de que las secciones planas permanecen planas tras la deformación, es tanto más válida cuanto menor es el espesor del material. Sin embargo, numerosas situaciones prácticas de uniones soldadas por difusión requieren configuraciones experimentales y espesores para los que obtendríamos importantes errores en la determinación de  $\gamma_a$ .

Para la configuración semi-infinita (espesor infinito y radio de la grieta finito) la energía de fractura no depende de la razón  $h/a$  (espesor/radio), tal como muestra la ecuación (9). Se podría determinar experimentalmente el valor mínimo del espesor y del radio para el cual el análisis sería válido, pero en ocasiones esto nos conduciría a situaciones poco prácticas debido a la gran cantidad de material necesaria para construir la probeta. Existen situaciones, no obstante, donde esta configuración es conveniente o ventajosa. Por ejemplo, si deseáramos evaluar la influencia de un ambiente agresivo sobre una línea de soldadura alejada de la superficie. También cuando los materiales unidos por difusión son frágiles y tienden a fallar por cortadura en el espesor (Fig. 5).

En este caso, Bennet [10] ha sugerido el empleo de un cilindro del material a unir, con la grieta en forma de moneda en su centro, y concéntrico a él (introducido con apriete) otro cilindro de un material muy rígido. Este último impone un constreñimiento físico que reduce las tensiones a cortadura dentro

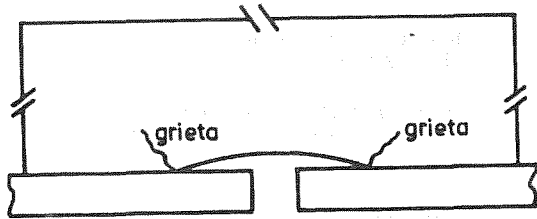


Fig. 5. Modo de fallo a cortadura.

de la línea de unión y provoca la propagación de la fisura a lo largo de la intercara de soldadura.

4. ANALISIS NUMERICO

El criterio de inestabilidad de la fisura, obtenido a partir del balance energético tal como se presenta en la ecuación (3), puede ser escrito de forma aproximada como

$$\left( \frac{\Delta U}{\Delta A} \right)_\sigma \geq \gamma_a \quad (10)$$

donde  $\Delta A$  es un pequeño incremento del área de la grieta y  $\Delta U$  es el cambio correspondiente en la energía de deformación elástica. La ecuación (10) es exacta en el límite cuando  $\Delta A$  se aproxima a cero, en el presente análisis no es sino una aproximación tanto más exacta cuanto menores sean los incrementos que tomemos al propagar la grieta.

Como queda de manifiesto, esta aproximación requiere el cálculo de la energía disponible por unidad de área para la propagación de la fisura y, específicamente, su variación con el tamaño de grieta. Habiendo obtenido previamente el campo de desplazamientos y de tensiones mediante elementos finitos, esto se realiza básicamente calculando en primer lugar la energía de deformación elástica almacenada en el sistema,  $U_1$ , para una carga dada y un tamaño de grieta. Luego, la energía almacenada para las mismas condiciones de carga pero para una grieta ligeramente más larga,  $U_2$ . Entonces, la energía disponible para la propagación es aproximada, para pequeños cambios en la longitud de grieta, por:

$$\frac{\Delta U}{\Delta A} = \frac{U_2 - U_1}{A_2 - A_1} \quad (11)$$

donde  $A_1$  es el área de superficie de fractura correspondiente al valor de  $U_1$ . El valor calculado aproxima la energía liberada para el área de superficie de fractura promedio  $(A_1+A_2)/2$ . De esta manera, por pasos sucesivos, se obtiene la curva de variación de energía de

deformación elástica almacenada frente al tamaño de la grieta. Cada nuevo paso implica el recálculo de los campos de tensiones y desplazamientos.

En definitiva, se trata de usar el Método de los Elementos Finitos para obtener el campo de desplazamientos y tensiones. Todos los recursos disponibles para mejorar la fidelidad de las soluciones en las proximidades del vértice de la grieta (colapso de un lado en elementos isoparamétricos, desplazamiento de los nodos en el centro de las aristas a  $\frac{1}{4}$  de su longitud en elementos cuadrilaterales de ocho nodos, empleo de elementos especiales, etc.) mejorarán el resultado final [11]. El siguiente paso es el cálculo de la energía de deformación elástica almacenada. Aquí también es posible mejorar la solución mediante algunas técnicas numéricas concretas. Por ejemplo, reformulando la expresión de la energía de deformación elástica en función de la matriz de rigidez, vectores fuerza y vectores desplazamiento, que son los que maneja el programa de elementos finitos. Además, como ya no es necesario calcular tensiones y deformaciones se ahorra tiempo de cálculo. Sin entrar en el desarrollo de la deducción, la expresión a la que se llega es [7]

$$U = \frac{1}{2} \sum_i [(f_p)_i + (f_b)_i - (f_t)_i] u_i \quad (12)$$

donde  $(f_p)_i$  es el vector de fuerza debido a cargas en el contorno,  $(f_b)_i$  es el vector de fuerza debido al propio peso,  $(f_t)_i$  es el vector de cargas térmicas y  $u_i$  el vector de desplazamientos.

Parks [12] sugirió un método mucho más efectivo y directo para obtener la energía elástica almacenada. Para ello, obtuvo la derivada a carga constante de la ecuación (12) y, tras las pertinentes modificaciones, se llega a

$$\left. \frac{\partial U}{\partial A} \right|_{carga} = - \frac{1}{2} (u)^T \frac{\partial [k]}{\partial A} (u) \quad (13)$$

donde  $[k]$  es la matriz de rigidez. La delaminación se hace progresar numéricamente trasladando todos los nodos dentro y sobre un contorno  $\Gamma_0$  alrededor de la grieta en una cantidad infinitesimal  $\Delta A$ , en la dirección de propagación de la delaminación. Los resultados con esta técnica son bastante buenos, incluso usando mallas bastante groseras y elementos con desplazamientos lineales.

Por último, una vez determinada la energía de deformación elástica almacenada, se aplica una técnica de diferencias finitas, tal como se muestra

en la ecuación (11), para determinar la curva de variación de la energía elástica almacenada por unidad de superficie frente al tamaño de la grieta (Fig. 4).

La Fig. 6 muestra la malla empleada en la modelización de la burbuja.

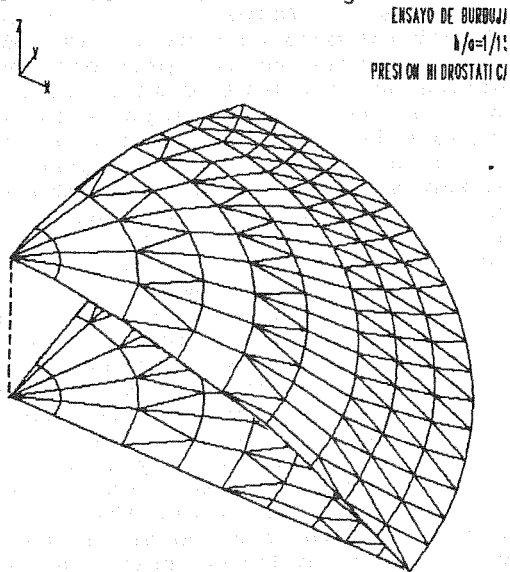


Fig. 6. Modelo para MEF y deformada del ensayo de burbuja.

La presión es aplicada uniformemente en toda la superficie no soldada por difusión y la energía de deformación elástica total se calcula a partir de los desplazamientos.

## 5. CONCLUSIONES

El ensayo de burbuja se presenta a priori, a la espera de confirmación mediante ensayos reales, como una forma ventajosa de obtener parámetros de diseño útiles para uniones soldadas por difusión. La aproximación proporcionada por la Mecánica de Fractura, permite no sólo obtener información cualitativa acerca de las propiedades mecánicas de la unión (principal inconveniente de los ensayos reseñados hasta el momento en la literatura) sino obtener parámetros característicos del sistema que permiten extrapolar los resultados del ensayo al diseño de uniones reales.

Tras esta primera aproximación teórica al ensayo, se pretende su puesta en funcionamiento, prestando especial atención al procedimiento de determinación de la presión crítica de comienzo del desgarro. En este sentido se está poniendo a punto un sistema fotoelástico de reflexión junto a un sensor de presión que permita el seguimiento y registro óptico del ensayo.

## 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] Heidt G. y Heimke G., J. Mat. Sci. 10, 887-895 (1975).
- [2] Shankar N.R., Berundt C.G. y Herman H., Am. Ceram. Soc. Bull. 62, 614-619 (1983).
- [3] Suganuma K., Okamoto T., Koizumi M. y Shimada M., J. Am. Ceram. Soc. 69, 1643-1655 (1986).
- [4] Suganuma K., Okamoto T., Koizumi M. y Shimada M., Am. Ceram. Soc. Bull. 65, 235-236 (1986).
- [5] Ishiwata S., Proceedings of the 2d International Symposium on Ceramic Materials and Components for Engines '86, Lübeck, R.F.A., Deutsche Keramische Gesellschaft.
- [6] Calvo F.A., Ureña A., Gómez de Salazar J.M., Molleda F. y Criado A.J., Rev. Soldadura, 19(1), 3-11 (1989).
- [7] Anderson G.P., Bennet S.J. y DeVries K.L., "Analysis and testing of adhesive bonds", Academic Press, Nueva York (1977).
- [8] Williams M.L., J. Appl. Polym. Sci. 13, 29-40 (1969).
- [9] Williams M.L., Proceedings of the 5th U.S. National Congress on Applied Mechanics '66, 451-464.
- [10] Bennett S.J., Report No 0372-35602, Thiokol Corporation, (1972).
- [11] Michavila F. y Gavete L., "Métodos numéricos para el estudio de singularidades en elasticidad lineal", en Métodos Numéricos Aplicados a la Mecánica de Fractura (Ed. Oliver J., Elices M., Oñate E. y Astiz M.A.) pp. 1-25, Centro Internacional de Métodos Numéricos en Ingeniería, Barcelona, España (1988).
- [12] Parks D.M., Int. J. Fract. 10, 487-497 (1974).

**DYNAMIC FRACTURE ENERGY MEASUREMENTS IN HYDROGENATED AUSTENITIC STAINLESS STEELS AT 300°C.****M. Habashi\*\*, J. Sojka\*, M. Tvrdy\*, J. Galland\*\*, L. Hyspecka\*.****\* Institute Recherche of Vitkovice, Ostrava, Czechoslovakia.****\*\* Ecole Centrale Paris, C.F.H. labo., Chatenay-Malabry, France**

**Résumé.** Les ruptures effectuées par l'hydrogène pour divers aciers inoxydables sensibilisés sont comparées avec les défauts rencontrés sur les réacteurs nucléaires PWR ou BWR. L'hydrogénation est réalisée à 300°C par électrolyse de l'eau injectée dans un bain de sels fondus. Des essais de résilience ont été effectués à -180°C. On constate que l'hydrogène affecte principalement la cohésion des joints de grains de l'austénite. D'autres modes de rupture ont été également détectés : modes de revenu, interfaces phase  $\delta$  et inclusions avec la matrice.

**Abstract.** Hydrogen embrittlement of various sensitized stainless steels was compared with actual defects found in components of PWR or BWR type nuclear plants. Hydrogen charging was performed at 300°C by electrolysis in a bath of molten salts. Impact toughness instrumented tests were carried out at -180°C. It was found that hydrogen affects mainly cohesion of the austenite grain boundaries. In order of importance other paths of fracture were detected : boundaries of annealing twins,  $\delta$  phase and inclusions - matrix interfaces.

## 1. INTRODUCTION

One of unclarified problems about the stress corrosion cracking (SCC) of austenitic stainless steels in water at high temperatures and pressures is the role which hydrogen plays in this process [1]. Hydrogen, released by the anodic dissolution of metal at the crack tip, can in particular weaken all the phase boundaries and interfaces. These include grain boundaries, boundaries of annealing twins, interfaces between austenite and ferrite. Other internal surfaces arise during deformation processes, as interfaces between austenite and deformation - induce martensite or as the boundaries of slip bands or deformation twinning. In all of these types of boundaries, we may assume that hydrogen embrittlement (HE) and SCC processes involve particularly the high angle boundaries, which may have been previously weakened by precipitation of carbides or segregation of impurity elements such as phosphorous [2]. If the precipitates are chromium-rich  $M_{23}C_6$  carbides, one might under certain time and

temperature conditions expect the formation of Cr - depleted zones ; undercooling or deformation of these zones might even induce local martensitic transformation [3, 4].

The work reported in this paper exploited a previously evolved technique of electrolytic hydrogen in a bath of molten salts [5] to investigate the HE susceptibility of type 304 L, 321, 347 and A-286 steels. The initiation and propagation energies were measured in the case of 347 steel at different sensitization temperatures in the absence or in the presence of hydrogen. The findings thus obtained about the nature of the damage were then compared with actual found in components of type PWR or BWR nuclear power plants (NPP).

## 2. MATERIALS AND TECHNIQUES

The chemical compositions of the examined steels are listed in table 1.

Table 1

Steel	304L		321	347	A-286	
Heat	A	B	D	E	F	G
C	0.026	0.015	0.080	0.026	0.038	0.007
Mn	1.790	1.310	1.400	1.620	1.270	0.010
Si	0.340	0.550	0.470	0.310	0.710	0.008
P	0.023	0.038	0.012	0.031	0.018	0.003
S	0.011	0.013	0.007	0.007	0.003	0.003
Ni	10.300	11.330	9.670	9.280	26.200	26.100
Cr	18.520	17.600	17.480	18.470	15.200	15.200
Ti	-	-	0.540	0.520	2.100	2.100

All the investigated materials were processed into plates of various thicknesses, which were then annealed at 1050°C for the 304 L and 347 grades, 1020°C for the 321 and 980°C for the A-286 steels. Notch toughness specimens taken from these plates were in the laboratory subjected to sensitizing anneals at 500 to 1100°C, which lasted up to 100 hours. The Charpy V - notch specimens were hydrogenated at 300°C in a molten salts mixture of NaHSO<sub>4</sub>, KHSO<sub>4</sub> and Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> with continuous injection of water, at a potential of -2V/(Ag) during 20 hours [5]. After cooling down to -196°C, impact toughness instrumented tests were performed at -180°C.

3. RESULTS AND DISCUSSION

**Grade 304L :** HE reached a maximum effect after sensitizing anneals at 700°C (figure 1). The resultant fractures were up to 95% intergranular. Greater magnifications revealed, however, that the failure micro-mechanism had been either intergranular quasi-cleavage of the kind typical for fractures in martensite [5]. The sensitization process was observed to be strongly dependent on the carbon contents (heats A and B).

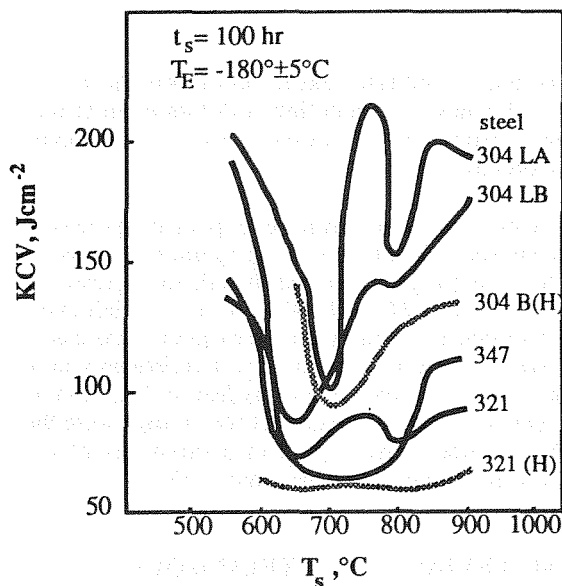


Figure 1 : Impact energy versus  $T_s$  for 304L, 321 and 347 steels. (H)  $\equiv$  with hydrogen.

**Grade 321 :** In this steel the susceptibility to HE was practically related to the temperature of the previous sensitizing anneal (figure 1). The failure mode was intergranular after annealing at 650 to 800°C, when the austenite grain boundaries already showed signs of the presence of M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides.

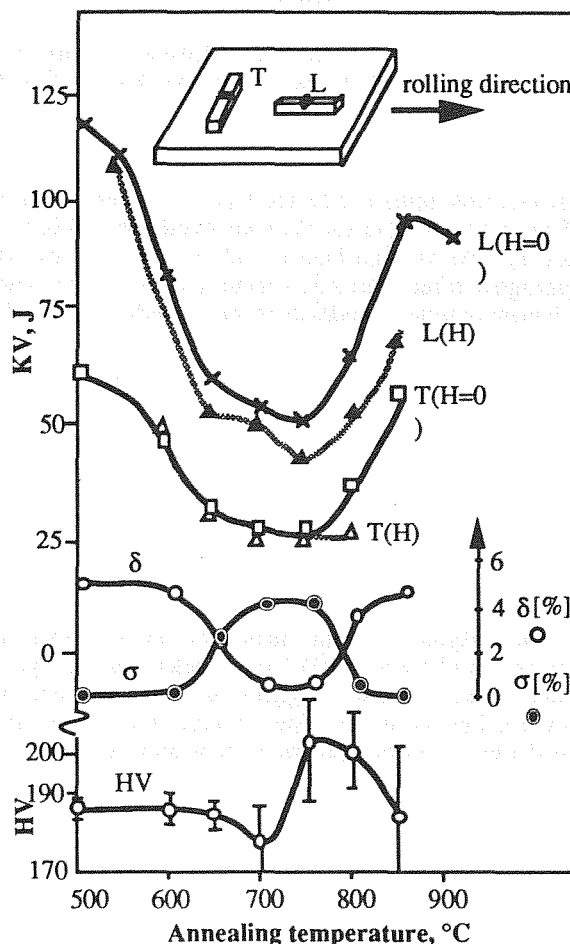


Figure 2 : Effect of sensitization annealing (100 hrs) on the toughness energy of 347 stainless steel with and without H.

**Grade 347 :** The degree of HE of this steel remains roughly constant as in the 321 grade. However, grade 347 steel is sensitive to the annealing temperature, especially after longer annealing times, even in the absence of hydrogen. Consequently its notch toughness displays a fairly marked minimum at 750°C. The fracture surfaces found in hydrogen charged specimens were mainly transgranular ductile and, to small extent, intergranular brittle. An important finding is the great difference between notch toughness levels in the transversal (T) and the longitudinal (L) directions (figure 2). The ratio between the two levels corresponding to T and L directions depends also on the annealing temperature and has a minimum value at 750°C. Quantitative analysis of the presence of both  $\delta$  ferrite and  $\sigma$  phases reveal that the minimum

toughness level corresponds to the maximum of  $\sigma$  phase percentage. It is shown in figure 2 that hydrogen embrittles this steel in the L direction while it is not the case in the T direction except for anneal at 800°C. This fact is confirmed by comparison of "load displacement" curves, obtained in the presence and absence of hydrogen (figure 3).

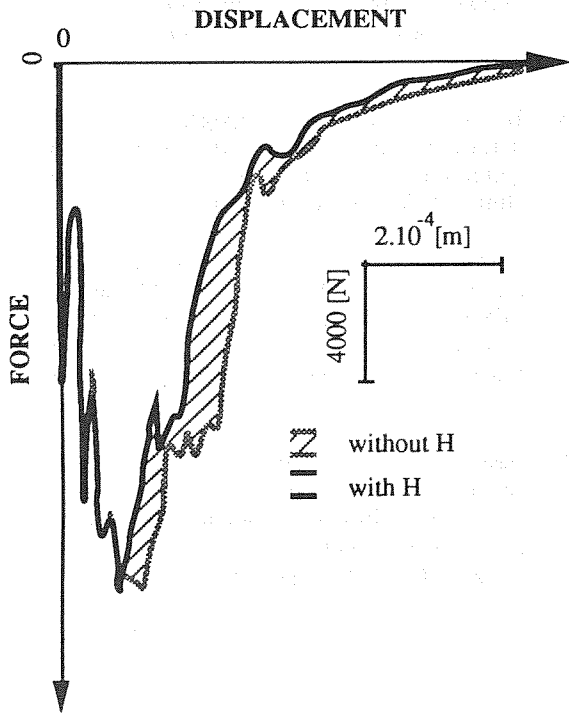


Figure 3 : Impact energy for 304L annealed at 800°C with and without hydrogen.

Grade A-286 : This steel with deformation-stable austenite displayed a definite dependence of its impact toughness on the previous annealing temperature, but also marked differences of carbon and impurity elements (see table 1 and figure 4). Subsequent hydrogen charging at 300°C produced no further significant embrittlement [6]. The diminished toughness can again, as in grade 347, be attributed to precipitation strengthening of the matrix, which apart from the Ti(C, N) particles is also to large extent due to coherent precipitation of a  $\gamma'$  phase. The fracture surfaces bore evidence of intergranular failure regardless of whether hydrogen was present or not. A point to note particularly in this grade is that the annealing temperatures that produced the lowest notch toughness coincide with the temperatures recommended for optimum strength levels.

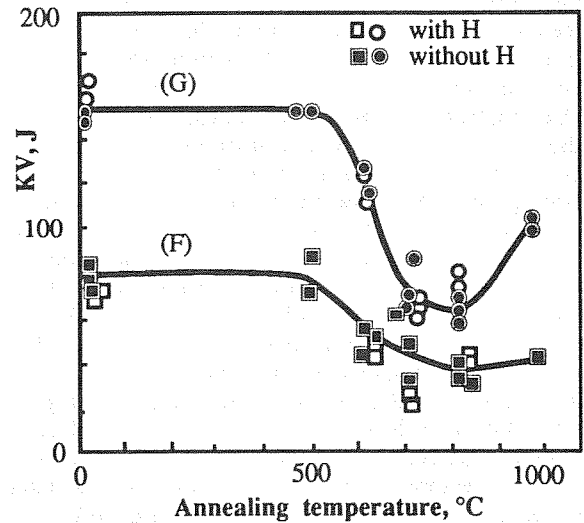


Figure 4 : Effect of sensitization annealing on impact toughness energy of two heats of A-286 steel.

4. DISCUSSION.

The greatest number of cases when grade 304L steel suffered SCC in high temperature water and pressure was recorded in the piping systems of BWR NPP's. If these records are compared with the findings of the HE tests, we find a similarity of failure modes, with predominantly intergranular fracture and the need for prior sensitization of the microstructure by the precipitation  $M_{23}C_6$  particles along the grain boundaries and or the presence of deformation induced martensite [7].

The assumption that hydrogen participates in the SCC process is further supported by the fact that the remedial measures to prevent SCC are identical with the countermeasures against HE. In both cases, carbon content must be down to more than 0.015%, all risk of sensitization must be suppressed, and cold deformation has to be avoided [7]. In any attempt to assess the role of cold working, we must not neglect its effect on the kinetics of phosphorus segregation in these austenitic steels, and hence on the likelihood of phosphorus enrichment of the grain boundaries during long exposition at the service temperature [2].

In titanium-stabilized austenitic steels, SCC has so far been detected in the horizontal steam generators of VVER 440 NPP's, specifically in the heat exchanger tubes and tube collectors [8, 9]. The dominant failure mechanism in these cases was transgranular cracking ; only the secondary or tertiary branches of the main cracks were of an intergranular nature. In the tube collectors, numerous microcracks of mixed transgranular and intergranular nature were observed in the region where the main crack which destroyed the integrity of the component, had originated [8]. However, the examined defects on actual components afforded no unambiguous evidence of crack propagation along the boundaries of annealing twins, as it had been observed during the laboratory experiments with



hydrogen charged specimens. Yet in these cases too, the countermeasures that suppress SCC prevent HE.

In niobium-stabilized steel, the liability to SCC could be ascertained on the outermost layer of the stainless cladding that is exposed to the primary circuit water of the NPP, but no SCC was recorded in these layers.

Grade A-286 steel is used for the manufacture of bolting for nuclear power generating equipment. Stress corrosion cracking has been recorded in such bolting both when it was made of A-286 steel and when it consisted of a similar material, type 05Cr15Ni35W3Ti1.55 steel as utilized in VVER 440, or of Inconel X-750 or Inconel 718 nickel alloys [10]. All the bolting failures examined proved to be cases of intergranular SCC, and some investigators, e.g. in [10], did not rule out that the embrittling effect of hydrogen played a role in the process. The results of the work reported in this paper suggest that in a stable austenitic stainless steel, the embrittling effect of hydrogen is suppressed. Nevertheless, even in the absence of hydrogen, the failure mechanism after a prior sensitizing anneal, which corresponded to the routine manufacturing technique, was partly intergranular.

In conclusion, we may state that of all the examined kinds of phase boundaries or interfaces, those which affect the outcome most strongly are austenite grain boundaries; they are followed in order of importance by the boundaries of annealing twins,  $\sigma$  phase, and inclusion-matrix interfaces. Other investigators have confirmed that slip bands, or their interfaces with the austenite matrix, participate in the intergranular propagation of stress corrosion cracks [11]. In type 304L steels, it has been corroborated that the remedial measures intended to prevent SCC in NPP's also reduce the susceptibility to HE. This finding supports the assumption that hydrogen is involved in the processes of SCC and corrosion fatigue of austenitic stainless steels in water at high temperature and pressure.

## 5. REFERENCES.

- [1] Cullen, W., Gabetta, G., Hänninen, H., "A review of the models and mechanisms for environmentally - assisted crack growth of pressure vessel and piping steels in PWR environments". U.S. Nuclear Regulatory Commission, NUREG CR-4422, Washington (1985).
- [2] Tvrđý, M., Hyspecká, L., Seidl, R., Mazanec, K. : *Theor. Appl. Fract. Mech.* 9, 161-164 (1988).
- [3] Colombier, Z., Hochmann, J., "Aciers inoxydables, aciers réfractaires", Dunod, Paris (1965).
- [4] Habashi, M., Nedbal, I., Tvrđý, M., Hyspecká, L. and Galland, J., "Contribution to the evaluation of fracture characteristic in grade 304L and 321 steels. Symp. on Metallography, House of Technology, Kosice, 37 - 45 (1986).
- [5] Habashi, M., Galland, J., El kohly, A. and Azou, P., *Mem. Sci. Rev. Metall.*, 77, 817 - 827 (1980).
- [6] Huwart, P., Habashi, M., Fidelle, J.P. and Galland, J., *Mém. Et. Sci. Rev. Métall.*, N° 3, 139 -149 (1987).
- [7] Aho - Mantila, I., Hänninen, H., Aaltonen, P. and Törrönen, K., "Environment sensitive cracking research of structural materials in nuclear power plants", VTT Rep. 529, Espoo (1988).
- [8] Burda, J., Splichal, V., "Topography of magistral cracks in tube collectors of horizontal steam generators; reliability of steam generators", House of Technology, Ostrava (1989).
- [9] Hyspecká, L., Tvrđý, M., Matocha, K., Pahuta, P., Barta, J., Sobotkova, M., Mazanec, K., "Hydrogen embrittlement and fracture characteristics of steels" (in Czech.), *Fractography 89*, House of Technology, Kosice, 26 - 36 (1989).
- [10] Hänninen, H., Aho - Mantila, I., "Environment - sensitive cracking of reactor internals", *Int. Symp. on environmental degradation of materials in nuclear power systems - water reactors*, Traverse City, Michigan (1987).
- [11] Nakayama, T., Takano, M., *Corrosion*, 37, 226-231 (1981).

## PAUTAS DEL COMPORTAMIENTO DE ACEROS DE BAJA ALEACION EN CORROSION BAJO TENSION

M. V. Biezma, F. Gutiérrez-Solana, J. J. González y J. M. Varona

División de Ciencia de Materiales. E.T.S. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Avda. de los Castros s/n. 39005-Santander. Universidad de Cantabria.

**Resumen.** Se presenta un modelo simplista de propagación de fisuras en procesos de Corrosión Bajo Tensión, teniendo en cuenta mecanismos de fragilización local por hidrógeno. La aplicación analítica de dicho modelo, en aceros de baja aleación, ha permitido ajustar las distintas pautas de comportamiento en CBT, atendiendo tanto a los parámetros propios del fenómeno,  $da/dt$  y  $r_p$ , como a variables microestructurales y fractográficas.

**Abstract.** This paper includes a simple model of crack propagation in SCC processes, considering a local hydrogen embrittlement. Analytical applications of this model, based on the study of the SCC response of low alloy steels, allow to classify their different behaviours, attending SCC characteristic parameters and microstructural - fractographic features.

### 1. INTRODUCCION

Actualmente, no existe unificación de los criterios que intentan explicar y entender los fenómenos de Corrosión Bajo Tensión, a pesar del gran esfuerzo que se está realizando en este campo concreto de deterioro de metales. Los fundamentos de toda la CBT no son, ni pueden ser considerados, únicos. Este hecho es debido principalmente al gran número de sistemas material-medio existentes y a la complejidad de la influencia de todas y cada una de las variables, consideradas aisladas o conjuntamente, que, en alguna medida, participan en dicho fenómeno.

Todos los mecanismos propuestos para explicar dicho fenómeno, consideran la participación preponderante del hidrógeno originado en una semirreacción de corrosión [1,2]. Este se adsorbe, absorbe, difunde y concentra diferencialmente en el interior del material. En consecuencia, la interrelación existente entre Corrosión Bajo Tensión y Fragilización por Hidrógeno es fundamental a la hora de abordar estos fenómenos.

Trabajos previos, enmarcados en la línea de investigación del presente [3-5], han precisado las primeras pautas de modelización de los fenómenos de CBT y, en concreto, las condiciones umbrales de propagación, con el establecimiento de condiciones críticas de deformación local en la zona plástica asociada al fondo de fisura. Este modelo asume, en primer lugar, el mecanismo de fragilización local por hidrógeno y propone, en primera instancia, que la propagación de fisuras está determinada por la capacidad de movimiento del hidrógeno a través de la microestructura del material, considerando dicha propagación de forma unidireccional.

El modelo fija también las condiciones de propagación de una fisura en alcanzar una deformación crítica,  $\epsilon^*$ , definida por las condiciones tensionales en el fondo de la fisura que afectan a la solubilidad del hidrógeno en la zona, las condiciones ambientales que aportan éste elemento y la microestructura del material, en un punto relacionado con un determinado elemento microestructural, situado a una distancia  $l^*$  del fondo de la fisura. Es decir, hay propagación si

$$\epsilon_p(l^*) > \epsilon_f^*(\sigma_{ij}, [H], \text{microestructura}) \quad (1)$$

siendo  $\epsilon_p(l^*)$  la deformación plástica equivalente alcanzada a la distancia  $l^*$  del frente de fisura, en donde hay un aspecto microestructural que controla la propagación, y  $\epsilon_f^*$ , como queda indicado, el valor crítico de deformación, para ese aspecto, considerando el hidrógeno capaz de acceder al mismo.

Una vez en propagación, cumplida la condición (1), la fisura se detiene como consecuencia del descenso de la concentración de hidrógeno con la distancia al frente de fisura primitivo, por lo que la deformación crítica aumenta. Tras este proceso de rotura local, para valores de  $K_I$  superiores a  $K_{ISCC}$ , hay un tiempo de incubación,  $t_i$ , en el que el hidrógeno se difunde hacia la nueva zona plástica, siendo atrapado por los aspectos microestructurales presentes en ella. Tras este tiempo, de nuevo se alcanzan las condiciones para la siguiente rotura local, manteniéndose la propagación. De esta manera, la microestructura controla la velocidad de propagación al estar asociado el parámetro  $t_i$  a la difusión de hidrógeno hacia el frente de fisura, presente en ese momento, lo que concuerda con anteriores trabajos [6].

Bajo el prisma de esta modelización, y entendiendo que la propagación en CBT es una sucesión discretizada de roturas locales controlada por la presencia de hidrógeno, se han analizado los procesos de CBT según el tipo de rotura, intergranular y transgranular, así como la transición entre ambos. A modo de ejemplo, en la Figura 1 se presentan los esquemas que justifican los cambios que se producen en la zona plástica de fondo de fisura de una situación de tránsito, de intergranular a transgranular.

DE CBT, IG a CBT, TG

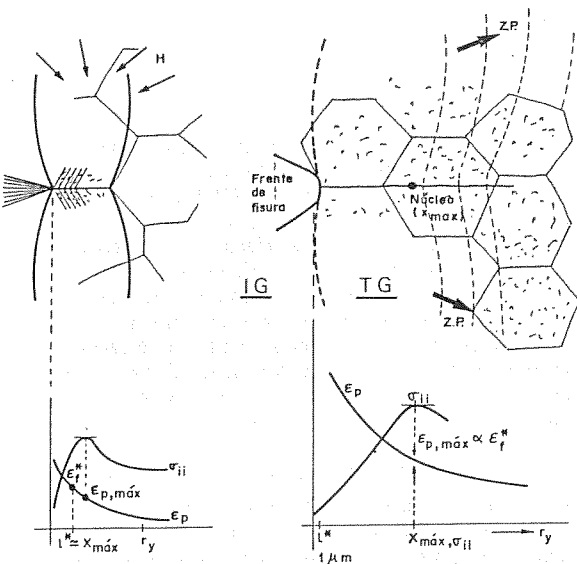


Fig. 1. Esquemas de los cambios que se producen en la zona plástica de fondo de fisura, de una situación de rotura intergranular a transgranular, en CBT.

## 2. MODELO DE PROPAGACION DE FISURAS EN CORROSION BAJO TENSION Y SU APLICACION ANALITICA

El modelo presentado previamente, establece unas condiciones críticas necesarias para la propagación de una fisura. La velocidad de propagación es dependiente del tiempo de incubación,  $t_i$ , durante el cual el hidrógeno se moviliza para alcanzar estas condiciones críticas en una cierta zona y, por tanto, depende de la difusividad del hidrógeno en la zona local de propagación, para las condiciones electroquímicas que establece la solución existente en el fondo de fisura [7,8], y todo ello condicionado por variables microestructurales, mecánicas y químicas [9,10]. La evaluación tanto cualitativa como cuantitativa de las interacciones de estas variables y de los mecanismos de propagación de fisuras en fenómenos de CBT, es primordial para el avance de las investigaciones llevadas a cabo en este campo.

Con base a estas consideraciones, se completa el modelo de propagación de fisuras en los procesos de CBT [11]. La Figura 2 muestra como una fisura dada, de longitud  $a$ , necesita un tiempo  $t_i$  para alcanzar las condiciones críticas asociadas a la rotura local, al cabo del cual se provoca un avance de la fisura de valor  $\Delta a_i$ , contenido en la zona plástica preexistente de extensión  $r_p$ . Las condiciones críticas, obtenidas tras el correspondiente proceso de difusión del hidrógeno, establecen una secuencialidad en tiempo,  $t_i$ , y posición,  $\Delta a_i$ , que sugieren que la velocidad de propagación esté relacionada con la difusividad del hidrógeno en el material, es decir

$$\left(\frac{da}{dt}\right)_{II} \propto D_{app} H_2 \quad (2)$$

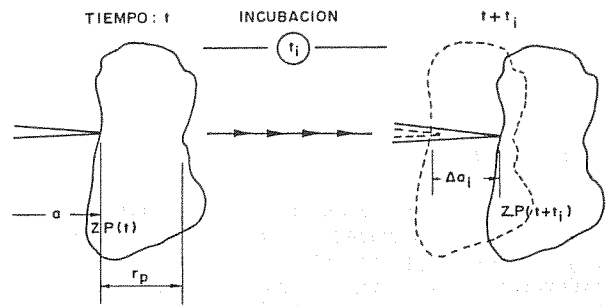


Fig. 2. Esquema que representa las condiciones críticas de propagación de una fisura dada, de longitud  $a$ , en un proceso de CBT.

Por otro lado, de la misma figura se deduce que la velocidad de propagación queda establecida por

$$\frac{da}{dt} = \frac{\Delta a_i}{t_i} \propto \frac{r_p}{t_i} \quad (3)$$

Empleando la solución a la primera ley de Fick, en caso de difusión unidireccional, entre las dos posiciones correlativas en tiempo establecidas en la Figura 2, se tendrá la expresión

$$t_i = \frac{(\Delta a_i)^2}{4D_{app}} \quad (4)$$

que llevada a (3), establece las expresiones:

$$\left(\frac{da}{dt}\right)_{II} = \frac{\Delta a_i}{\Delta a_i^2 / 4D_{app}} = \frac{4D_{app}}{\Delta a_i} = \frac{4D_{app}}{x' r_p} \quad (5)$$

$$\left(\frac{da}{dt}\right)_{II} = \frac{D_{app}}{0.25 x' r_p} = \frac{D_{app}}{x' r_p} \quad (6)$$

De todo ello se deduce que la velocidad de propagación viene condicionada por la difusividad aparente del hidrógeno y el tamaño de zona plástica asociada a la fisura preexistente.

Así, atendiendo al modelo simplista propuesto, se puede considerar, como uno de los parámetros propios de los procesos de CBT, el valor  $\Delta a_i = x' r_p$ , es decir, la distancia en el frente de avance de fisura en donde está asegurada la fragilización en un determinado volumen del material, correspondiente a un avance unitario. Del tamaño de zona plástica asociada a la fisura, y considerando el límite elástico del material, se obtiene el factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , por lo que cabe resaltar la importante relación entre  $\Delta a_i$  y dicho factor. La relación gráfica de los dos parámetros básicos de CBT,  $da/dt$  y  $K_I$ , presenta una constancia en los valores de la velocidad de propagación,  $da/dt$ , en la Zona II o Propagación, hasta el valor umbral de la Zona I o de Parada, en donde  $K_I$  adquiere el valor de  $K_{ISCC}$  o factor umbral de intensidad de tensiones, para el que es imposible una propagación posterior de la grieta. En el análisis de los datos experimentales se ha considerado el valor de  $r_p$  para esta situación umbral.

A distancias mayores de  $\Delta a_i$ , la cantidad de hidrógeno en el frente de fisura disminuye bruscamente, debiendo encontrar nuevas condiciones de fragilización para otro tiempo de incubación,  $t_i$ , otro de los parámetros propios de este proceso. De esta forma, se puede conocer la velocidad de propagación  $da/dt$ , expresión (3), y que junto a  $K_{ISCC}$  constituyen los dos parámetros básicos y característicos en CBT. De todo ello se deduce, que con dos parámetros,  $da/dt$  y  $r_p$ , se define el comportamiento del material en CBT, a través de los elegidos en este modelo de propagación de fisuras,  $\Delta a_i$  y  $t_i$ , como alternativa a los dos parámetros clásicos,  $da/dt$  y  $K_{ISCC}$ . Aquellos están íntimamente relacionados con la difusividad de la especie fragilizante, expresión (6), indicativa de la cinética del proceso, son característicos de cada material, y dependen tanto de su resistencia mecánica y microestructura, como de las condiciones ambientales y mecánicas externas.

La expresión (6) establece que la velocidad de propagación en un proceso de CBT, es inversamente proporcional a la longitud de avance en cada proceso de rotura local, y por tanto, del tamaño de zona plástica asociado al fondo de fisura. Para un material y microestructura dados, dicha expresión establece, en escala doblemente logarítmica, una recta de pendiente -1, en la que figurará el punto que representa dos parámetros propios de CBT, previamente mencionados,  $r_p$  y  $da/dt$ .

A modo de ejemplo, en la Figura 3 se observa esta situación para un hipotético material de tratamiento térmico T1. De acuerdo con la expresión (6), el punto de corte de la recta que contiene a T1 con la abscisa  $r_p=1$  define el valor de la ordenada en el origen, en la escala logarítmica utilizada. Este valor representa la relación  $D_{app}/x'$ , propia del material y del modo de rotura. De esta manera se pueden obtener los valores de difusividad de cada material a partir del modelo propuesto y de la experimentación en CBT, cuyo contraste con los valores obtenidos por otras técnicas experimentales, ya tradicionales, [12], sirven para comprobar la validez del mismo.

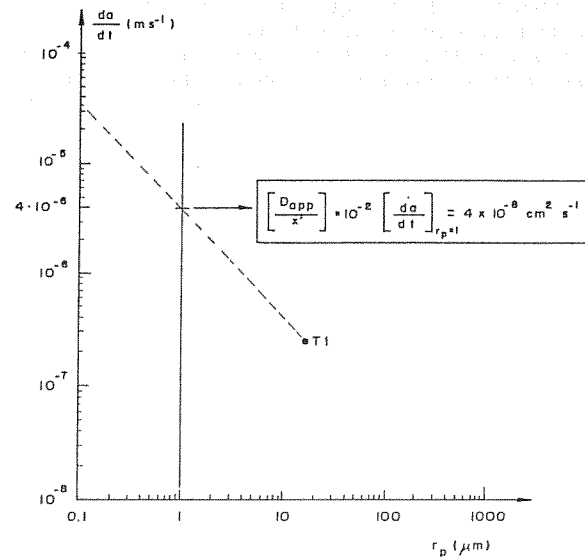


Fig. 3. Relación entre la velocidad de propagación de fisuras en estado II, frente al correspondiente tamaño de zona plástica en el umbral, para un material con tratamiento térmico T1.

### 3. ANALISIS DE RESULTADOS BASADOS EN EL MODELO DE PROPAGACION

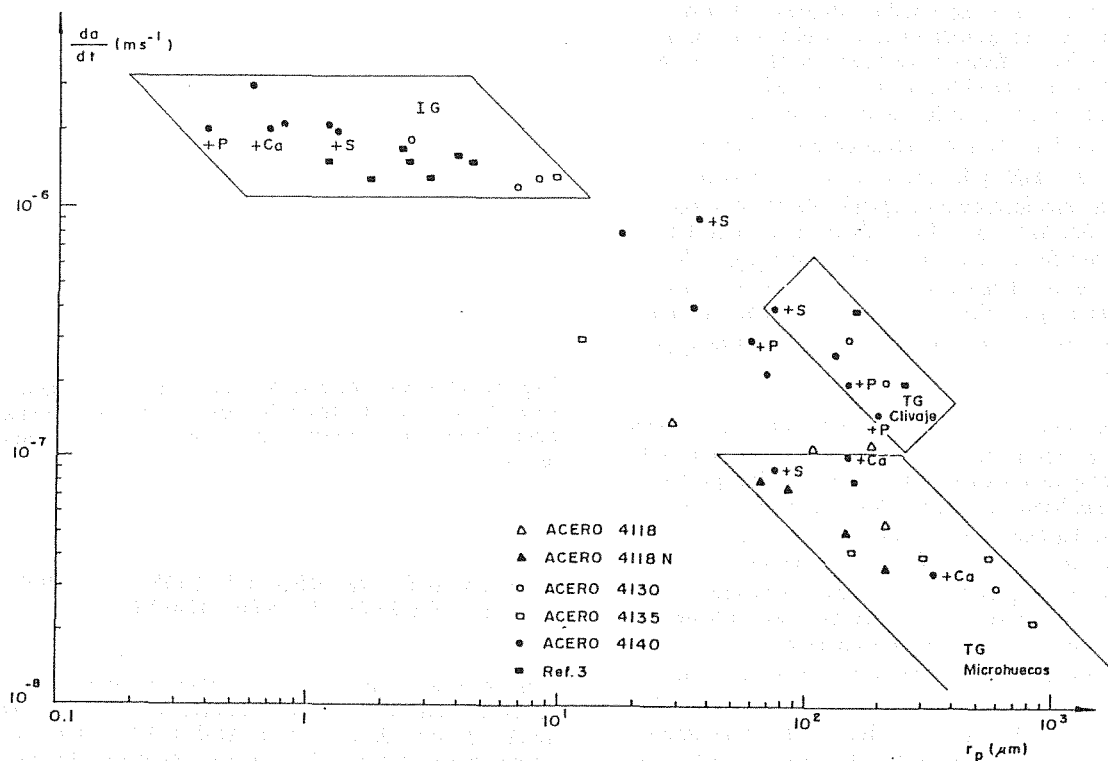
Este planteamiento simplista permite establecer un análisis de los resultados obtenidos en ensayos de CBT de aceros de baja aleación, de la familia AISI 41XX, con distintos tratamientos térmicos. La Tabla 1 presenta la composición global de todos los aceros ensayados. La variación de composición más relevante viene determinada por el contenido en carbono, aunque también son importantes los diferentes contenidos en metaloides y microaleantes.

**Tabla 1.** Composición química de los aceros de la serie 41XX ensayados (% en peso).

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Sn	Al	Ti	As	Ca	O	N
AISI4118	0.19	0.66	0.22	0.018	0.014	0.95	0.16	0.18	0.20	0.015	0.029	0.004	0.021	-	0.0029	0.0110
AISI4118 N	0.20	1.14	0.24	0.012	0.006	1.05	1.0	0.35	0.04	0.016	0.023	0.032	0.007	0.0039	0.0017	0.0068
AISI4130	0.32	0.54	0.29	0.016	0.008	1.07	0.23	0.21	0.22	0.019	0.044	0.019	0.020	-	0.0025	0.0085
AISI4135	0.35	0.72	0.23	0.015	0.009	1.0	0.11	0.16	0.2	0.015	0.012	-	-	-	-	-
AISI4140	0.41	0.81	0.22	0.013	0.028	0.97	0.14	0.17	0.27	0.017	0.006	0.031	0.017	-	-	-
AISI4140 Ca	0.39	0.88	0.25	0.010	0.010	1.20	0.13	0.23	0.19	0.014	0.011	0.025	0.014	0.0017	?	?
AISI4140 P	0.40	0.66	0.22	0.041	0.023	1.14	0.13	0.16	0.29	0.025	0.002	0.007	0.029	-	?	?
AISI4140 S	0.36	0.86	0.23	0.016	0.087	1.04	0.14	0.22	0.19	0.023	0.003	0.004	0.012	-	-	-

Con los aceros se establecieron, en líneas generales, tres tipos de tratamientos térmicos, temple, temple y revenido y normalizado, en los que tanto las temperaturas de austenitización, como las de revenido fueron variables para cada acero [11], con el objetivo de estudiar la influencia del tamaño de grano austenítico, el nivel de precipitación en la martensita revenida, etc., en el comportamiento del material en CBT.

En la Figura 4 se reflejan los resultados obtenidos en todas las probetas tratadas de cada una de las familias de aceros estudiados, 4118, 4118N, 4130, 4135 y 4140, representando velocidad de avance de fisura frente a tamaño de zona plástica en situación umbral. Con el trazado de las rectas previamente descritas se pueden conocer los valores de  $D_{app}$  identificativos de cada material y microestructura, calculados según el modelo propuesto.



**Fig. 4.** Relación entre la velocidad de propagación de fisuras en estado II, frente al correspondiente tamaño de zona plástica en el umbral, para probetas templadas, templadas y revenidas y normalizadas, de los aceros 41XX estudiados.

En dicha figura se aprecia cómo la mejora en la resistencia a CBT, traducida en una disminución de los valores de la velocidad de propagación en estado II, está asociada a valores de tamaño de zona plástica cada vez mayores. En esta variación relativa se pueden identificar tres zonas independientes, atendiendo al tipo de rotura observado, que se comentan a continuación.

En primer lugar, se identifica una zona de comportamiento IG, que incluye una acusada variación del tamaño de zona plástica, que se corresponde con una pequeña variación en la velocidad de propagación. En dicha zona los valores de la velocidad de propagación oscilan entre  $1 \times 10^{-6}$  y  $3 \times 10^{-6}$  m.s<sup>-1</sup>, correspondiéndose con una variación del tamaño  $r_p$ , asociada a una equivalente de la difusividad, de más de un orden de magnitud. Las probetas pertenecientes a esta zona presentan microestructuras con martensita dislocada o martensita revenida por debajo de una temperatura crítica, considerada de transición de comportamiento IG a TG.

La segunda zona enmarcada corresponde a las probetas con tratamiento de normalizado y microestructura bainítica, asociadas con rotura transgranular por semiclivaje, común en todas ellas. La velocidad de propagación se mantiene en el rango de  $10^{-7}$  m.s<sup>-1</sup>, correspondiéndose con una pequeña variación del tamaño de zona plástica, asociada a una variación de un factor de 4 en la difusividad analizada.

La tercera zona identificada incluye las roturas con comportamiento totalmente transgranular por coalescencia de microhuecos, a excepción de alguna probeta del acero AISI 4118, que presenta también semiclivaje. La variación relativa de la velocidad de propagación es notablemente superior a la apreciada en las otras zonas, quedando asociada a una variación de  $r_p$  y de difusividad de un orden de magnitud.

La dispersión apreciada en los valores de velocidad de propagación, se corresponde con la observada en la etapa experimental para cada probeta ensayada [11]. En la Figuras 5, 6 y 7 se presentan los detalles fractográficos correspondientes a las roturas intergranulares, transgranulares por semiclivaje y transgranular por coalescencia de microhuecos, respectivamente.

El análisis de los resultados, reflejados en la figura, lleva a varias consideraciones que intentan contribuir al establecimiento de una pauta general que incluya el comportamiento de los aceros estudiados que, probablemente, pueda ser extensible a otras familias de aceros.

De estos cabe resaltar, por un lado cómo con la determinación de la velocidad de propagación de fisuras y la fractografía del material ensayado en CBT, se puede delimitar  $r_p$  y por lo tanto  $K_{ISCC}$ . Por otro lado, se aprecia de forma general la acotación de los valores de la velocidad de propagación de fisuras y de  $K_{ISCC}$ , a través de  $r_p$ , con el único conocimiento de la microestructura y fractografía en CBT del material. De todo ello se desprende la importancia del conocimiento general de estas pautas de comportamiento en CBT, puesto que son de gran interés en situaciones de prediseño, selección de materiales, elección de tratamientos térmicos, etc.

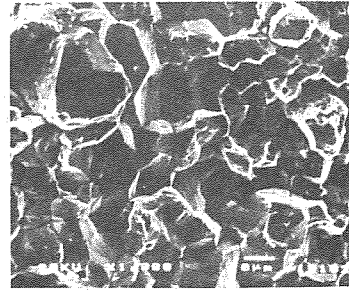


Fig. 5. Rotura intergranular pura (x1000).

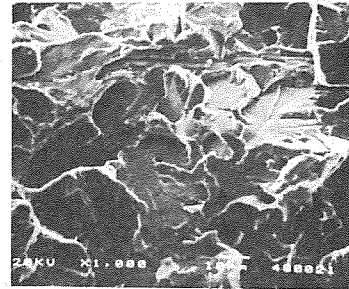


Fig. 6. Rotura transgranular por semiclivaje (x1000).

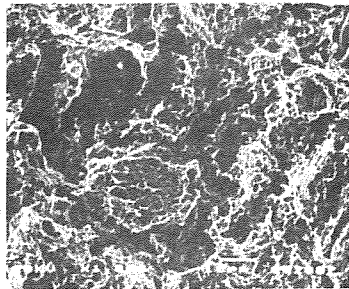


Fig. 7. Rotura transgranular por coalescencia de microhuecos (x1000).

#### 4. CONSIDERACIONES FINALES

La presentación de este modelo simple de propagación de fisuras en corrosión bajo tensión, teniendo en cuenta mecanismos de fragilización local por hidrógeno, ha permitido ajustar los distintos comportamientos en CBT de los aceros de la familia AISI 41XX estudiados con las distintas microestructuras propias de los mismos, mediante regiones definidas por los parámetros propios de CBT,  $da/dt$  y  $r_p$ .

Este hecho es especialmente importante al permitir, a priori, acotar la respuesta de un acero de construcción de baja aleación, cuando éste vaya a trabajar en situaciones susceptibles de problemas de CBT en presencia de agua de mar, en base al conocimiento de uno sólo de sus parámetros,  $da/dt$  ó  $r_p$ , y tener los límites del otro a partir de los valores extremos de  $D_{app}/x'$  definidos por el contorno de la región donde se enmarcan. Por otro lado, y desde el punto de vista industrial, el estudio permite conocer el comportamiento en CBT de un acero conociendo solamente el aspecto de su rotura o microestructura.

**5. REFERENCIAS**

- [1] Staehle, R. W. "Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Based Alloys". Nace, 1977, pp. 180-207.
- [2] Brown, B. F. "The Theory of Stress Corrosion Cracking in Alloys". NATO Conf.(Ed. S. C. Scully) pp. 186. 1971, Bruselas.
- [3] González, J.J.. "Influencia de la Microestructura en el Comportamiento de Aceros de Alta Resistencia frente a Fenómenos de Corrosión Bajo Tensión". Tesis Doctoral. E. T. S. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria, 1987.
- [4] Gutiérrez- Solana, F.; González, J. J. y Varona, J.M. "Micromecanismos de la Fisuración por Corrosión Bajo Tensión en Aceros de Baja Aleación". VI Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sevilla, 1989
- [5] Gutiérrez-Solana, F.; González, J. J.; Biezma, M. V.; Brass, A. M.; Astiz, M. A.; Chene, J. y Varona, J. M. "Modelling the Stress Corrosion Cracking on Low Alloy Steels". Final Report. Agreement 7210-SA-901. F5.7/87. Santander, Marzo 1991.
- [6] Thompson, A. W. y Bernstein, I. W. "Advances in Corrosion Science and Technology". (Eds. M. G. Fontana and R. W. Staehle). Plenum Press, N. Y., Vol. 7, 1980, pp. 53
- [7] Parkins, R. N., "Factor influencing SCC growth kinetics", *Corrosion*, **43**, 130-139 (1987).
- [8] Chu, H. C. y Wei, R. P., "Stress corrosion cracking of high- strength steels in aqueous environments", *Corrosion*, **46**, 468-476 (1990).
- [9] Bruemmer, S. M., "Grain boundary composition effects on environmentally induced cracking of engineering materials", *Corrosion*, **44**, 364-370 (1988).
- [10] Hirth, J. P., "Effects of hydrogen on the properties of iron and steel", *Metall. Trans. A*, **11A**, 861-890 (1980).
- [11] Biezma, M. V. "Modelización de los Fenómenos de la Corrosión Bajo Tensión en Aceros de Baja Aleación". Tesis Doctoral. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad Complutense. Madrid, 1991.
- [12] Brass, A. M.; González, J. J. y Gutiérrez-Solana, F. "Estudios de Permeabilidad al Hidrógeno en relación con el Comportamiento en CBT de un Acero de Baja Aleación". Asamblea General del CENIM. Vol. II., pp.353-362. Madrid, 1990.

**RUPTURE AT HIGH LOADING RATE**

**Y. REMILLIEUX**

Etablissement Technique Central de l'Armement  
 16bis, avenue Prieur de la Côte d'Or  
 94114 ARCUEIL Cedex  
 France

**Résumé.** Cet exposé présente dans une première partie les principaux paramètres métallurgiques et mécaniques qui influencent la rupture sous grande vitesse de chargement.

Dans un deuxième temps, il est présenté les grandes lignes du programme engagé en France sur le comportement à rupture en sollicitation dynamique des matériaux.

**Abstract.** This paper presents in a first part the principal metallurgical and mechanical parameters which are involved in high loading rate rupture.

In a second part, we present the main orientation of the french research program on rupture behaviour under dynamic loading.

In this report, I would like to attempt to clarify the main parameters that influence fracture at high strain rate and point out the lines of research being explored at the present time, within the framework of the group for research on the dynamic behavior of materials, a group in which the ETCA is taking part. This group, which is supported by the Centre National à la Recherche Scientifique (CNRS) (national center for scientific research) and by the Direction des Recherches et Etudes et Techniques (DRET) (research and development management), consolidates the work of 16 French industrial and university laboratories working in the domain of dynamic behavior of materials.

Before analyzing the major rupture mechanisms intervening under dynamic loading, it is first necessary to specify what is meant by "high strain rates". Figure 1 makes it possible to locate the range of strain rates as well as the main testing apparatus that can be used to characterize the materials at these strain rates. In the framework of such a report, there is no question of covering all the existing testing methods. Here, we will only cite two

examples of experimental setups that are widely used to characterize the fracture toughness of the materials under dynamic loading. The first test means, referred to as the "Hopkinson bar machine under traction" (fig 2) is used to perform tests at strain rates between  $10^{+2} s^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^{3} s^{-1}$ . Using this type of equipment, strain rates of around  $K = 10^6 MPa \sqrt{m/s}$  are generally attained.

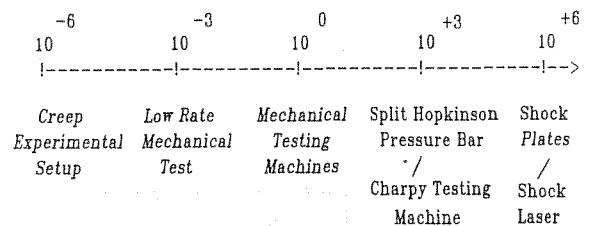


Fig. 1. Flow chart of loading speed (s<sup>-1</sup>)



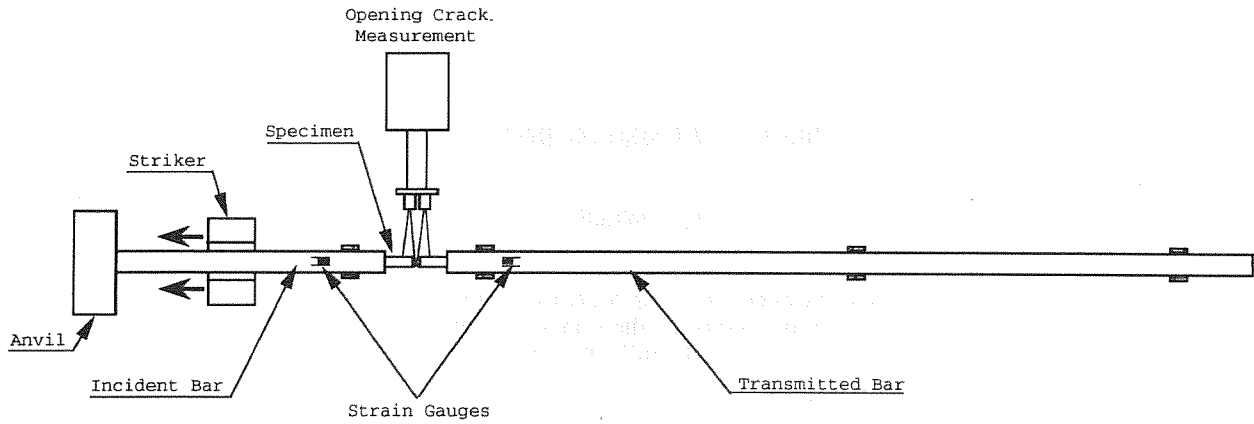


Fig. 2. High rate mechanical tensile machine

Figure 3 shows examples of recordings allowing access to the value of the dynamic fracture toughness of a material. Figure 4 gives the type of test specimen used in the case of an extra high-strength steel. Figure 5 shows the static ↔ dynamic changes in a 35NCD16 steel for a wide range of elastic yield stresses [1]. I will not go into detail here regarding the difficulties associated to making test specimen (pre-cracking) nor regarding the analysis and interpretation of the tests.

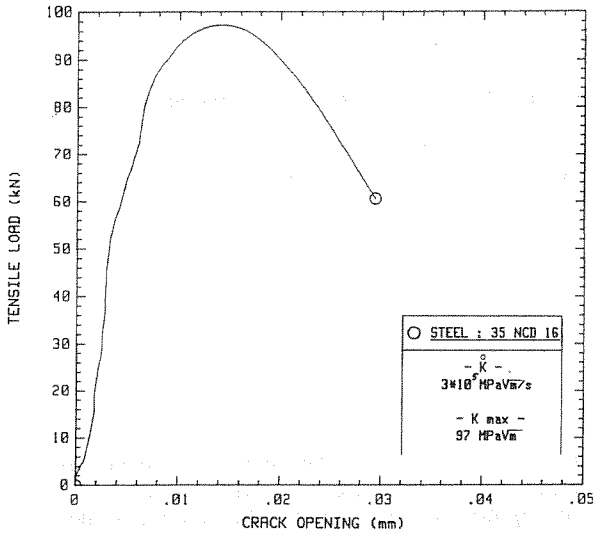


Fig. 3. Dynamic curve. Tensile load versus crack opening

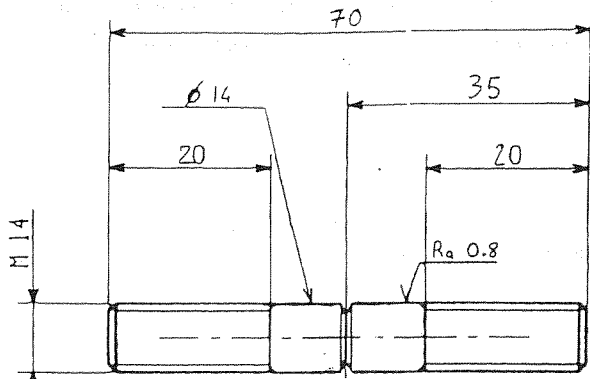


Fig. 4. Dynamic fracture specimen

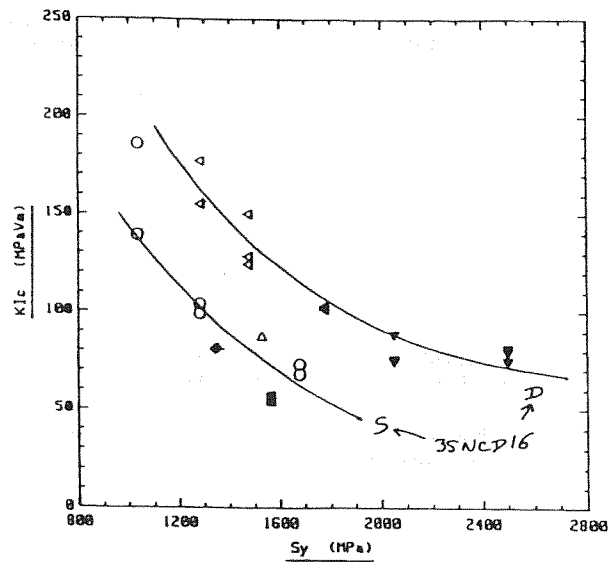


Fig. 5. Non linear fracture mechanics global approach

If access to higher load rates is desired, "plate impact" type tests can be used. This test is described in detail in the Dymat RE/OO1/87 test recommendations [2]. This test consists of using a flat impactor projected by a gas or powder gun to impact a target made of the material whose properties under shock are to be analyzed (fig 6). The load rates accessible using this type of test are in the order of  $K^* = 10^9$  MPa√m/s.

The plate impact test allows several variants, while still remaining in the state of uniaxial strain.

According to the choice of impactor materials and the dimensions of the target, compression-release, compression-recompression, traction, etc. tests can be performed, allowing the following extractions:

- Hugoniot,
- Hugoniot elastic limit,
- spallation stresses,
- damage under shock, etc

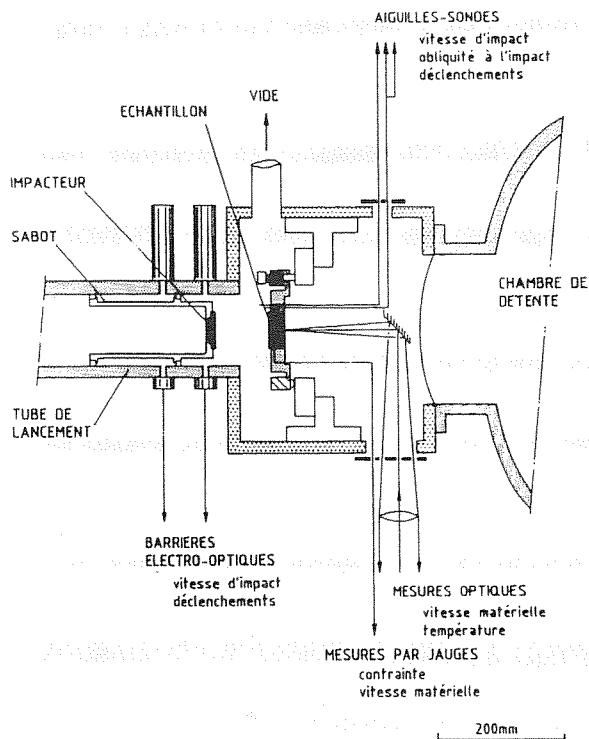


Fig. 6. Sketch of a test with a laboratory gun

Figure 7 gives an example of damage under shock in the case of an aluminum alloy [3]. Associated recordings by Dopler Laser Interferometry (IDL) make it possible to access the limit stress of appearance of the spallation under stress of the material (fig. 8).

The various test means available today make it possible to cover an extensive range of load velocities  $10^0 \text{ MPa} < K^* < 10^9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/s}}$ . We will now specify the specific aspects of the rupture phenomena associated to these dynamic loads.

- The first, which concerns in particular ductile materials, resides in the modifications of the constitutive equation for plastic deformation of the material. Figure 9 shows one of the most characteristic examples of this change in flow stress as a function of the strain rate in the case of a TA6V titanium alloy [4]. This change in behavior is due, in this case, to an increase in strain by albit twinning in high-velocity tests (fig 10). This modification in the constitutive equation leads to a modification in the dimensions of the plastic area at cracking points and, through this, it will induce a considerable modification in the fracture toughness of the material.

- Another rather classic example of the change in fracture toughness as a function of the strain rate can be provided by changing the ductile  $\leftrightarrow$  brittle transition in the case of an A508-type tank steel [5]. In effect, an increase of nearly  $100^\circ\text{C}$  in the transition temperature passing from a load velocity of  $K^* = 10^0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/s}}$  to  $K^* = 10^6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/s}}$  is observed. The taking into account of this strain rate parameter may become the sizing criterion for the structural calculation for currently used steels (impacts, earth tremors, etc.).

- The second particularity of these rupture phenomena under dynamic loading concerns the structural modifications that these high velocity strains cause in the material. For example, I would cite the case of a steel with "Transformation Induite par Plasticité" (TRIP) (transformation induced by plasticity) [6]. Figure 12 gives the modifications in the material's constitutive equation as a function of the strain rate. It is interesting to observe the effect of such a dynamic strain at crack points (fig 13). Since the specific volume of the martensitic phase is higher than that of the austenitic phase, the crack point phase transformation is going to relax the stresses and thus considerably increase the fracture toughness of the material.

- Finally, the last particularity, and certainly not the least of the ruptures under high strain rates, concerns their adiabatic nature. These adiabatic phenomena can intervene at different levels.

- At the level of the plastic constitutive equation, it is noted that the plastic energy dissipated in heat ( $\approx 90\%$ ) within the material can lead to a considerable heating of the material at crack points, and, through this, to modification of the extent of the plastic area and the fracture toughness. I would not insist any further on this point, which will be analyzed in detail in Mr. Roudier's conference.

- At the level of the damage and localization mechanisms, the heat tempering phenomena can take on a catastrophic nature in the case of the formation of adiabatic shear bands (fig 14). For certain materials with high elastic limits and low heat conductivity, these phenomena can intervene for very low rates of strain (for example, uranium or titanium). Thus, the overall strain on a part under dynamic load will basically be controlled by the conditions for appearance of the shear bands, and not by the plastic constitutive equation of the material.

- Finally, the adiabaticity conditions can control the phase transformation phenomena cited above and, through this, change the rupture conditions. In the case of transformations induced by plasticity, cited above, the percentage of transformation depends on the isothermal conditions of the hardening temperature (fig 15). Under dynamic load, the heat produced by the plasticity will considerably modify the plastic behavior of the material (fig 16). One of the major difficulties concerning rupture under dynamic load resides in the fact that the various phenomena cited above intervene in association with each other. Any models based on the mechanical behavior of the rupture must therefore take into account these thermo-mechanic "coupling" phenomena.

After this quick analysis of some of the characteristic phenomena of rupture under dynamic loads, I would like to conclude by presenting the main paths of research presently being explored by the group for research on dynamic behavior. I will limit myself here to the research work on damage and rupture.

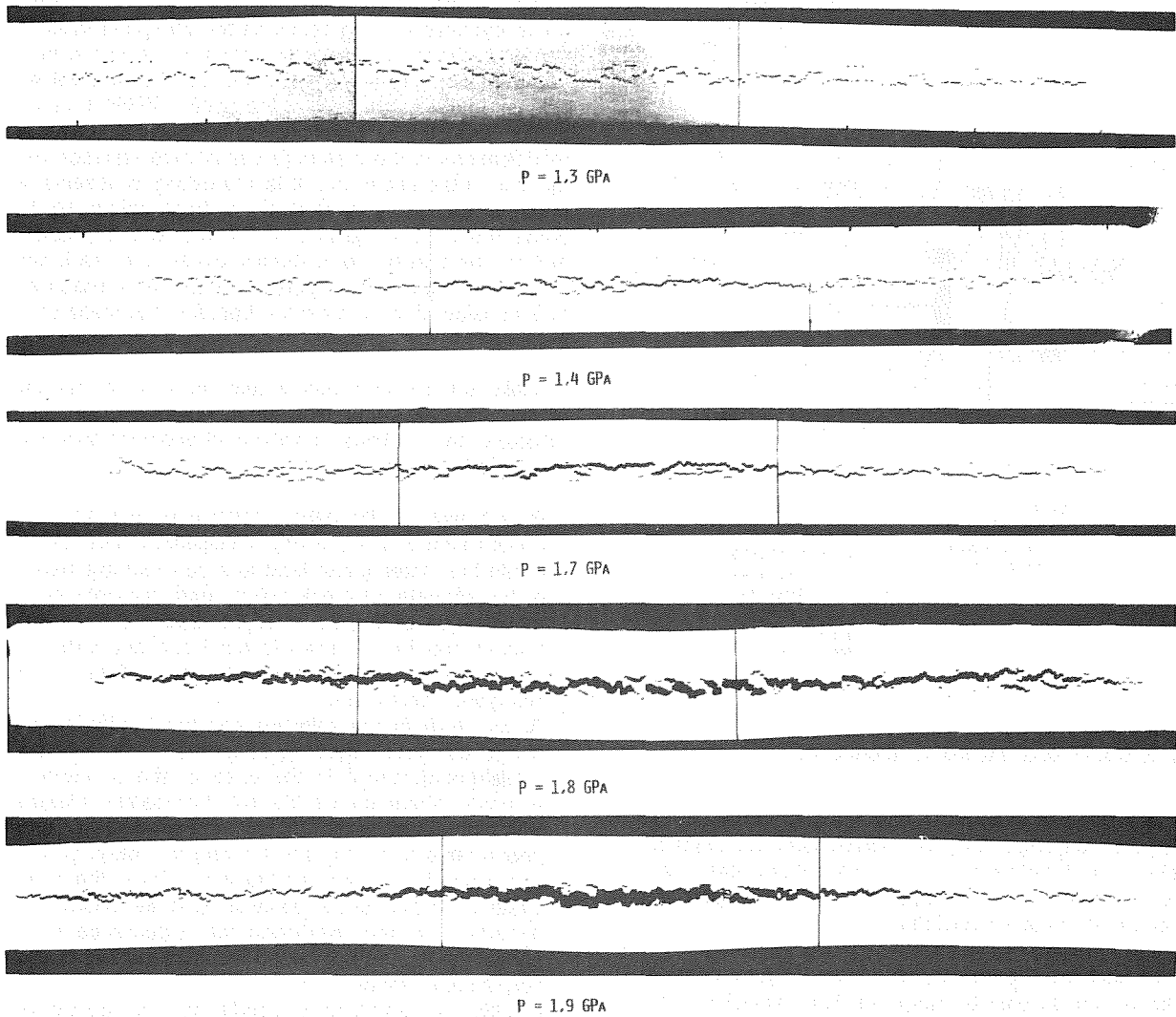


Fig. 7. 2024 aluminium alloy. Damage versus shock level

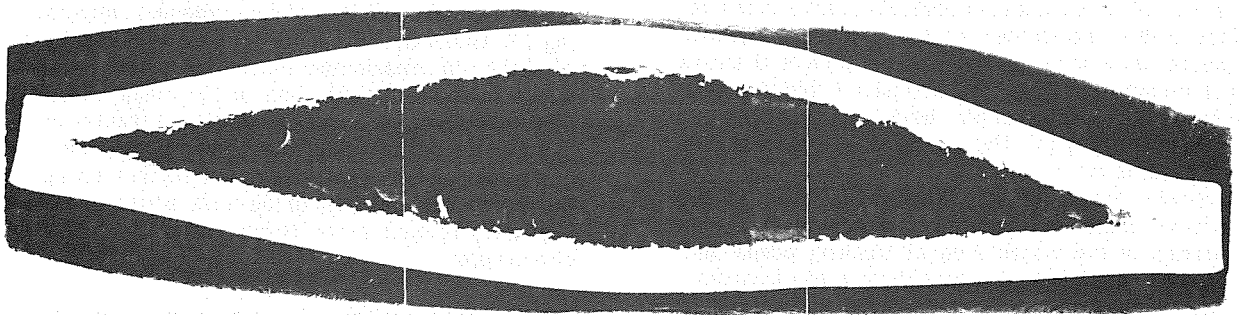


Fig. 8. Example of spallation in 304 stainless steel

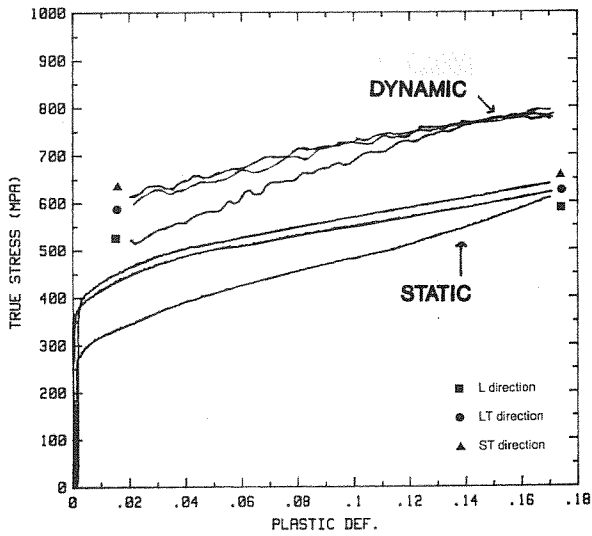


Fig. 9. Stress-strain curves (static and dynamic)

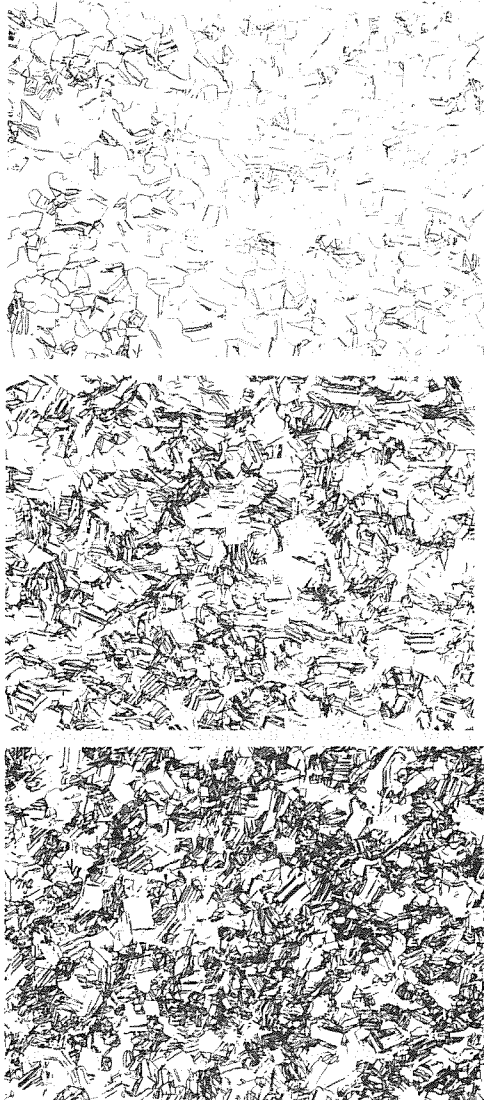


Fig. 10. Microstructure of a pure titanium after 10% of strain ; a)  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (static) ; b)  $1 \text{ s}^{-1}$  (intermediate) ; c)  $10^{+3} \text{ s}^{-1}$  (dynamic)

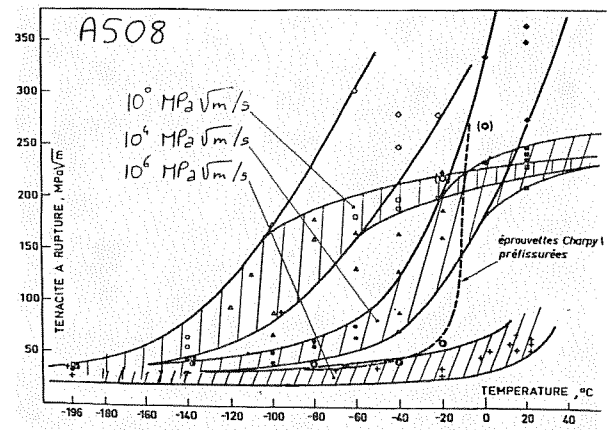


Fig. 11. Strain rate influence on fracture toughness of A508 steel

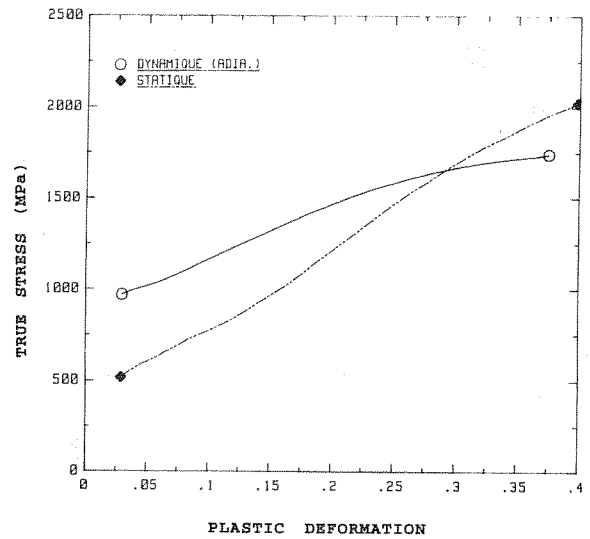


Fig. 12. Room temperature compression of a TRIP steel (Fe-Mn-Cr-C)

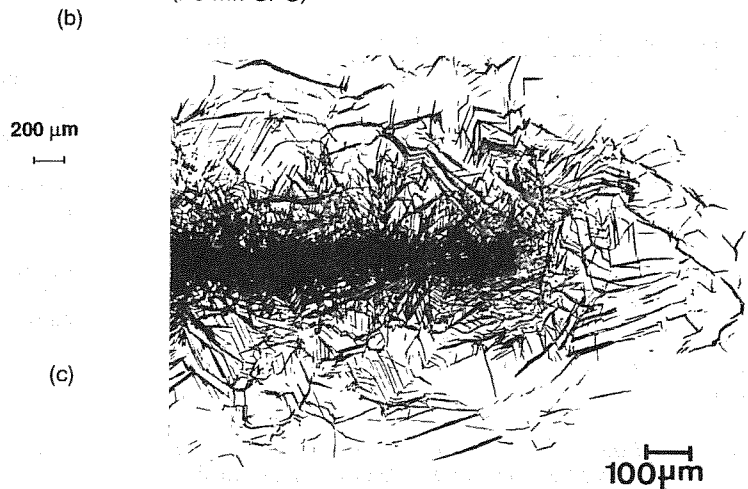


Fig. 13. Process zone in TRIP steel

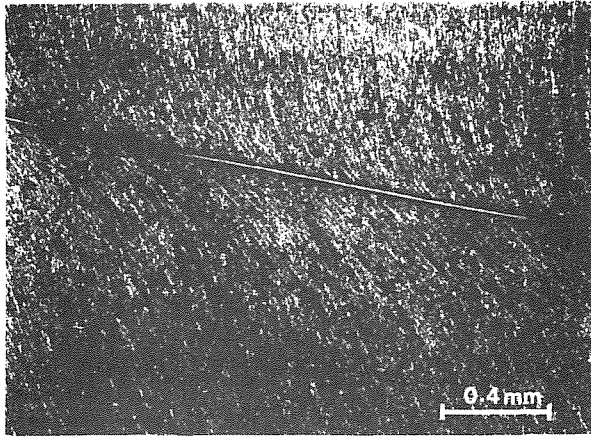


Fig. 14. Adiabatic shear band in 35NCD16 steel

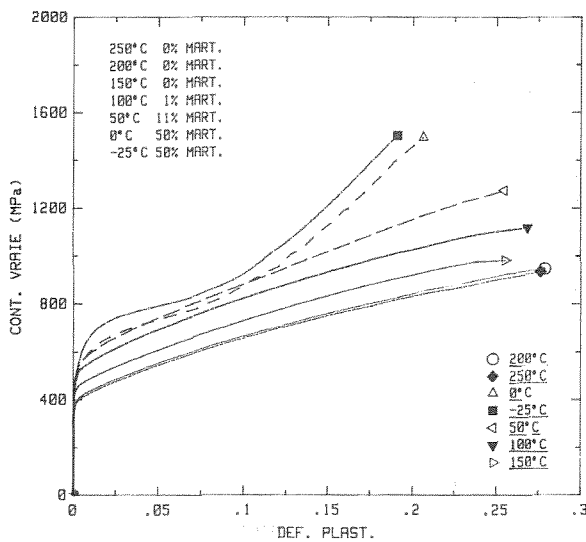


Fig. 15. Z30MCDS1010 steel tension test

All the research undertaken is based on two types of model materials:

- "Ductile" materials, represented by two steels, one of high strength  $R_{p0.2} \approx 1200$  MPa, the other being a type E28 welding steel widely used in bolt welding construction.
- Two "brittle" materials: a SiC enameled ceramic and an amorphous material consisting of a Pyrex-type borosilicate glass.

The various research works undertaken on these materials are grouped together according to four major themes:

- Damage theme : The works will be based on the study of initiation, propagation and coalescence of cavities and cracks in the case of the two steels listed above. A special effort will be made to produce models for the development of a cavity in a porous medium, the purpose being to correctly represent the physics of the interaction between the cavities and their coalescence.

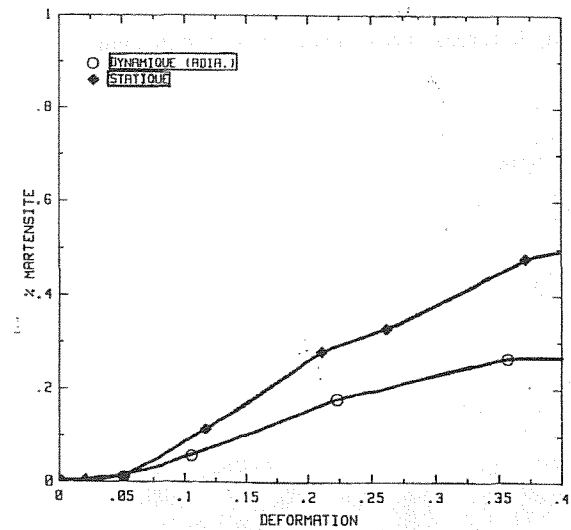
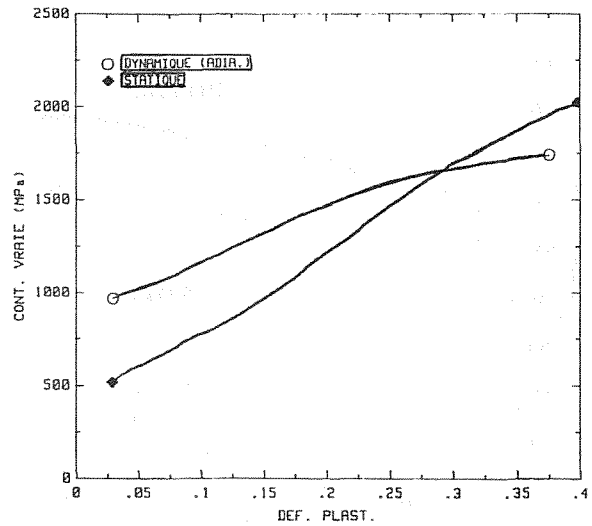


Fig. 16. Z30MCDS1010 quenched steel. Static and dynamic compression test (room temperature :  $10^{-3} s^{-1}$  and  $10^3 s^{-1}$ )

- Spallation theme : Research on this theme will be based on both the steels and the glass. An attempt will be made, in the case of glass, to deal with the phenomena of spallation by laser shock with a view to comprehending the influence of the duration of the shock on the spallation through micro-cracking.

- Dynamic fracture toughness theme : This theme is closely associated to that of damage and spallation. It hinges around four points associated to cleavage rupture.

- Local rupture criteria associated to the incubation time study.
- Tearing mechanisms and their relation to fracture toughness on initiation.
- Brittle ruptures, approached from the probabilistic point of view.
- Dynamic fracture toughness, defined by the concept of the notch stress intensity factor.

- **Instability theme** : Works in this domain will mainly be based on the conditions for formation of the adiabatic shear banding in extra high-strength steels.

For each of the themes just mentioned, the research works will also deal with perfecting the experimental methods as well as deriving models for the phenomena being studied. A special effort will be made at the level of the creation of models in an attempt to associate the microstructure of the material to its micro-structural characteristics.

This coordinated research work should be spread out over a period of four years (1992 to 1995). It will be added to in 1993 by work on the fracture of polymers and composites.

#### REFERENCES

- [1] Rupture dynamique de l'acier, 35NCD16, Ph. BENSUSSAN, 199, Journal de Physique, Supplément au n° 9, tome 49, septembre 1988
- [2] Recommandation d'essais DYMAT,
- [3] Endommagement sous choc de l'alliage d'aluminium AU4G, M. LACAUME, A. ROYER, J.P. ANSART, R. DORMEVAL, DYMAT 88, PC3 183
- [4] Thèse Sophie GABELOTAUD, 5 déc 1990, Université Paris Sud, Centre d'Orsay
- [5] Maraudet, Pluvinage.
- [6] Comportement sous sollicitations dynamiques d'aciers présentant de la plasticité induite par transformation. J.M. DIANI, J.Ph. PONSONNAILLE, Ph. BENSUSSAN, M. BERVEILLER, Journal de Physique, colloque C3, vol. 1, oct. 91

LOCAL APPROACH ANALYSIS OF DYNAMIC FRACTURE OF TA6V  
WITH THE CONCEPT OF A CRITICAL VOID GROWTH

Ph. Roudier

Etablissement Technique Central de l'Armement  
16bis, avenue Prieur de la Côte d'Or  
94114 ARCUEIL Cedex  
FRANCE

**Resumen** : El objetivo de este trabajo consistió en el análisis del uso del "parámetro crítico local de crecimiento de cavidades" para describir la fractura de la aleación TA6V equieje sometida a una velocidad de cargamiento elevada ( $10^7$  MPa  $\sqrt{m/s}$ ). Los ensayos fueron realizados sobre un montaje de barras de Hopkinson en tensión con muestras axisimétricas muescadas analizadas por FEM. Así, las leyes de comportamiento del material fueron obtenidas en función de la velocidad de deformación y de la temperatura. Se tomó en cuenta la elevación de la temperatura debida a la deformación plástica. Se demostró que la dependencia en función de la velocidad de deformación tiene un efecto delocalizando sobre el crecimiento de cavidades en las muestras muescadas. También se estudió el uso del modelo de crecimiento crítico de cavidades para predecir el momento de propagación. Por fin se evocó las dificultades encontradas al empleo de los instrumentos de trabajo clásicos, y se analiza la posibilidad de trabajar con el modelo de fractura dúctil delocalizada para resolver el problema.

**Abstract** : The purpose of this paper is to analyse the use of a critical local void growth parameter to describe the fracture of equiaxed TA6V alloy under high loading rate ( $10^7$  MPa  $\sqrt{m/s}$ ). Experiments are conducted with a tensile Hopkinson apparatus on notched axisymmetric samples which are then analysed with FEM. The constitutive laws are introduced with both temperature and strain rate dependence. Heat generation caused by plastic deformation is fully accounted for. The strain rate dependence is shown to have a significant delocalizing effect on void growth within the notched samples. The use of a critical void growth derived from these analyses to predict the onset of crack propagation is studied. It is shown that this is difficult with conventional tools. Finally, future developments are suggested in the field of non-local ductile fracture.

## 1. INTRODUCTION

Since the beginning of the eighties considerable attention has been paid to the development of so called local approaches to fracture predictions. One of the first main achievements in this field was proposed by Mudry (1982) whose work involved the study of a A508 steel class. Using the now quite well known formula for cavity growth derived by Rice and Tracey (1969) in their pioneering work, Mudry with the Beremin group (1981) showed that fracture of axisymmetric notched specimen could be predicted when a local critical void growth  $(R/R_0)_c$  was attained in the specimen. They modified the formula to take into account strain hardening :

$$dR/R = 0,283 \exp(\beta \sigma_m / \sigma^{eq}) d\epsilon^{eq} \quad (1)$$

Where  $\beta$  equals 1,5,  $\sigma_m$  is the hydrostatic stress,  $\sigma^{eq}$  the Mises stress and  $\epsilon^{eq}$  the plastic equivalent stress.

The non-dependency of this critical value for cavities growth under different stress triaxialities achieved by varying the notch radius was demonstrated with FEM simulations of up-dated geometry meshes representing the

various specimens. This non-dependency supports the use of this criteria to predict the onset of crack growth. Following these works fracture should proceed when this critical value of void growth is reached in the first cell of a square mesh at a crack tip. The size of such a cell would then represent some characteristic distance  $\Delta a$  dependent on the micromechanisms which locally lead to damage accumulation and fracture. This material dependent distance was derived by Mudry to be about twice the grain size. This was found to be a realistic length, consequently giving some validation for this approach. Another main contribution of Mudry was a formula involving the J - integral, the characteristic distance  $\Delta a$ , the yield stress  $\sigma_y$ , and the logarithm of the void growth :

$$J = \alpha \Delta a \sigma_y \ln(R/R_0) \quad (2)$$

with  $\alpha$  being a specimen geometry dependent constant.

Similarly Amar and Pineau (1985) developed this approach to predict the variation of A508 steel toughness with temperature, and they concluded to good correlations between  $J_{IC}$  and  $(R/R_0)_c$ , and to a reasonable agreement between the predicted values and the experimental results

for CTS specimen. In a different paper Marini and al (1985) provided some very good support for such an approach in their analysis of ductile rupture of A508 under non-radial loading. They showed how the knowledge of the full stress-strain states history of a material deformed under various successive stress triaxialities, and the correlative calculation of the void growth rate could be use to predict such fracture. They emphasized the influence of the constitutive equations and specially of the work-hardening rate on the stress-triaxiality within the samples which is a key parameter for cavity growth. Pellissier Tanon and Devaux (1988) gave a very good overview of the work done with the Framatome company to promote the use of local approaches.

The use of local approach for dynamic fracture predictions, i-e for fracture occurring under loading rates of  $10^7$  MPa  $\sqrt{m/s}$ , was investigated by Bensussan (1988) on 35NCD16 steel. The introduction of this method based on cavity growth prediction was thought to give an insight on the still controversial debate on the influence of loading rate on fracture toughness of steels. Following work was performed by Descombes (1990) on a nickled high strength steel. Though a characteristic length was derived through the numerical FEM calculations, it was not possible to relate it unambiguously to any microstructural distance in this complex steel. The notch ductility of copper based composites has been studied under various loading rates by Dumont (1991) without notice of any influence of the loading rate. Preliminary results, Roudier (1991), indicated a large increase in notch ductility of TA6V with an increase in loading rate from 1 MPa  $\sqrt{m/s}$  to  $10^7$  MPa  $\sqrt{m/s}$ .

It has long been recognized that increasing the rate of deformation could affect the material behavior through mainly two effects. Firstly micromechanisms for inelastic deformation such as slip or twinning can be altered with a consequent modification on the constitutive law as shown for C.P. titanium by Gabelotaud (1990). Secondly adiabatic inelastic deformation can lead to heat generation by plastic dissipation, subsequent temperature increase and softening for usual materials.

We shall herebelow address the problem of fracture prediction of a TA6V alloy under high loading rate through the use of a local criteria based on a critical cavity growth. The influence of the loading rate will be analysed with account of both temperature and strain rate sensitivities of the constitutive laws.

**2. EXPERIMENTAL AND NUMERICAL PROCEDURES**

**2.1. Material**

The material investigated is this study in a TA6V alloy with an equiaxed microstructure obtained from  $\alpha/\beta$  laminated 50 mm thick plates heat treated 2 h at 730°C. Due to the plastic deformation incompatibilities between the two phases, micro-void nucleation occurs in the early stages of plastic deformation. Therefore the plastic strain for cavity nucleation is assumed to be equal to zero. This is a very common industrial alloy in the titanium industry and its properties have been widely studied. Most of the work has been done under static loading.

The mechanical properties of this alloy under high strain rates are rather scarce. Both Gabelotaud (1990) and Meyer (1984) have noted a large increase in yield strength with the strain rate but results under strain rates above  $10^3$  s<sup>-1</sup> are still to be investigated. Its high yield strength (of the

order of 1400 MPa at  $10^3$  s<sup>-1</sup>) and its low density (4350 kg/m<sup>3</sup>) show that a large temperature increase is to be expected under adiabatic conditions ( $\Delta T = 180^\circ C$  for  $\Delta \epsilon = 30\%$ ).

**2.2. Experimental procedures**

The constitutive law under tension has been obtained on an hydraulic testing machine at a loading rate of  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, with smooth specimens 60 mm long and 6 mm in diameter. The law was derived in the form  $\sigma^{eq} = f(\epsilon^{eq})$  with  $\epsilon^{eq} = \ln(l/l_0)$ , where  $l_0$  is the gage length, up to 3% before the maximum of the experimental ( $\sigma^{eq}, \epsilon^{eq}$ ) curve and then extrapolated for further strains in a form  $\sigma^{eq} = K(\epsilon^{eq})^n$  with  $K = 1287$  MPa and  $n = 0.0827$ .

This ( $\sigma^{eq}, \epsilon^{eq}$ ) is taken as the reference constitutive law at  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$  s<sup>-1</sup> and under isothermal conditions for all the temperature and strain rate dependencies.

The notch ductility tests were performed under both low and high loading rates on identical 140 mm long and 14 mm in diameter specimens with notch radius respectively 7.5 mm, 3 mm, and 1.5 mm for AER 10, AER 4 and AER 2 specimen (the initial minimal diameter being everywhere 7,77 mm). Whereas load and diameter reduction were recorded during the tests under static loading only the final diameter reduction at fracture was obtained under high loading rate. In both cases the diameter reduction after fracture was measured with a precise C. ZEISS optical microscope.

**2.3. Numerical procedures**

All the simulations were runned with the ABAQUS 4.9 version (1991). The simulations were performed with a quasi-static implicit formulation for the equilibrium equations with axisymmetric meshing of the upper half plane of the sample. Quasi-static simulations were preferred to a fully dynamic formulation for, though the loading rate is very high, the total kinetic energy of the core of the sample is far less than its deformation energy. The inertia effects are therefore neglected, the "dynamic" aspect being taken into account only through the constitutive laws. Moreover the calculation times are reduced and fully coupled thermal-mechanical simulation is available only with a quasi-static formulation.

**2.3.1. Constitutive laws**

Isotropic plastic hardening is assumed. Plastic laws are input in a tabular form for each temperature up to 600°C under quasi-static ( $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>) loading. Those laws were obtained every 25°C from the ambient temperature law previously described with the formula :

$$\sigma^{eq}(T, \epsilon_{eq}^{pl}) = \sigma^{eq}(T_0, \epsilon_{eq}^{pl}) (T/T_0)^v \tag{3}$$

where  $T$  is the current temperature,  $T_0$  the ambient temperature (in Kelvin),  $\sigma^{eq}(T, \epsilon_{eq}^{pl})$  the equivalent stress at temperature  $T_0$  for an equivalent plastic deformation  $\epsilon_{eq}^{pl}$  and  $\sigma^{eq}(T_0, \epsilon_{eq}^{pl})$  the corresponding equivalent stress for the same amount of plastic deformation at temperature  $T$ .  $v$  was equalled to -0,4 to best fit with literature data, Gysler and Lütjering (1982).

No tensile test was performed for the current temperature range, so that this temperature dependence should be addressed in further details in future work.

The strain rate dependence of the constitutive law can be described in the ABAQUS code with the formula :



$$\dot{\epsilon}^{pl} = D \left( \frac{\sigma^{eq}(\epsilon^{pl}, T)}{\sigma_0(\epsilon^{pl}, T)} - 1 \right)^P \quad (4)$$

where  $\sigma^{eq}$  is the equivalent Mises stress at equivalent plastic strain  $\epsilon^{pl}$ , temperature  $T$  and with the strain rate being  $\dot{\epsilon}^{pl}$ ,  $\sigma_0(\epsilon^{pl}, T)$  is the quasi-static equivalent stress at an amount of plastic strain  $\epsilon^{pl}$  under temperature  $T$ .  $D$  and  $p$ , which could be temperature dependent, are material parameters.  $D$  and  $p$  have been chosen as respectively 35583 and 5.026 (and temperature independent) to best fit with literature data, i.e. an increase of 20% in yield stress from quasi-static to a strain rate of  $10 \text{ s}^{-1}$  and an increase of 50% in yield stress from quasi-static to a strain rate of  $10^3 \text{ s}^{-1}$ .

In fully coupled thermal-mechanical analysis, thermal dissipation caused by plastic straining is assumed to give rise to a heat flux per unit volume  $\kappa \sigma : \dot{\epsilon}^{pl}$  where  $\kappa$  is the Taylor-Quinney coefficient taken as 0.9. It is discussed later on the strategy between coupled thermal-mechanical analysis with thermal diffusion and uncoupled adiabatic analysis where each integration point is treated as if it is thermally insulated from its neighbours.

### 2.3.2. FEM formulations

For uncoupled thermal-mechanical analysis both four and eight nodes isoparametric elements with "full" or reduced gauss integration can be used. It has been recognized that "fully integrated" eight nodes with nine gauss points elements have a poor behavior when plastic strains are considered, with "locking" effect. This has been confirmed by our studies, the use of such elements leading to high stress triaxialities within the calculated notched specimens. Therefore only eight nodes with four gauss points reduced integration, four nodes with "full" or reduced one gauss point isoparametric elements have been used for all the uncoupled analysis presented in this paper. When thermal-mechanical analysis were to be conducted, either eight nodes with reduced integration or "fully" integrated four nodes isoparametric elements with temperature definition at the corner nodes were used. It is worth noticing that none of these elements satisfy the patch test except for the reduced four nodes element.

When used with eight-nodes isoparametric elements the axisymmetric models contained respectively 1478, 1233, 1499 nodes and 461, 382, 468 elements for AER10, AER4, and AER2 specimens.

The analysis were performed with an applied displacement at the upper section of each model two centimeters above the minimal section constrained to move in its plane. This displacement varied linearly with time, the time to fracture being between 30 to 40  $\mu\text{s}$ . This is this time scale that controls both the strain rate dependence of the constitutive laws and the diffusion of locally generated heat.

The cavity growth rates were calculated at each gauss point with a special post treatment.

## 3. RESULTS AND DISCUSSION

Table I reports the mean reduction in the minimal section diameter and the mean deformation referred as  $2 \ln(\phi_0/\phi_F)$  with  $\phi_0$  the initial diameter (7.77 mm) and  $\phi_F$  this diameter at fracture. In each case, the measures showed quasi-isotropic deformation and very little dispersion among samples with the same notch acuity. Electron Beam Microscopy showed that fracture in every case occurred on a ductile scheme, the final dimples

looking slightly larger for the samples fractured under high loading rate.

Table I

	-d $\phi$ (mm)		$\epsilon_F$	
	Static	Dynamic	Static	Dynamic
AER 2	0.61	0.84	0.16	0.23
AER 4	0.70	1.17	0.19	0.33
AER 10	0.96	1.29	0.26	0.36

The analysis described herebelow were conducted with eight nodes reduced thermal-mechanical axisymmetric elements and temperature and strain rate dependence for the constitutive law. Figure 1 shows the rate of equivalent plastic strain in different points of the minimal section of an AER4 specimen. It should be noted that the strain rate obtained is one order of magnitude larger than the strain rate commonly observed in a split Hopkinson bar compression test. The influence of this difference on the constitutive law is clearly seen on figure 2 where adiabatic constitutive laws are reported for strain rates of  $1000 \text{ s}^{-1}$  and  $15000 \text{ s}^{-1}$ . The ABAQUS built-in strain rate dependence model leads to a very large increase in the constitutive law from a strain rate of  $1000 \text{ s}^{-1}$  to a strain rate of  $20000 \text{ s}^{-1}$ , of the order of 30 %. The real dependence of the constitutive law on strain rate above  $1000 \text{ s}^{-1}$  is questionable.

Figure 2 also features the current equivalent Mises stress plastic equivalent strain relation at the center of the specimens during the tests. It does not exactly compares with the adiabatic behavior under a loading rate of  $15000 \text{ s}^{-1}$  because the strain rate is not constant. The process is essentially adiabatic because thermal diffusion effects are negligible over distances greater than 30 to 40  $\mu\text{m}$ . Temperature induced strain localization is not strong enough to produce step temperature gradients that would not be properly handled with a linear temperature variation over the adopted mesh. Therefore the temperature interpolation functions do not introduce spurious temperature increases that would result in non-adiabatic behavior at some gauss points.

An equivalent analysis (hereafter called second analysis) where the material constitutive law is that obtained in the center of AER10 under previous conditions has been runned. Figure 3 illustrates the delocalization effect due to local variations of strain rate within the minimal section of the specimens and to the high sensitivity of the constitutive law on strain rate introduced by the model. The equivalent plastic strain tends to be homogeneous when strain rate dependence is taken into account, whereas straining localize in the center of the specimen when the adiabatic constitutive law is introduced with no strain rate dependence. The effect of strain localization for the second analysis is enhanced by an increase of stress triaxiality in the area of localization. Profiles of cavity growth are reported on figure 4 for an AER10 specimen at the time of fracture.

This delocalization effect of strain rate sensitivity has been pointed out by several authors in published work on adiabatic shearing, Needleman (1988). When this sensitivity is taken into account with formula (4) the computed  $R/R_0$  at fracture is far below the critical  $R/R_0$  obtained when the strain rate sensitivity is used to shift the constitutive law in

the second analysis. Figure 5 shows how those values compare as a function of stress triaxiality.

#### 4. FRACTURE TOUGHNESS PREDICTION

We give an insight in this section on the use of critical local cavity growth as a criteria for prediction of the onset of crack propagation for titanium under high loading rates. Following preceding works, analysis were conducted with a square mesh at the tip of a virtual crack, the size of the mesh cell being the material characteristic distance. The physical meaning of continuum mechanics is lost if this cell is smaller than a representative volume of the material. For this particular alloy the grain size is ranging from about 15 to 20  $\mu\text{m}$  to that the representative cell should not be smaller than 40 to 50  $\mu\text{m}$ . This cell is going to experience severe gradients of deformation and hence temperature gradients. We suppose that temperature still has a physical meaning at this scale. The question is then two-folds ; how the numerical formulation of the elements and the numerical integration procedures would work with these gradients and would the FEM model have a physical coherence with the physics of the phenomena?

It has never been clearly precised neither the type of element (eight, four nodes "fully" integrated or reduced) nor the way  $R/R_0$  was computed over the crack tip cell. Though several authors speak of evaluation at gauss points it is not clear whether the critical value is the averaged value over the mesh or its maximum value.

As four nodes elements with four gauss points are not fully integrated they have spurious behavior when their shape is far from rectangular. The investigation was therefore conducted with reduced elements either eight nodes thermal-mechanical elements with four gauss points, eight nodes mechanical elements with four gauss points or four nodes elements with one gauss point. There can be obtained as many results as there are analysis possibilities, giving a whole range of fitting data opportunities. When using eight nodes elements, the strain is going to localize in the closest gauss point to the crack tip. The cell cannot still be compared with a homogeneous volume experiencing small gradient and as straining proceeds this is equivalent to decrease the size of the considered representative volume. This effect cannot be avoided with classical finite element procedures, special treatments will be discussed later. The problems are even more important with thermal-mechanical elements. The gradient of generated heat by plastic dissipation is so important within the element that when temperature is linearly interpolated to the corner nodes the temperature can decrease at the corner node a cell ahead of the crack tip. This can obviously introduce inaccuracy in the integration of the whole thermal-mechanical problem.

The most reliable analysis in the philosophy of local approach with the concept of a representative volume should therefore be conducted with the very simple four nodes element with a single integration point and hourglassing control.

The analysis of cracked axisymmetric specimens were conducted with meshing the upper half plane with four nodes reduced elements. Temperature and strain rate effect were taken into account in the following way. An adiabatic constitutive law was numerically established at a strain rate of 15000  $\text{s}^{-1}$  using the strain rate formulation (4) and the tabulated static temperature dependent laws. This law was then "reduced" to a static law by inverting formula (4). A virtual "adiabatic" static law is then obtained. When the mechanical analysis of a cracked specimen

is started, strain rate jumps to values of the order of 2000  $\text{s}^{-1}$ . Strain rate dependence is fully accounted for with formula (4) the adiabatic nature of the phenomena is accounted for with the softening trend of the virtual "adiabatic" static law. Notched specimens were reanalysed with this mechanical formulation and the results were very close to the former results from the thermal-mechanical analysis.

This analysis is fully adiabatic, the individual gauss points being thermally insulated from each other. For diffusion effects to be negligible the minimum cell size should be larger than the characteristic diffusion distance.

We analyse the results of a simulation conducted with crack tip cell size of 50  $\mu\text{m}$ . The total model is made of 1063 nodes and 1008 elements. Experiments on axisymmetric fatigue cracked specimen with the apparatus for notched specimen have shown that fracture is completed within 25 to 35  $\mu\text{s}$  with a critical CTOD of the order of 100  $\mu\text{m}$  to 150  $\mu\text{m}$ . Experimental difficulties should be overcome to precise this value. The numerical analysis is ended when the value of  $R/R_0$  computed at the gauss point in the crack tip cell has reached the critical value 1.45. The CTOD is then 125  $\mu\text{m}$  and the J-integral computed with the Rice and Merkle formula (1973) is 85000  $\text{J/m}^2$  ( $K_I = 107 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  to compare with the static value of 70  $\text{MPa} \sqrt{\text{m}}$ ).

The averaging effect introduced by the choice of a fixed cell size is illustrated on the following figures. The plastic strain rate at the closest gauss point to the crack tip is given figure 6. It jumps to 2000  $\text{s}^{-1}$  once plastic straining starts and increases over the time to 10000  $\text{s}^{-1}$ . Figure 7 shows the constitutive behavior of this gauss point up to the time of fracture. We can notice that as plastic strains are kept below 0.12 the softening behavior of the material is not important. The discussion is then two-folds. Can the results from the fracture of notched specimens be used to predict the failure of the crack tip cell? How could a numerical analysis be runned to account for the various thermal-mechanical effects at the crack tip?

The difference in the constitutive behavior of gauss points at the center of notched specimens and at the crack tip is of the order of 10%. As  $R/R_0$  is very sensitive on the stress-strain history it sounds quite hazardous to compare the two analysis. Refining the mesh at the crack tip should allow further straining and hence possibility for softening behavior to become significant. This would produce strain localization at the closest gauss point to the crack tip. Moreover the basic concepts of a representative volume and a characteristic distance would be lost.

Pijaudier-Cabot and Bazant (1987) have come out with the development of nonlocal damage theory. This allows for mesh refinement and better description of local variations of damage field without mesh dependence. They introduced a characteristic distance that accounts for interactions between local microstructural events. Their work on brittle concrete damage has recently be extended by Leblond and al (1992) to ductile metals.

The local description of damage is introduced with a porosity variable. Its evolution is delocalized through convolution with a shape function featuring a characterizing distance representative of local microvoids interaction. The strains and stresses are then derived from a Gurson type potential (1977). New developments can be forecast with use of both damage delocalization and special constitutive potentials representative of complex thermo-viscoplastic behavior. See for illustration Leblond and Perrin (1992).

## 5. CONCLUSION

We can recall the different results as follows :

concerning the notched axisymmetric specimen :

- (1) a quasi-static analysis may be used, the inertia effect are negligible,
- (2) heat generation caused by plastic dissipation should be taken into account, it has a localizing effect with the temperature dependence of the constitutive law,
- (3) strain rate dependence has a strong delocalizing effect, but its influence above  $2000 \text{ s}^{-1}$  is still an open question,
- (4) the deformation of notched samples is quasi-adiabatic, the notch ductility is increased in comparison with static loading. The critical void growth  $R/R_0$  is also increased, from about 1.30 to 1.45,

concerning the cracked specimen :

- (5) a fully coupled thermal-mechanical analysis cannot be run with a local approach mesh (i.e. crack tip cell of fixed size),
- (6) the four nodes with one gauss point reduced integration element can be used with respect to the concept of a representative volume, the analysis is necessarily adiabatic,
- (7) the averaging effect of this approach is to lower both the strain and the strain rate experienced by the closest gauss point to the crack tip. This leads to difficulties when one wants to describe crack propagation in terms of critical notch void growth,
- (8) these difficulties might be overcome with a different approach, non local damage evolution rate and viscoplastic potential for a material containing voids, associated with a more refined mesh allowing for crack tip blunting.

Acknowledgments. The author acknowledges the help of both the Direction des Constructions Navales and the Direction des Recherches et Etudes Techniques for financial support. The author is also very grateful to B. Deltort for helpful discussions.

## REFERENCES

- 1969 RICE, J.R. and TRACEY D.M, *On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields*, J. Mech. Phys. Solids, vol 17, pp 201-217
- 1973 RICE J.R., PARIS P.C, MERKLE J.G, ASTM STP 536, pp 231-245
- 1977 GURSON, A.L, *Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I, yield criteria and flow rules for porous ductile media*, ASME Journal of Engineering Materials and Technology, 99, 2-15
- 1981 BEREMIN F.M, *Experimental and numerical study of the different stages in ductile rupture - application to crack initiation and stable crack growth*, in Three Dimensional Constitutive Relations and Ductile Fracture edited by Nemat-Nasser North-Holland - Publishing company , p 185-205
- 1982 MUDRY F, *Etudes de la rupture ductile et de la rupture par clivage d'aciers faiblement alliés*, Ph. D thesis, Université de Technologie de Compiègne
- 1982 GYSLER A. and LÜTJERING G, *Influence of test temperature and microstructure on the tensile properties of titanium alloys*, Metall. Trans A, vol 13A, pp 1435
- 1984 MEYER L.W, *Strength and ductility of a titanium alloy TiAl6V4 in tensile and compressive loading under low, medium and high rates of strain*, in the Proceedings of the Fifth International Conference on Titanium, vol 3, pp 1851
- 1985 AMAR and PINEAU A, *Interpretation of ductile fracture toughness temperature dependence of a low strength steel in terms of a local approach*, Eng. Fract. Mech. vol 22 n° 6, pp 1061, 1071
- 1985 MARINI B., MUDRY F., PINEAU A, *Ductile rupture of A508 steel under nonradial loading*, Eng. Fract. Mech., vol 22 n° 3, pp 375-386
- 1987 PJAUDIER-CABOT G. and BAZANT Z.P, *Non local damage theory*, ASCE Journal of Engineering Mechanics, 113, 1512-1533
- 1988 NEEDLEMAN A, *Material rate dependence and mesh sensitivity in localization problems*, in Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering 67, pp 69-85
- 1988 PELLISSIER TANON A. and DEVAUX J-C, *Application de l'approche locale de la mécanique de la rupture à l'évaluation des marges de résistance à la rupture des équipements nucléaires* Rapport technique FRATEC 282, Framatome company
- 1988 BENSUSSAN Ph, *Rupture dynamique de l'acier 35NCD16*, Journal de Physique, Colloque C3, supplément au n° 9, Tome 49 C3-199
- 1990 DESCOMBES D, *Influence de la vitesse de sollicitation sur la tenacité d'un acier à haute résistance soudable*, Ph. D Thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
- 1990 GABELOTAUD S, *Comportement sous sollicitations statique et dynamique du titane pur et de deux de ses alliages*, Ph. D Thesis, Université de Paris Sud
- 1991 DUMONT C, *Endommagement de métaux à matrice ductile en traction quasistatique et dynamique*, Ph. D Thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
- 1991 ROUDIER Ph, *Interpretation of ductile fracture toughness loading rate dependence of TA6V in terms of a local approach*, Colloque 3, suppl. au Journal de Physique III, vol 1, C3-719
- 1991 ABAQUS 4-9, Hibbit, Karlson and Sorensen Inc.
- 1992 LEBLOND J-B, PERRIN G, DEVAUX J, *Bifurcation effects in ductile metals with damage delocalization*, submitted to the ASME, Journal of Applied Mechanics
- 1992 LEBLOND J-B and PERRIN G, *Un modèle de comportement pour les matériaux viscoplastiques poreux*, Projet de note aux comptes rendus de l'Académie des Sciences

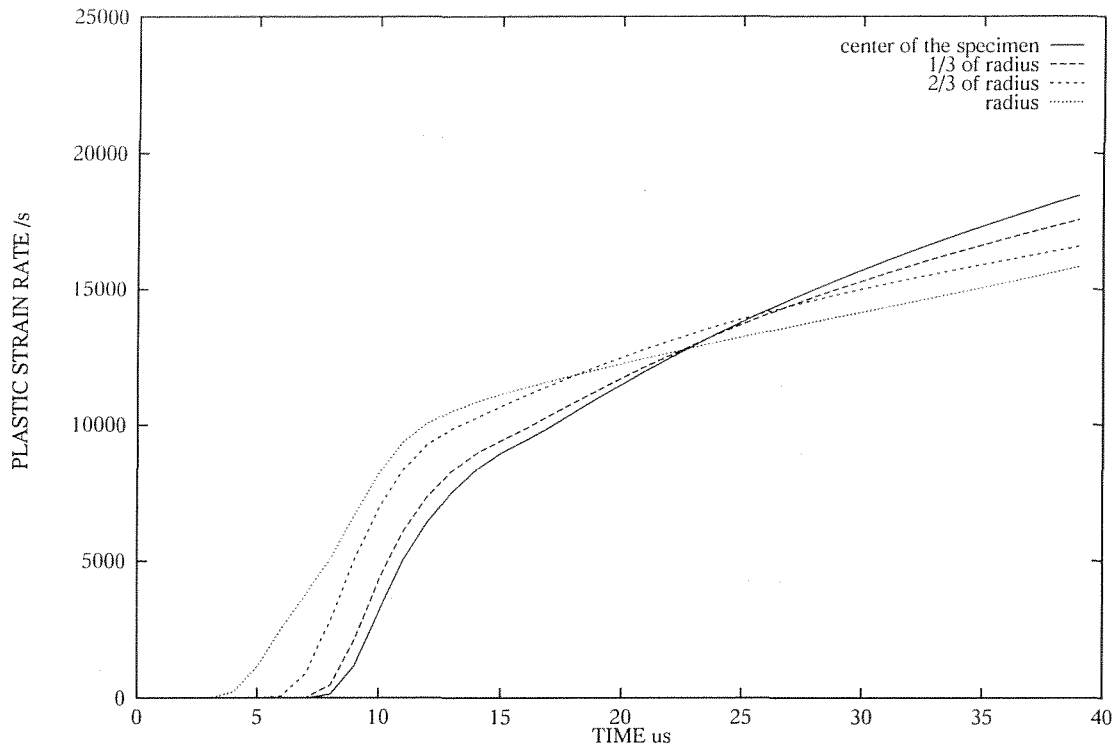


Fig. 1 Plastic strain rate in various points of an AER4 minimal section

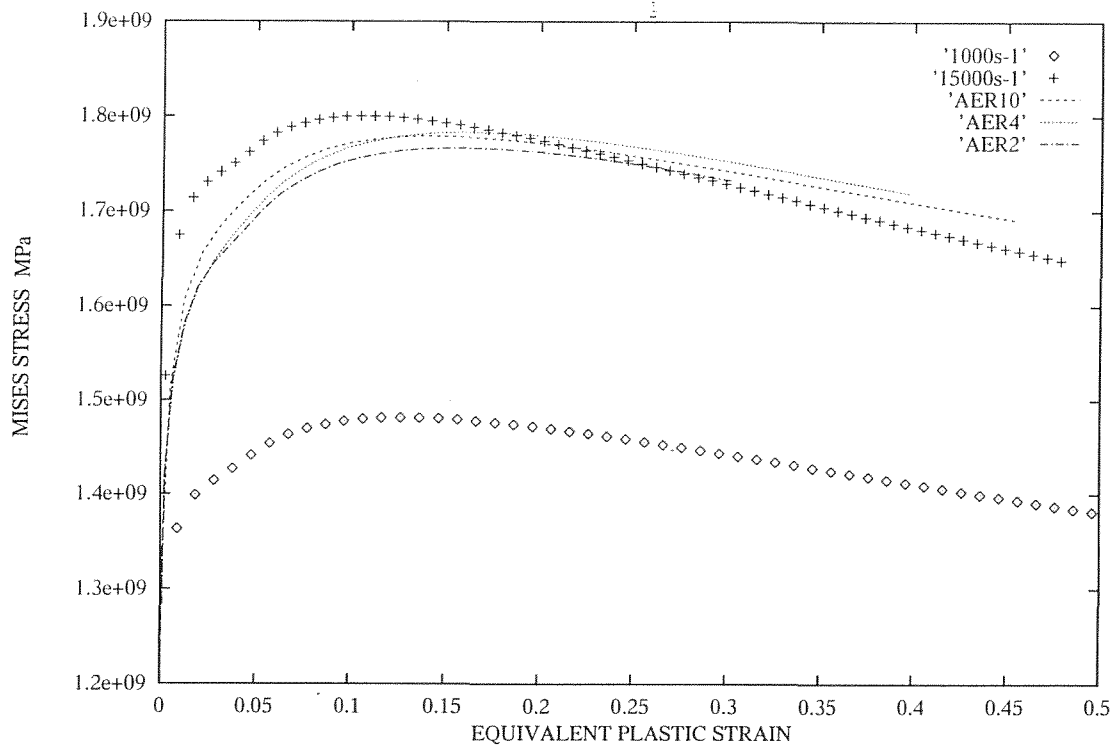


Fig. 2 Constitutive laws

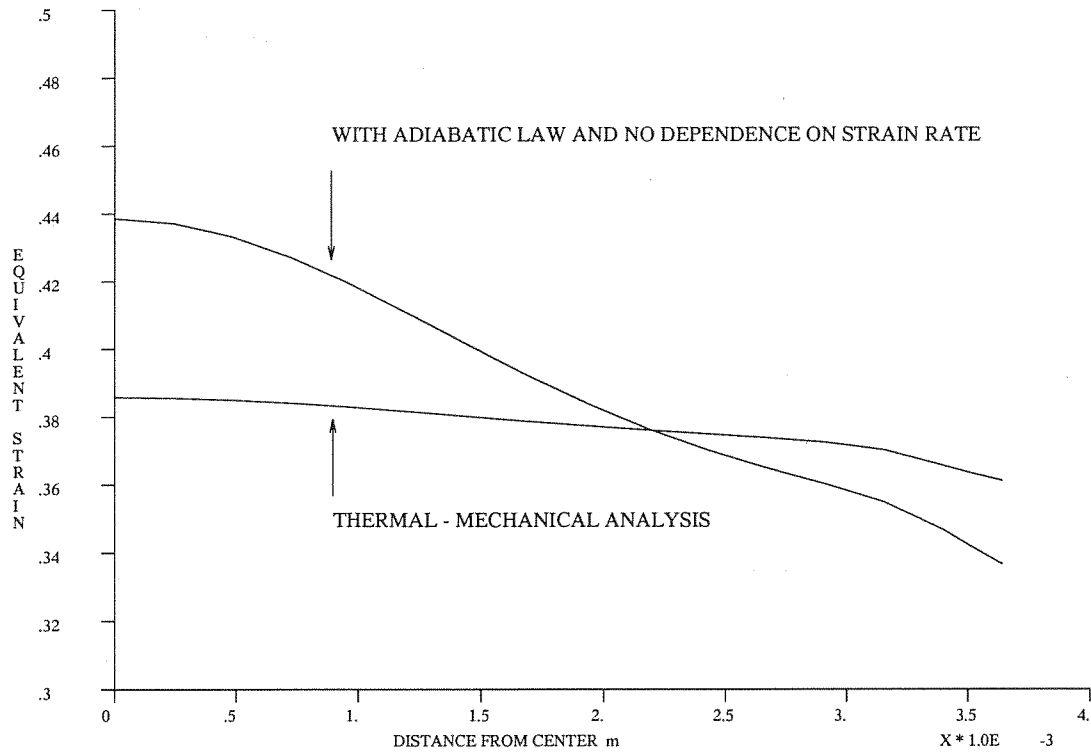


Fig. 3 Equivalent plastic strain along the minimal section of the AER10 specimen at fracture

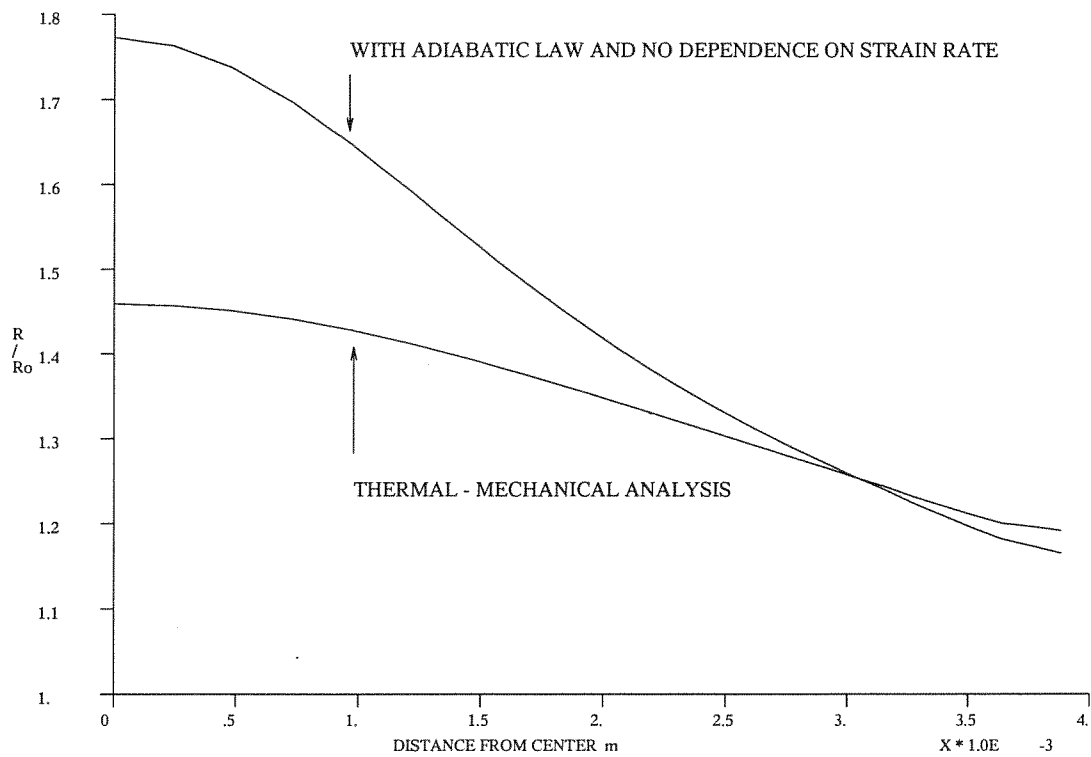


Fig. 4 Cavity growth along the minimal section of the AER10 specimen at fracture

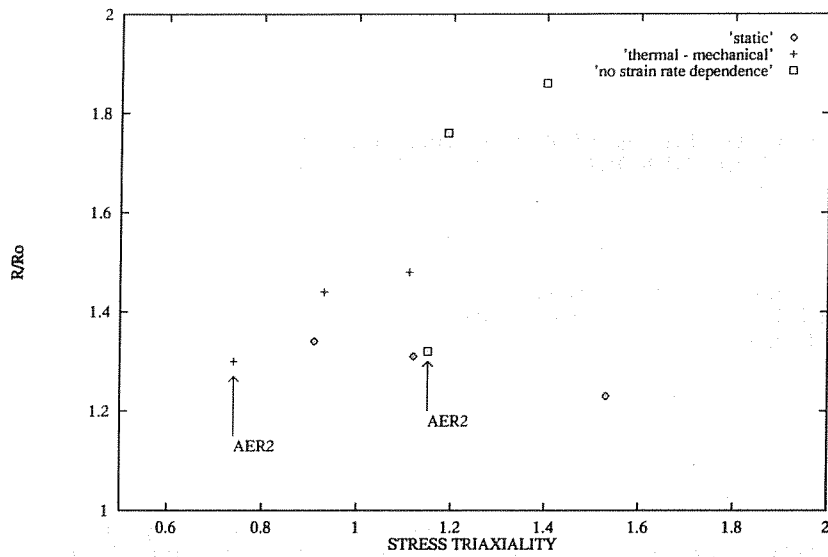


Fig. 5 Maximum cavity growth within the different specimens at fracture as a function of the stress triaxiality at these points

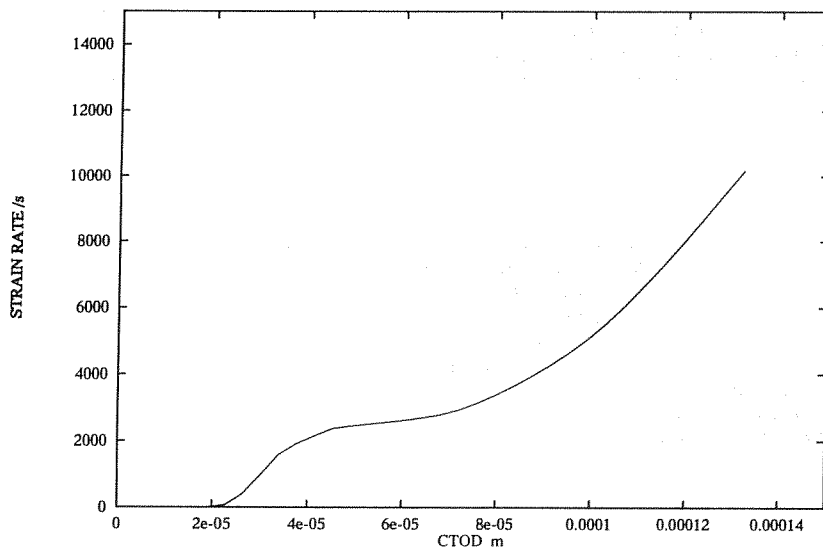


Fig. 6 Plastic strain rate at the closest gauss point to the crack tip

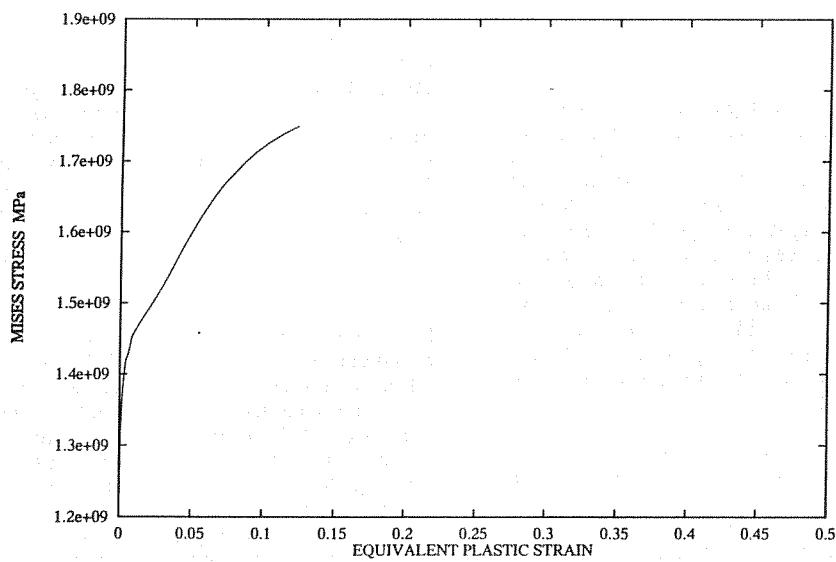


Fig. 7 Constitutive behavior of the closest gauss point to the crack tip up to fracture

INFLUENCIA DE LA TENSION HIDROSTATICA EN LA FRAGILIZACION  
POR HIDROGENO DE MUESTRAS ENTALLADAS

J. Toribio\*, M. Elices\*\*

\* Departamento de Construcciones Navales, Universidad de La Coruña  
E.T.S.I. Caminos, Pol. de Sabón, Parc. 12-14, 15141 Arteixo, La Coruña\*\* Departamento de Ciencia de Materiales, Universidad Politécnica de Madrid  
E.T.S.I. Caminos, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid

**Resumen.-** En este trabajo se analiza el papel de la tensión hidrostática en procesos de fragilización por hidrógeno de acero perlítico. Desde el punto de vista teórico, las ecuaciones de la difusión de hidrógeno en metales demuestran que el hidrógeno se dirige no sólo a los puntos de menor concentración, sino también a los lugares de máxima tensión hidrostática, que pueden determinarse mediante un cálculo elastoplástico por elementos finitos. En los ensayos cuasi-instantáneos, el valor de la tensión hidrostática en el contorno (precisamente en el fondo de la entalla) en el instante crítico es relevante desde el punto de vista de la fractura. En los ensayos cuasi-estáticos, el máximo valor de la triaxialidad en cada geometría (relación entre las tensiones hidrostática y equivalente) parece gobernar el proceso de difusión. Estos hechos realzan el importante papel de la tensión hidrostática en las proximidades del fondo de la entalla en la fragilización por hidrógeno de muestras entalladas.

**Abstract.-** In this paper, the role of hydrostatic stress in hydrogen embrittlement of pearlitic steel is analyzed. From the theoretical point of view, hydrogen diffusion equations demonstrate that hydrogen diffuses not only towards the point of minimum concentration, but also to those of maximum hydrostatic stress, which can be numerically obtained by an elastic-plastic finite element analysis. In the quasi-instantaneous tests, the value of hydrostatic stress at the sample boundary (just the notch tip) at the failure instant is relevant from the fracture point of view. Concerning the quasi-static tests, the maximum value of the stress triaxiality in each geometry (ratio of the hydrostatic to the equivalent stress) seems to govern the diffusion process. These facts emphasize the important role of hydrostatic stress in the vicinity of the notch in hydrogen embrittlement of notched samples.

## 1. INTRODUCCION

La fragilización por hidrógeno, con pérdida de ductilidad y disminución de la resistencia a fractura, juega un papel relevante en todos los procesos de fractura de metales en ambientes agresivos. En efecto, cuando se ensaya una muestra en un medio corrosivo mediante técnicas electroquímicas, el fenómeno de fragilización por hidrógeno está asociado no sólo a los potenciales catódicos, sino también a los anódicos, aunque en el último caso el fenómeno predominante sea la disolución anódica [1]. El fenómeno de transporte de hidrógeno en hierro y acero ha sido estudiado por muchos investigadores, pero los resultados son a veces contradictorios, y el fenómeno dista de ser entendido completamente [2].

Tradicionalmente se han propuesto dos tipos principales de transporte de hidrógeno en metales. El primero es la difusión a través de la red cristalina del metal [3-7], cuya aproximación matemática se realiza por medio de las Leyes de Fick, que pueden ser modificadas para tener en cuenta variables físicas como la temperatura, la densidad de

trampas de hidrógeno, el contenido de sulfuros, etc. Por otra parte, las bases teóricas de las Leyes de Fick pueden mejorarse, introduciendo la dependencia del flujo de hidrógeno de la distribución de tensión hidrostática en la muestra, hipótesis basada en argumentos termodinámicos. Esta difusión dependiente de la tensión produce distancias de penetración mayores que las calculadas según leyes clásicas de Fick. Modelos de difusión de hidrógeno de acuerdo con estos postulados pueden encontrarse en las referencias [8,9].

El otro mecanismo de transporte de hidrógeno es el movimiento de dislocaciones [10,11]. Existen dos modelos clásicos para describir la cinética del proceso y predecir el enriquecimiento local de hidrógeno: el modelo de bandas de Tien et al. [12] y el modelo de aniquilación de Johnson y Hirth [13], recientemente revisados [14]. Algunos investigadores, sin embargo, no consideran el transporte por movimiento de dislocaciones un mecanismo crítico de fragilización por hidrógeno [15,16], o no observan efectos aceleradores de la deformación plástica en el transporte de hidrógeno [17].

La posibilidad de un mecanismo mixto de transporte de hidrógeno —incluyendo tanto difusión a través de la red cristalina como transporte por movimiento de dislocaciones— debería ser considerada. La predominancia de uno u otro puede depender de las condiciones experimentales [18]. Incluso considerando únicamente arrastre por dislocaciones, la adsorción de hidrógeno en las proximidades de una dislocación se rige por ecuaciones de difusión dependiente de la tensión [19,20]. Desde el punto de vista computacional, es posible encontrar aproximaciones que incluyan el arrastre de hidrógeno por las dislocaciones, mediante la consideración de un coeficiente de difusión efectivo dependiente de la densidad de dislocaciones, el cual es función de la deformación plástica equivalente [21,22].

También deben tenerse en cuenta las trampas de hidrógeno [23,24], que afectan a la difusividad profundamente, con un efecto menor en el transporte por movimiento de dislocaciones. Las características de atrapamiento del metal dependen de su microestructura [25], siendo posible distinguir entre trampas reversibles e irreversibles [26]. Modelos de atrapamiento de hidrógeno incluyendo ambas clases de trampa pueden encontrarse en las referencias [27-32]. En aceros de alta resistencia las trampas más plausibles parecen ser las inclusiones de sulfuro de manganeso [33].

El objetivo del presente artículo es analizar importancia de la tensión hidrostática en la difusión de hidrógeno en un acero perlítico, por medio de ensayos de fragilización a distintas velocidades de sollicitación sobre probetas entalladas con diferentes geometrías de entalla y de un análisis elastoplástico por elementos finitos de la evolución de dicha variable en las muestras analizadas.

2. ECUACIONES DE DIFUSION

Las ecuaciones de difusión de hidrógeno en el metal pueden formularse termodinámicamente a partir de la entalpía libre de Gibbs [34], que derivada con respecto a la concentración de hidrógeno permite obtener el potencial químico  $\mu_H$ :

$$\mu_H = D^* \left( \ln c - \frac{V^*}{3RT} tr \sigma \right) \quad (1)$$

donde  $D^*$  es el coeficiente de difusión,  $c$  la concentración,  $V^*$  el volumen parcial molar de hidrógeno,  $R$  la constante de los gases ideales,  $T$  la temperatura absoluta y  $\sigma$  el tensor de tensiones, donde  $tr$  indica la traza del tensor. La densidad de flujo de hidrógeno  $J$  es:

$$J = -c \text{ grad } \mu_H \quad (2)$$

que operando conduce a:

$$J = -D^* \left( \text{grad } c + \frac{V^*}{3RT} c \text{ grad } tr \sigma \right) \quad (3)$$

Aplicando la condición de conservación de masa y el Teorema de la Divergencia se obtiene la ecuación diferencial en derivadas parciales de tipo parabólico que gobierna la difusión de hidrógeno en el metal:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D^* \left[ \Delta c - \frac{V^*}{3RT} (\text{grad } c \cdot \text{grad } tr \sigma + c \Delta tr \sigma) \right] \quad (4)$$

donde  $\Delta$  es el operador laplaciano. Esta ecuación diferencial es no convencional en el sentido que el problema de la difusión está acoplado al análisis tensional, puesto que

aparte del término clásico de difusión ( $\Delta c$  o término de Fick), incluye términos dependientes de la traza del tensor de tensiones. Otra consecuencia de este hecho es que la condición de contorno no es estacionaria sino, en general, transitoria. Para el caso frecuente de borde de metal en contacto con el hidrógeno, esta condición de contorno debe plantearse en términos del potencial químico:

$$\mu_H = \mu_H^0 \quad (5)$$

es decir:

$$\ln c - \frac{V^*}{3RT} tr \sigma = \ln c_0 \quad (6)$$

donde  $c_0$  es la concentración para el caso del sistema termodinámico hidrógeno-metal en equilibrio en ausencia de tensión. De esta manera, se tiene:

$$c = c_0 \exp \left( \frac{V^*}{3RT} tr \sigma \right) \quad (7)$$

distribución de Boltzmann que expresada en términos de la tensión hidrostática  $\sigma$  ( $\sigma = tr \sigma / 3$ ) es:

$$c = c_0 \exp \left( \frac{V^* \sigma}{RT} \right) \quad (8)$$

ecuación que representa tanto la condición de contorno como la solución estacionaria (independiente del tiempo) de la ecuación de difusión.

En ensayos cuasi-instantáneos (suficientemente rápidos para asumir que no hay difusión de hidrógeno hacia el interior), la concentración de hidrógeno es prácticamente nula en todo punto salvo en el contorno  $\Gamma$  (hidrógeno adsorbido en superficie). En estos puntos, la concentración  $c_\Gamma$  es:

$$c_\Gamma = c_0 \exp \left( \frac{V^* \sigma_\Gamma}{RT} \right) \quad (9)$$

donde  $\sigma_\Gamma$  representa la tensión hidrostática en el contorno.

En ensayos cuasi-estáticos (suficientemente lentos para desprestigiar efectos transitorios), la situación se aproxima a la estacionaria, y la concentración en cualquier punto  $x$  es función unívoca de la tensión hidrostática:

$$c(x) = c_0 \exp \left( \frac{V^* \sigma(x)}{RT} \right) \quad (10)$$

donde  $\sigma(x)$  es la tensión hidrostática en un punto  $x$  genérico de la probeta.

Las ecuaciones (9) y (10) muestran la importancia del estado tensional en los dos casos límites de ensayo, realizados a velocidades de sollicitación muy alta o muy baja.

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

3.1. Procedimiento experimental

El programa experimental consistió en ensayos a velocidad de deformación constante (*Slow Strain Rate Tests: SSRT*) sobre muestras entalladas de acero perlítico, con polarización catódica simultánea con el fin de provocar el desprendimiento de hidrógeno. La descripción detallada del procedimiento experimental aparece en la Ref. [35].



La geometría entallada utilizada puede verse en la Fig. 1, con las dimensiones siguientes:

Muestra	R/D	A/D
A	0.03	0.10
B	0.05	0.39
C	0.36	0.10
D	0.40	0.39

donde R es el radio y A la profundidad de entalla. El uso de diferentes geometrías permite el estudio de la influencia de la tensión hidrostática en las proximidades del fondo de la entalla sobre la fragilización por hidrógeno, detectable macroscópicamente mediante la carga de rotura, y microscópicamente por medio de las topografías microscópicas de fractura.

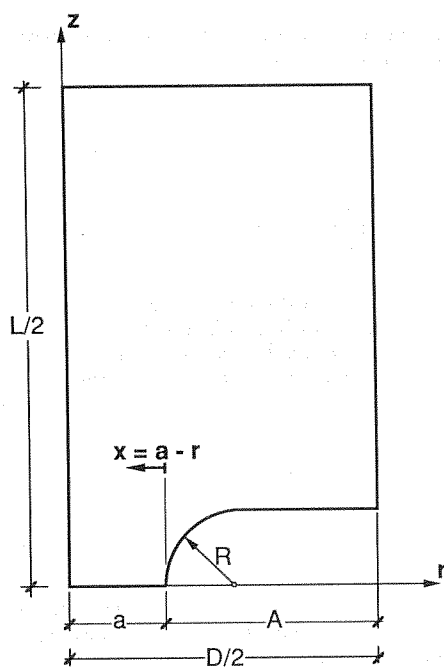


Fig. 1. Geometría entallada utilizada en el programa experimental.

### 3.2. Resultados macroscópicos

Los resultados macroscópicos de los ensayos se ofrecieron en [35]. Baste decir aquí que se obtuvo la conocida tendencia de los ensayos de fragilización por hidrógeno: la pérdida de ductilidad al disminuir la velocidad de deformación, bien medida a través de la carga de rotura [35-37], o bien por medio de la reducción de área [38-40].

Dos situaciones son de particular interés en este trabajo: los ensayos cuasi-instantáneo y cuasi-estático, porque permiten establecer correlaciones sencillas con el estado tensional, sin necesidad de resolver en el tiempo las ecuaciones de la difusión, hecho inevitable, sin embargo, en el conjunto de velocidades intermedias.

### 3.3. Análisis fractográfico

El análisis fractográfico también aparece ampliamente detallado en [35], y resulta coherente con los trabajos previos en acero perlítico fracturado en aire [41-51] o en ambiente de hidrógeno [52].

El resultado más relevante del estudio mediante microscopía electrónica de barrido fue la aparición de la topografía TTS (Tearing Topography Surface), de acuerdo con [53] y [54], asociada a la zona fragilizada por hidrógeno. Fuera de la zona TTS las fracturas fueron de tipo clivaje con propagación inestable.

## 4. DISCUSION

### 4.1. Interpretación de la zona TTS

Existen evidencias fuertes de la asociación antes mencionada entre la topografía TTS y la fragilización por hidrógeno. La primera indicación es el modo microscópico de fractura en aire del acero perlítico en estudio, donde no aparece TTS en ninguno de los ensayos [55]. La zona TTS surge únicamente en los ensayos de fragilización por hidrógeno.

Además, la apariencia microscópica de la zona TTS puede ser interpretada como una micro-fisuración o micro-daño debido al hidrógeno, en consonancia con trabajos previos [56-57].

Por otra parte, la zona TTS sólo aparece a potenciales catódicos, asociados con desprendimiento de hidrógeno, y en ningún caso a potenciales anódicos [58].

Finalmente, la asociación entre la zona TTS y los efectos del hidrógeno se confirma al observar una fuerte interrelación entre la extensión de la zona TTS y las tensiones residuales de compresión producidas en la pre-fisuración por fatiga de muestras fisuradas [59,60].

### 4.2. Importancia de la tensión hidrostática

Para estudiar la influencia de esta variable, se realizaron análisis tensionales por elementos finitos en régimen elasto-plástico, para las cuatro geometrías entalladas en estudio. La Fig. 2 muestra las distribuciones-tipo de tensión hidrostática en las probetas entalladas: el punto en el cual la tensión hidrostática alcanza un máximo es una característica de la geometría y no depende del proceso de carga. En las geometrías A y C dicho punto está situado cerca del fondo de la entalla (superficie de la muestra), mientras que en las geometrías B y D se encuentra en el centro de la probeta.

En el análisis fractográfico [35] también se obtuvo que el valor de la profundidad TTS para ensayos cuasi-instantáneos es una cantidad distinta de cero y característica de la geometría, lo cual demuestra que la condición de contorno (9) se establece de forma prácticamente instantánea.

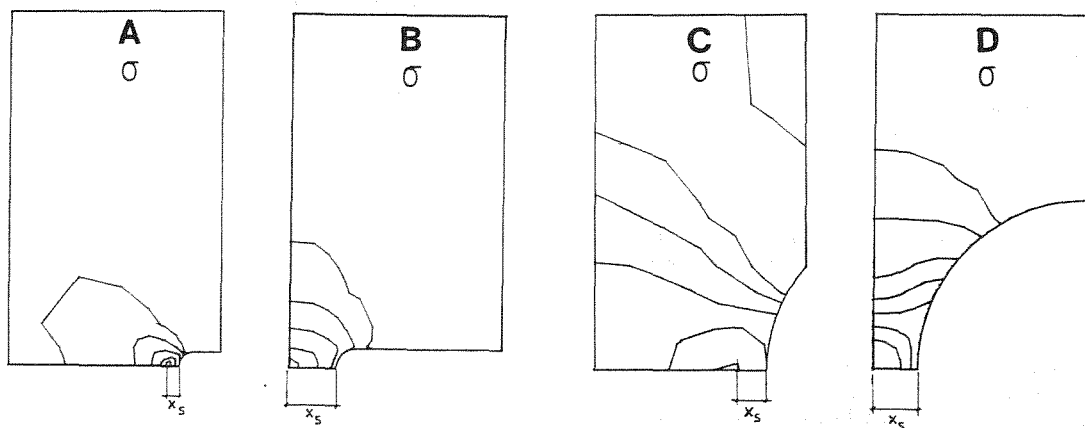
Por otra parte, el valor asintótico de la profundidad TTS para ensayos cuasi-estáticos coincide con  $x_s$ , profundidad del punto de máxima tensión hidrostática. La concentración de hidrógeno en estos ensayos es función unívoca de la tensión hidrostática en los puntos de la sección neta.

Con respecto a la influencia en la fractura de muestras entalladas de los niveles absolutos de tensión hidrostática en cada ensayo de fragilización, la Tabla 1 resume las características de cada ensayo, la carga de rotura, la profundidad TTS y los valores de la tensión hidrostática

**Tabla 1.** Niveles de tensión hidrostática en los ensayos de fragilización por hidrógeno, calculados en el instante de fractura

Geometría	$\dot{u}$ (m/s)	$t_c$ (s)	$F_R/F_0$	$x_{TTS}$ (mm)	$\sigma_\Gamma$ (MPa)	$\exp\left(\frac{V^*\sigma_\Gamma}{RT}\right)$	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\exp\left(\frac{V^*\sigma_{max}}{RT}\right)$
A	4.79x10 <sup>-7</sup>	555	0.79	0.10	728	1.83	917	2.14
A	4.81x10 <sup>-7</sup>	570	0.80	0.10	735	1.84	922	2.15
A	1.82x10 <sup>-7</sup>	1365	0.77	0.15	708	1.80	894	2.10
A	3.68x10 <sup>-8</sup>	5370	0.70	0.30	667	1.74	817	1.97
A	3.96x10 <sup>-9</sup>	39960	0.63	0.34	632	1.69	735	1.84
A	3.26x10 <sup>-9</sup>	48600	0.63	0.34	632	1.69	735	1.84
B	1.00x10 <sup>-7</sup>	720	0.86	0.10	603	1.65	1147	2.59
B	1.03x10 <sup>-7</sup>	780	0.90	0.15	618	1.67	1228	2.77
B	1.02x10 <sup>-8</sup>	5760	0.79	0.25	574	1.61	1004	2.30
B	8.70x10 <sup>-9</sup>	7380	0.82	0.21	581	1.62	1067	2.42
B	6.90x10 <sup>-9</sup>	8520	0.79	0.27	574	1.61	1004	2.30
B	6.23x10 <sup>-9</sup>	11160	0.85	0.30	596	1.64	1118	2.53
B	6.02x10 <sup>-10</sup>	75600	0.69	0.60	536	1.56	835	2.00
B	1.87x10 <sup>-10</sup>	143040	0.48	0.93	456	1.46	559	1.59
B	1.12x10 <sup>-10</sup>	262800	0.52	1.00	464	1.47	603	1.65
C	1.83x10 <sup>-6</sup>	516	0.91	0.40	566	1.60	625	1.68
C	9.71x10 <sup>-7</sup>	972	0.91	0.45	566	1.60	625	1.68
C	3.45x10 <sup>-7</sup>	2295	0.87	0.40	543	1.57	596	1.64
C	1.54x10 <sup>-7</sup>	4500	0.84	0.55	528	1.55	574	1.61
C	6.67x10 <sup>-8</sup>	7560	0.77	0.55	489	1.50	528	1.55
C	5.47x10 <sup>-8</sup>	8340	0.75	0.50	480	1.49	512	1.53
C	5.85x10 <sup>-9</sup>	68400	0.72	0.85	456	1.46	497	1.51
C	5.33x10 <sup>-9</sup>	75000	0.72	0.75	456	1.46	497	1.51
D	2.13x10 <sup>-7</sup>	660	0.91	0.10	379	1.37	589	1.63
D	2.06x10 <sup>-7</sup>	780	0.95	0.21	397	1.39	611	1.66
D	4.55x10 <sup>-8</sup>	3240	0.92	0.33	388	1.38	596	1.64
D	2.45x10 <sup>-8</sup>	6300	0.93	0.41	388	1.38	603	1.65
D	1.49x10 <sup>-8</sup>	9000	0.90	0.60	379	1.37	581	1.62
D	1.35x10 <sup>-8</sup>	9420	0.88	0.50	370	1.36	574	1.61
D	6.98x10 <sup>-10</sup>	182400	0.88	1.15	370	1.36	574	1.61
D	3.93x10 <sup>-10</sup>	324000	0.88	1.20	370	1.36	574	1.61

$\dot{u}$ : velocidad de desplazamiento  
 $t_c$ : tiempo hasta rotura o tiempo crítico  
 $F_R/F_0$ : carga de rotura en hidrógeno/carga de rotura en aire  
 $x_{TTS}$ : profundidad de la zona TTS  
 $\sigma_\Gamma$ : tensión hidrostática en el contorno (instante de fractura)  
 $\sigma_{max}$ : tensión hidrostática máxima (instante de fractura)  
 $V^* = 2 \text{ cm}^3/\text{mol}$  [2]  
 $T = 290 \text{ K}$



**Fig. 2.** Distribuciones-tipo de tensión hidrostática en las probetas entalladas:  $x_s$  representa la profundidad del punto en el cual la tensión hidrostática es máxima, que es una característica de la geometría y no depende del proceso de carga (Resultados del análisis por elementos finitos).

máxima y en el contorno alcanzados en el instante de fractura. También se dan los valores de los factores  $\exp(V*\sigma/RT)$  de la ecuaciones (9) y (10). Estos factores de multiplicación alcanzan valores comprendidos entre 1.36 y 2.77, lo que demuestra el efecto potenciador de la tensión hidrostática en la difusión de hidrógeno. Sin embargo, puesto que los niveles de tensión hidrostática cambian al incrementar la carga sobre la probeta, es muy difícil correlacionar dichos valores con la carga de rotura.

Una primera aproximación al problema consistiría en analizar el papel de la tensión hidrostática en el contorno sobre la carga de rotura en ensayos cuasi-instantáneos. Puesto que en estos ensayos no hay tiempo para que se produzca difusión de hidrógeno hacia los puntos del interior, el valor de  $\sigma$  en el contorno debería ser relevante, al influir en la concentración de hidrógeno adsorbido en la superficie de la muestra, de acuerdo con la ecuación (9). La Fig. 3 representa la carga de rotura en ambiente de hidrógeno (dividida por la carga de rotura en aire) para los ensayos cuasi-instantáneos de cada geometría, en función de la tensión hidrostática en el contorno (en forma exponencial adimensional) calculada en el instante de fractura. Existe una dependencia monótona decreciente entre la carga de rotura en ensayos cuasi-instantáneos y la tensión hidrostática en el contorno en el instante de fractura, lo que permite una cuantificación de la influencia de dicha tensión en el ingreso de hidrógeno.

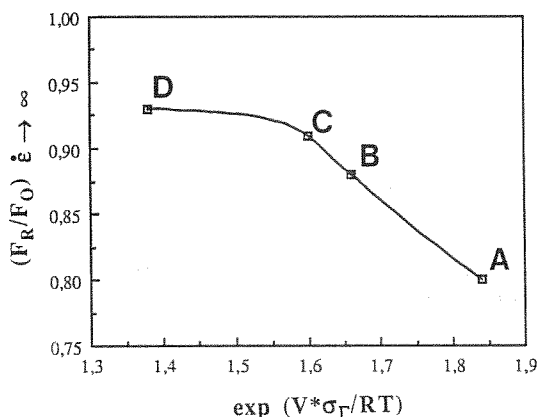


Fig. 3. Relación entre el valor asintótico de la carga de rotura en ambiente de hidrógeno para ensayos cuasi-instantáneos y la tensión hidrostática en el contorno, calculada en el instante de fractura.

Otra aproximación consiste en estudiar la influencia de la tensión hidrostática máxima en la difusividad. De acuerdo con la ecuación (10) y la Fig. 2,  $\sigma_{max}$  parece ser relevante en los ensayos cuasi-estáticos. Sin embargo, esta variable cambia durante el proceso de carga, haciendo difícil una estimación numérica simple. Resultaría entonces útil considerar otra variable relacionada con la anterior y que permaneciese constante a lo largo del ensayo. En este marco conceptual, la triaxialidad (cociente entre las tensiones hidrostática y equivalente) parece adecuada, pues varía muy poco con el proceso de carga. La Fig. 4 ofrece la distribución de triaxialidad en régimen elástico para las cuatro geometrías de entalla. Es posible definir un factor de triaxialidad T como el máximo valor de la triaxialidad en la muestra:

$$T = \text{Sup} \left( \frac{\sigma}{\bar{\sigma}} \right) \quad (11)$$

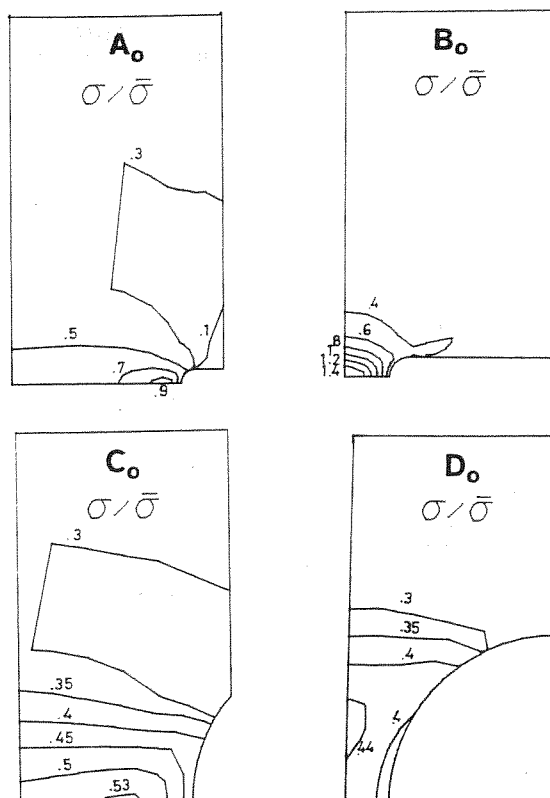


Fig. 4. Distribuciones de triaxialidad en las probetas entalladas (régimen elástico)

donde  $\sigma$  es la tensión hidrostática,  $\bar{\sigma}$  la tensión equivalente (en el sentido de Von Mises) y  $\Omega$  el dominio. El factor de triaxialidad T fue calculado partiendo de la distribución elástica, y los valores resultantes para las geometrías A, B, C y D fueron 0.9, 1.4, 0.5 y 0.4 respectivamente. La Fig. 5 ofrece la carga de fractura en los ensayos cuasi-estáticos en función del factor de triaxialidad de cada geometría. Se observa una dependencia monótona decreciente, enfatizando así el papel de la tensión hidrostática máxima en la difusión de hidrógeno.

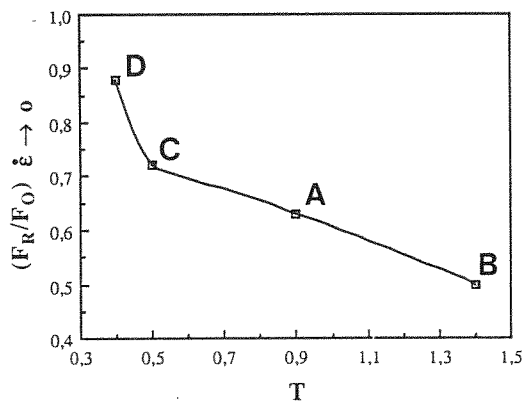


Fig. 5. Relación entre el valor asintótico de la carga de rotura en ambiente de hidrógeno para ensayos cuasi-estáticos y el factor de triaxialidad (máximo valor de la triaxialidad en la muestra, característico de la geometría).

## 5. CONCLUSIONES

1. La tensión hidrostática juega un papel fundamental como aceleradora de la difusión de hidrógeno en muestras entalladas, tanto incrementando la concentración en el contorno como favoreciendo el flujo de hidrógeno asociado con gradientes de tensión.
2. La tensión hidrostática en el contorno controla la fractura en los ensayos cuasi-instantáneos, suficientemente rápidos para evitar penetración de hidrógeno hacia los puntos del interior. En este caso, el ataque ambiental se encuentra restringido al fondo de la entalla.
3. El factor de triaxialidad (máxima triaxialidad en la muestra) gobierna la fractura en los ensayos cuasi-estáticos, suficientemente lentos para permitir alcanzar la solución estacionaria. En este caso, el efecto ambiental depende de la difusión de hidrógeno hacia los puntos de máxima tensión hidrostática.
4. Las consideraciones anteriores permiten estudiar el efecto fragilizador del hidrógeno en los dos casos límites de ensayos cuasi-estático y cuasi-instantáneo, a partir únicamente de un análisis tensional por elementos finitos, en régimen elasto-plástico, sin necesidad de calcular la evolución de la concentración de hidrógeno en todo punto de la muestra y en cualquier instante.

**Agradecimientos**

Este trabajo fue financiado por la CICYT mediante la subvención MAT91-0113-CE. Los autores desean expresar su agradecimiento a la Dra. A.M. Lancha (CIEMAT) por la microscopía electrónica de barrido, y al Sr. J. Monar (Nueva Montaña Quijano) por la cesión del acero.

**REFERENCIAS**

1. Parkins, R.N., Elices, M., Sánchez, V. y Caballero, L., *Corros. Sci.* **22**, 379 (1982).
2. Hirth, J.P., *Met. Trans.* **11A**, 861 (1980).
3. Johnson, H.H., Morlet, J.G., y Troiano, A.R. *Trans. Met. Soc. AIME* **212**, 528 (1958).
4. Troiano, A.R., *Trans. ASM* **52**, 54 (1960).
5. Gerberich, W.W., Chen, Y.T. y St. John, C., *Met. Trans.* **6A**, 1485 (1975).
6. Gerberich, W.W., Livne, T., Chen, X.F. y Kaczorowski, M., *Met. Trans.* **19A**, 1319 (1988).
7. Van Leeuwen, H.P., *Eng. Fract. Mech.* **9**, 291 (1977).
8. Van Leeuwen, H.P., *Eng. Fract. Mech.* **6**, 141 (1974).
9. Astiz, M.A., "Computational Methods for Non Linear Problems", p. 271, Pineridge Press, Swansea, 1987.
10. Hwang, C., Bernstein, I.M., *Acta Met.* **34**, 1001 (1986).
11. Hwang, C., Bernstein, I.M., *Acta Met.* **34**, 1011 (1986).
12. Tien, J.K., Thompson, A.W., Bernstein, I.M. y Richards, R.J., *Met. Trans.* **7A**, 821 (1976).
13. Johnson, H., Hirth, J.P., *Met. Trans.* **7A**, 1543 (1976).
14. Nair, S.V., Jensen, R.R. y Tien, J.K., *Met. Trans.* **14A**, 385 (1983).
15. West, A., Louthan, M., *Met. Trans.* **10A**, 1675 (1979).
16. West, A., Louthan, M., *Met. Trans.* **13A**, 2049 (1982).
17. Zakroczymski, T., *Corrosion* **41**, 485 (1985).
18. Hashimoto, M. y Latanision, R.M., *Met. Trans.* **19A**, 2789 (1988).
19. Hirth, J.P., Carnahan, B., *Acta Met.* **26**, 1795 (1978).
20. Brotzen, F.R., Seeger, A., *Acta Met.* **37**, 2985 (1989).
21. Ochiai, S., Yoshinaga, S. y Kikuta, Y., *Transactions ISIJ* **15**, 503 (1975).
22. Kikuta, Y., Ochiai, S. y Kangawa, T., Proc. 2nd. Int. Cong. on Hydrogen in Metals, Paris 1977, Paper 3F<sub>1</sub>.
23. Oriani, R.A., *Acta Met.* **18**, 147 (1970).
24. Bockris, J. O'M. y Subramanyan, P.K., *J. Electr. Soc.* **118**, 1114 (1971).
25. Pressouyre, G.M. y Bernstein, I.M., *Met. Trans.* **9A**, 1571 (1978).
26. Pressouyre, G.M., *Met. Trans.* **10A**, 1571 (1979).
27. Pressouyre, G.M. y Bernstein, I.M., *Acta Met.* **27**, 89 (1979).
28. Pressouyre, G.M., *Acta Met.* **28**, 895 (1980).
29. Pressouyre, G.M. y Bernstein, I.M., *Met. Trans.* **12A**, 835 (1981).
30. Iino, M., *Acta Met.* **30**, 367 (1982).
31. Iino, M., *Acta Met.* **30**, 377 (1982).
32. Iino, M., *Met. Trans.* **16A**, 401 (1985).
33. Pound, B.G., *Corrosion* **45**, 18 (1989).
34. Toribio, J., Tesis Doctoral, U. P. M. (1987).
35. Toribio, J., Lancha, A.M. y Elices, M., *Anales de Mecánica de la Fractura* **7**, 170-177 (1990).
36. Sánchez-Gálvez, V., Caballero, L. y Elices, M., *ASTM STP* **866**, p. 428 (ASTM, Philadelphia, 1985).
37. Burnell, G., Hardie, D. y Parkins, R.N., *Br. Corros. J.* **22**, 229 (1987).
38. Kim, C.D. y Wilde, B.E., *ASTM STP* **665**, p. 97 (ASTM, Philadelphia, 1979).
39. Hinton, B.R.W. y Proctor, R.P.M. *Corros. Sci.* **23**, 101 (1983).
40. Hashimoto, M. y Latanision, R.M., *Met. Trans.* **19A**, 2799 (1988).
41. Park, Y.J. y Bernstein, I.M., Proc. 4th. Int. Conf. on Fracture - ICF4, p. 33, Waterloo, 1977.
42. Park, Y.J. y Bernstein, I.M., *Met. Trans.* **10A**, 1653 (1979).
43. Lewandowski, J.J. y Thompson, A.W., *Met. Trans.* **17A**, 461 (1986).
44. Lewandowski, J.J. y Thompson, A.W., "Advances in Fracture Research - ICF6", p. 1515 (Pergamon, 1984).
45. Lewandowski, J.J. y Thompson, A.W., *Met. Trans.* **17A**, 1769 (1986).
46. Lewandowski, J.J. y Thompson, A.W., *Acta Met.* **35**, 1453 (1987).
47. Dollar, M., Bernstein, I.M. y Thompson, A.W., *Acta Met.* **36**, 311 (1988).
48. Nakase, K. y Bernstein, I.M., *Met. Trans.* **19A**, 2819 (1988).
49. Alexander, D.J. y Bernstein, I.M., *Met. Trans.* **20A**, 2321 (1989).
50. Fontaine, A. y Jeunehomme, S., "Failure Analysis. Theory and Practice - ECF7", p. 1267 (EMAS, 1988).
51. Fontaine, A. y Jeunehomme, S., "Advances in Fracture Research - ICF7", p. 3865, (Pergamon, 1989).
52. Lewandowski, J.J. y Thompson, A.W., "Fracture Control of Engineering Structures - ECF6", p.1985 (EMAS, 1986).
53. Thompson, A.W. y Chesnutt, J.C., *Met. Trans.* **10A**, 1193 (1979).
54. Costa, J.B. y Thompson, A.W., *Met. Trans.* **13A**, 1315 (1982).
55. Toribio, J., Lancha, A.M. y Elices, M., *Mater. Sci. Eng.* **A145**, 167 (1991).
56. Keefe, P.W., Nair, S.V. y Tien, J.K., *Met. Trans.* **15A**, 1865 (1984).
57. Nair, S.V. y Tien, J.K., *Met. Trans.* **16A**, 2333 (1985).
58. Lancha, A.M., Tesis Doctoral, U.C.M. (1987).
59. Lancha, A.M. y Elices, M., Proc. CORROSION/88, p. 95, St. Louis, March 1988.
60. Lancha, A.M. y Elices, M., "Failure Analysis. Theory and Practice - ECF7", p. 961, (EMAS, 1988).

## ESTUDIO COMPARATIVO DE METODOS ELASTO-PLASTICOS DE CALCULO DE ESTRUCTURAS AGRIETADAS

I. Gorrochategui, F. Gutiérrez-Solana, J.M. Varona

Departamento de Ciencias e Ingeniería de la Tierra, el Terreno y los Materiales.  
E. T. S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria.

**Resumen.** En el presente trabajo se hace un estudio comparativo entre dos métodos distintos de cálculo de estructuras agrietadas. El primero de ellos, propuesto por el Electric Power Research Institute, se compara con el conocido R6 (3ª revisión) propuesto por el Central Electricity Generating Board. El estudio se hace en base a la resolución de un caso sencillo de una tubería fisurada, con material extraído de un sistema en uso, que previamente hubo de ser caracterizado. Finalmente, los resultados aquí obtenidos se comparan con catálogos usados en la actualidad para el diseño de sistemas de tuberías.

**Abstract.** In this work, a comparative analysis between two different methods of assessment of cracked components has been carried out. The first one, proposed by the Electric Power Research Institute, is compared with the well-known R6 (3rd revision) proposed by the Central Electricity Generating Board. This study has been carried out through the resolution of a simple example of a cracked pipe extracted from an in-service system, whose material was previously characterized. Finally, the results herein obtained are compared with currently used tables for piping systems design.

### 1. INTRODUCCION

Los aceros inoxidables austeníticos empleados en los sistemas de tuberías de reactores de agua ligera (LWR) se dividen en dos grupos en función de su tenacidad. En la primera categoría se incluyen materiales de alta tenacidad, como el material forjado y soldaduras con protección de gas. En la segunda categoría se incluyen soldaduras con protección de polvo tales como las de arco sumergido (SAW) y arco manual (MMA).

El cálculo de estructuras de los materiales de la primera categoría se realiza asumiendo el colapso plástico como mecanismo de fallo, deduciendo el tamaño de fisura admisible en base a análisis de carga límite. En los materiales de la segunda categoría se adopta el desgarro inestable como mecanismo de rotura y las longitudes de fisura admisible se calculan utilizando conceptos de mecánica de fractura elasto-plástica.

El Electric Power Research Institute (EPRI) propone un método de cálculo [1-2] para las situaciones elasto-plásticas basado en la integral J y tomando como parámetros del material su curva R y su comportamiento en tracción uniaxial. Esta misma institución, EPRI, en base a parámetros típicos de los distintos materiales analizados, concluye con la propuesta de valores de la carga crítica en relación con aquélla que produciría el colapso plástico.

El objeto de este trabajo es determinar dichos valores en un caso real, con material extraído de un sistema en uso, y contrastarlos con los obtenidos por otros métodos de cálculo. Para ello, primeramente se ha tenido que caracterizar el material de forma que los parámetros obtenidos fueran los datos de entrada del método de cálculo aplicado.

### 2. METODOS DE CALCULO

De la diversidad de métodos existentes en la actualidad para el cálculo de estructuras agrietadas en régimen elasto-plástico se han elegido dos para poder así contrastar resultados obtenidos por distintos procedimientos.

El primero de ellos es el descrito en la referencia [2] y es el utilizado en el cálculo de los valores a validar aportados por el documento de partida [1], método EPRI.

El otro método aplicado es posiblemente el más reconocido a nivel internacional por su sencillez y su conservadurismo, habiendo sido ampliamente contrastado experimentalmente. Es el propuesto por Central Electricity Generating Board bajo la denominación R6, que se encuentra en la actualidad en su tercera revisión [3].

En ambos casos se ha trabajado en base a diagramas de fallo (Failure Assessment Diagram, FAD): representación biparamétrica de la situación crítica en variables adimensionales definidas a partir de la carga y del factor de intensidad de tensiones aplicados.

A continuación se hace una somera descripción de cada uno de los métodos de cálculo utilizados.

#### 2.1 Método EPRI

Este método es el descrito en la referencia [2] y es válido para materiales que siguen una ley de Ramberg-Osgood en tracción uniaxial:

$$\epsilon/\epsilon_0 = \sigma/\sigma_0 + \alpha (\sigma/\sigma_0)^n \quad (1)$$

En estas condiciones, la integral J aplicada a un componente,  $J_{app}$ , se evalúa como suma de las componentes elástica y plástica:

$$J_{app} = J_e + J_p \quad (2)$$

donde  $J_e$  y  $J_p$  valen:

$$J_e = K_I^2 (a_e)/E' \quad (3)$$

$$J_p = \alpha \cdot \sigma_o \cdot \epsilon_o \cdot c \cdot (a/b) \cdot h_1 \cdot [P/P_o]^{n+1} \quad (4)$$

Siendo  $a_e$  la longitud de fisura efectiva con corrección de Irwin;  $E'$  el módulo de elasticidad ( $E$  en tensión plana y  $E/(1-\nu^2)$  en deformación plana);  $a$ ,  $b$  y  $c$  factores geométricos del componente; y  $P$  el valor de la carga aplicada.

Las funciones  $K_I$  y  $P_o$  definen el factor de intensidad de tensiones aplicado y la carga límite del componente basada en  $\sigma_o$  respectivamente, y se encuentran tabuladas en la bibliografía [2,4-6].

La función  $h_1$  depende de la geometría del componente y del coeficiente de endurecimiento del material y se encuentra tabulada para un número limitado de casos [2,4].

De la observación de las expresiones (3) y (4) y puesto que  $K_I$  depende de forma lineal de la carga aplicada  $P$ , la expresión (2) de  $J_{app}$  se puede reescribir de la forma:

$$J = \hat{J}(a_e) \cdot (P/P_o)^2 + \hat{J}(a, n) \cdot (P/P_o)^{n+1} \quad (5)$$

Las coordenadas que intervienen en el diagrama de fallo se definen de la forma siguiente:

$$S_r = P/P_o$$

$$K_r = K_I(a,P)/K_R(\Delta a) \quad (6)$$

$$J_r = J_e(a,P)/J_R(\Delta a)$$

donde  $J_e(a,P)$  se puede expresar como:

$$J_e(a, P) = \bar{J}(a) \cdot (P/P_o)^2 \quad (7)$$

y  $J_R(\Delta a)$  es la curva R propia del material.

Finalmente, si se establece la condición de equilibrio por la ecuación:

$$J_{app} = J_R(\Delta a) \quad (8)$$

operando con las expresiones (5), (6) y (7) se llega a:

$$J_r = K_r^2 = \frac{S_r^2}{H_e \cdot S_r^2 + H_n \cdot S_r^{n+1}} \quad (9)$$

donde  $H_e$  y  $H_n$  se definen mediante las expresiones:

$$H_e = \frac{\hat{J}(a_e)}{\bar{J}(a)} \quad H_n = \frac{\hat{J}(a, n)}{\bar{J}(a)} \quad (10)$$

La igualdad  $J_r = K_r^2$  se cumple únicamente en procesos de crecimiento de fisuras controladas por la integral J.

La expresión (9) define el diagrama de fallo buscado en función de las coordenadas  $S_r$  y  $K_r$  (6).

Los parámetros del material necesarios para la aplicación del método son su curva de comportamiento en tracción uniaxial (1) y su curva R basada en la integral J (6).

### 2. 2 Método R6

El método R6 es un método convencional de cálculo de estructuras agrietadas y por lo tanto pretende ser objetivo, simple de aplicación y ampliamente contrastado.

El método de evaluación de rotura se basa como en el caso anterior en diagramas tipo FAD. Este procedimiento ofrece tres posibilidades de elección de FAD en función de las posibilidades de cálculo y la precisión requerida:

- ° Opción 3: Requiere el conocimiento de la  $J_{app}$  en la estructura y es por lo tanto equivalente al método EPRI.
- ° Opción 2: Obtiene el FAD a partir de la curva de tracción uniaxial completa del material, eliminando así los problemas de falta de ajuste a una ley del tipo Ramberg-Osgood.
- ° Opción 1: Es una envolvente inferior de los FAD obtenidos según la Opción 2 para distintos tipos de aceros.

En el presente trabajo se ha adoptado la Opción 1 para obtener un FAD de cálculo:

$$K_r = (1 - 0.14 S_r^2) [0.3 + 0.7 \exp(-0.65 S_r^6)] \quad (11)$$

Tanto la definición de las coordenadas  $K_r$  y  $S_r$  como los parámetros del material son los mismos que en el caso anterior.

### 3. CASO ESTUDIADO

La definición geométrica y estructural del componente a analizar se ha realizado en virtud al material disponible y a la adopción de valores típicos comparables con los aportados en la referencia [1].

Así, el problema estudiado ha sido el de una tubería de acero inoxidable con una soldadura MMA a lo largo de su circunferencia conteniendo una grieta pasante transversal sometida a flexión pura M.

El radio medio de la tubería es  $R = 595$  mm y su espesor  $t = 30$ mm.

La longitud de la grieta se define a través del ángulo  $\gamma$ , cumpliéndose:

$$\begin{aligned} 2a &= 2\gamma R && \text{longitud de grieta} \\ 2b &= 2\pi R && \text{perímetro de la tubería} \\ 2c &= 2(b-a) && \text{longitud de ligamento} \end{aligned} \quad (12)$$

El material de aportación de la soldadura viene definido química, metalográfica y mecánicamente en la referencia [7].

Además de los ensayos contenidos en dicha referencia, posteriormente se realizaron ensayos de tracción a 280°C y ensayos de curva R con probetas de mayor tamaño a temperatura ambiente. Estos últimos proporcionaron valores de tenacidad superiores a los anteriores y por lo tanto se adoptaron los primeros, más conservadores, para el cálculo.

En las Tablas 1 y 2 se resumen las características mecánicas del material objeto de estudio así como las aportadas en la referencia [1] para el mismo tipo de materiales.

Tabla 1 Resultados ensayos tracción

	Tª amb. (*)	280 °C (*)	Ref (1)/280°C
E (GPa)	201.2	181	172.25
$\sigma_y$ (MPa)	441.5	353	340.4
$\sigma_u$ (MPa)	698.2	488.7	423
n	3.39	6.49	9.8
$\alpha$	10.914	2.902	9

(\*) Material de este trabajo

$$\sigma_0 = \sigma_y$$

$$\epsilon_0 = \sigma_0/E$$

Tabla 2 Resultados curva R

	Tª amb. (*)	280 °C (*)	Ref (1)/280°C
$J_{IC}$ (kJ/m)	230.5 (b)	256.8 (b)	173
$J_R(\Delta a)$ (a)	511.39 $\Delta a^{0.6363}$	511.39 $\Delta a^{0.6363}$	-

(\*) Material de este trabajo

(a) J en kJ/m ;  $\Delta a$  en mm

(b)  $J_{IC} = J_{0.2/BL}$  según EGF P1-90 [8]

Los valores de  $J_{IC}$  son distintos a temperatura ambiente y a 280°C a pesar de tener la misma curva R, debido a la distinta pendiente de la línea de enromamiento.

#### 4. RESULTADOS

El objetivo del trabajo es, según se definió anteriormente, el cálculo de la carga que produciría el fallo de la tubería definida en el apartado anterior. Se han adoptado dos criterios de fallo:

- inicio de la propagación de fisuras.
- carga máxima soportada por la tubería.

Esta última condición es equivalente a la de inestabilidad en situaciones de control de carga.

A continuación se define la metodología empleada y los resultados obtenidos según cada uno de los procedimientos de cálculo utilizados.

##### 4.1. Método EPRI

El primer paso es lógicamente la definición de los FAD a utilizar en cada caso. En este método, el FAD depende de los parámetros del material en tracción uniaxial y de la longitud de fisura.

En las figuras 1, 2 y 3 se representan distintos tipos de FAD obtenidos en función de la longitud de fisura, a/b, y de la temperatura de trabajo del material, ambiente o 280°C.

En las figuras 1 y 2 se aprecia como según crece el tamaño de fisura, de igual forma lo hace la ordenada del FAD, lo cual permite mayor número de combinaciones de puntos ( $S_r, K_L$ ), siendo por lo tanto una condición menos exigente. Según este razonamiento, la adopción del diagrama de fallo correspondiente a la longitud de fisura inicial está del lado de la seguridad considerando que el proceso de desgarro únicamente puede inducir mayores valores de grieta, nunca inferiores. En cualquier caso, para valores no excesivamente grandes de crecimiento, el método se considera suficientemente exacto, dada la proximidad de los diferentes FAD.

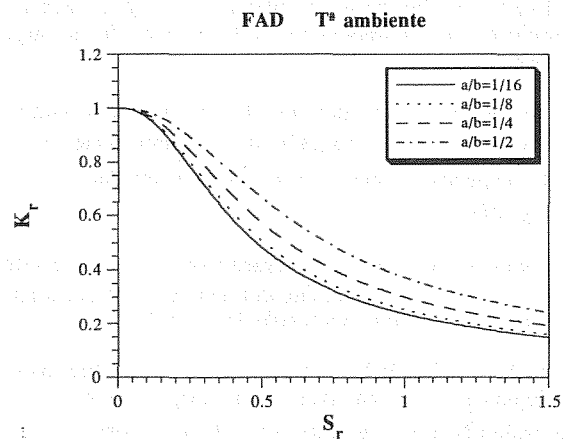


Fig. 1. Diagramas de fallo calculados por el método EPRI para distintas longitudes de fisura y para el material caracterizado a temperatura ambiente.

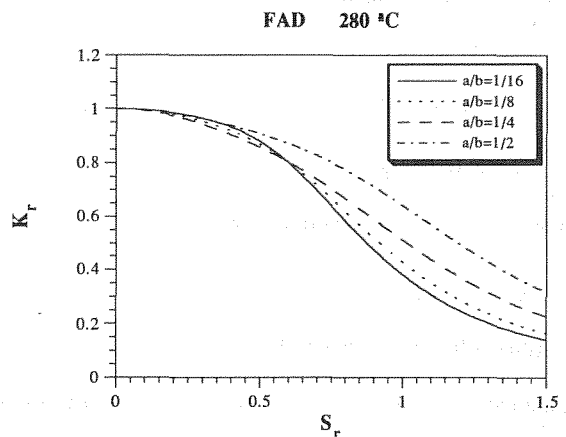


Fig. 2. Diagramas de fallo calculados por el método EPRI para distintas longitudes de fisura y para el material caracterizado a 280°C.

En la figura 3 se muestra, a modo de ejemplo, la diferencia de FAD según se adopten los parámetros del material a temperatura ambiente o a 280°C.

El cálculo de la carga a la cual se inicia el desgarro se realiza en base a la consideración de que el crecimiento de la grieta sea igual a aquél que presenta un valor  $J_R(\Delta a) = J_{IC}$ . Dicho crecimiento resulta ser de 0.2589 mm a temperatura ambiente y 0.3387 mm a 280°C (Tabla 2 y referencia [7]).

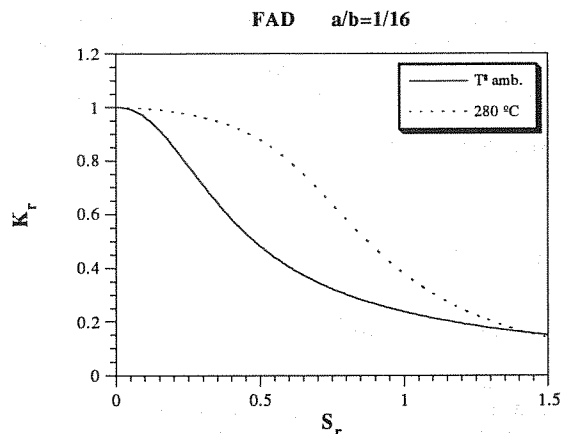


Fig. 3. Diagramas de fallo calculados por el método EPRI para una misma longitud de fisura pero distintos parámetros del material.

La carga máxima es aquella bajo la cual se cumple la condición de tangencia entre el FAD y la curva definida por el lugar geométrico de los puntos que se obtienen para un valor constante de la carga aplicada en el espacio ( $S_r, K_r$ ).

En la figura 4 se resume el método de cálculo en un caso concreto, para  $a/b= 1/4$  y una temperatura de 280°C.

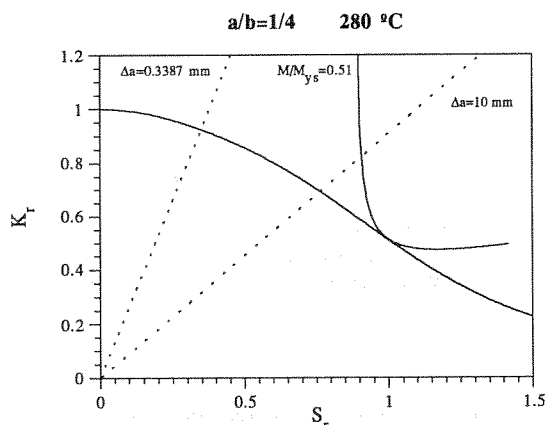


Fig. 4. Cálculo de la carga de iniciación del desgarro y de la carga máxima por el método EPRI en un caso concreto.

La abscisa del punto de intersección entre la recta correspondiente a un  $\Delta a$  de 0.3387 mm y el FAD define la carga de iniciación del desgarro:

$$M_i = S_r \cdot M_o \tag{13}$$

siendo

$$M_o = 4 \cdot \sigma_y \cdot R^2 \cdot t [\cos \gamma/2 - (1/2) \text{sen } \gamma] \tag{14}$$

donde  $\sigma_y$  es el límite elástico del material.

De igual forma en la figura 4 se aprecia como la curva  $M/M_{ys} = 0.51$  es tangente al FAD, siendo por lo tanto ésta la máxima carga que la tubería puede soportar, con  $M_{ys}$  definido por:

$$M_{ys} = 4 \cdot \sigma_y \cdot R^2 \cdot t \tag{15}$$

Asimismo en la figura 4 se podría calcular la longitud que la fisura presentaría bajo condiciones de carga máxima. En este caso y puesto que  $\Delta a > 10$  mm no se considera representativo, al requerir una extrapolación muy lejana respecto a los puntos de la curva R calculados con las probetas de laboratorio.

En la Tabla 3 se resumen los valores obtenidos en función de la longitud inicial de grieta y de la temperatura de caracterización.

Tabla 3 Carga iniciación desgarro y carga máxima calculadas por método EPRI

	a/b	$M_{max}/M_{ys}$	$M_i/M_o$	$M_{max}/M_L$	$M_i/M_L$
Tª amb.	1/16	0.68	0.37	0.59	0.29
Tª amb.	1/8	0.53	0.30	0.52	0.23
Tª amb.	1/4	0.36	0.25	0.49	0.19
280 °C	1/16	0.90	0.62	0.84	0.52
280 °C	1/8	0.74	0.47	0.79	0.39
280 °C	1/4	0.51	0.35	0.75	0.29

$M_L$  momento colapso plástico

$$M_L = 4 \sigma_f R^2 t [\cos(\gamma/2) - (1/2)\text{sen}\gamma]$$

$$\sigma_f = (\sigma_y + \sigma_u)/2$$

#### 4.2. Método R6

La forma de trabajo en este caso es equivalente a la anterior con la salvedad de que el FAD tiene una definición única para todas las situaciones.

Las figuras 5 y 6 representan dos ejemplos típicos. En la figura 5 se evalúa  $M_i$  según la intersección de las rectas correspondientes a un  $\Delta a$  de 0.2589 mm ( $J_R (\Delta a) = J_{IC}$ ) con el FAD para distintos valores de longitud de fisura. En la figura 6 se aprecia el cálculo de la carga máxima.

En la Tabla 4 se resumen los valores obtenidos por este método.

Tabla 4 Carga iniciación desgarro y carga máxima calculadas por método R6

	a/b	$M_{max}/M_{ys}$	$M_i/M_o$	$M_{max}/M_L$	$M_i/M_L$
Tª amb.	1/16	0.95	0.57	0.82	0.44
Tª amb.	1/8	0.77	0.40	0.76	0.31
Tª amb.	1/4	0.50	0.29	0.68	0.22
280 °C	1/16	0.98	0.70	0.92	0.59
280 °C	1/8	0.80	0.50	0.85	0.42
280 °C	1/4	0.53	0.37	0.78	0.31

#### 5. DISCUSION

Como punto inicial en la discusión de los valores aquí calculados, en la Tabla 5 se aportan los valores referenciados en [1] para el mismo tipo de situación analizada.

En la Tabla 6 se agrupan de forma comparativa todos los resultados, tomando como referencia los calculados por el método EPRI.



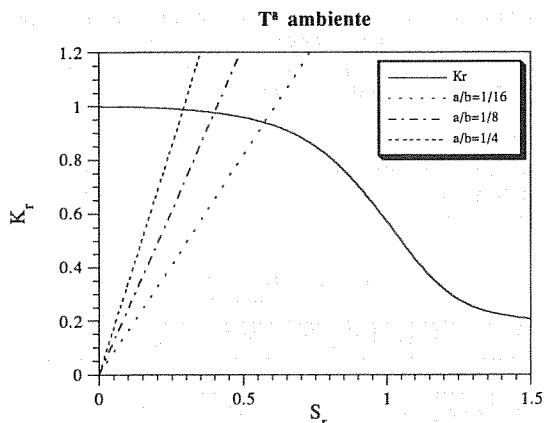


Fig. 5. Cálculo de la carga de iniciación del desgarro por el método R6.

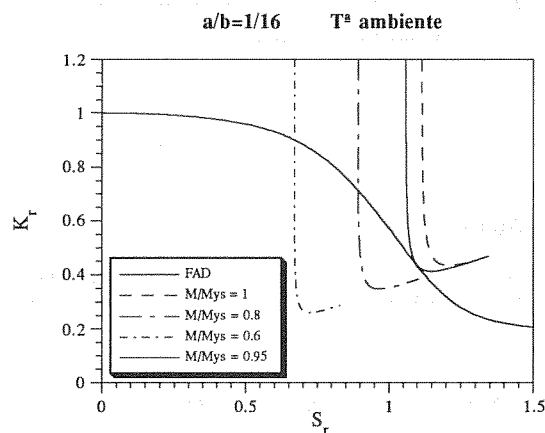


Fig. 6. Cálculo de la carga máxima por el método R6.

La observación de las Tablas 3 y 4 refleja cómo la carga máxima soportada por la tubería es de 2 a 3 veces superior a aquella que inicia el desgarro sea cual sea el método de cálculo. Esta ganancia expresa el beneficio que se conseguiría si se diseñaran este tipo de estructuras permitiendo el desgarro de las grietas frente a la situación de inicio de propagación.

Los valores, tanto de \$M\_i\$ como \$M\_{m\acute{a}x}\$, obtenidos con el método EPRI son significativamente inferiores a los calculados por el método R6, especialmente para la caracterización del material a temperatura ambiente. Este hecho supone una cierta sorpresa puesto que la Opción 1 de FAD adoptado en el método R6 se ha demostrado conservador en un gran número de casos con los que se ha contrastado. Una posible explicación es la gran importancia del ajuste de la curva de tracción uniaxial a la ley del tipo Ramberg-Osgood, donde pequeñas variaciones en el valor de \$n\$ inducen grandes variaciones en \$J\_{app}\$, y por tanto, dependiendo de los puntos en que se base el ajuste, se pueden obtener FAD ostensiblemente distintos.

Los tres diferentes valores de carga máxima calculados para el material caracterizado a 280°C presentan una dispersión en torno al 10% sobre el valor medio, siendo los mayores los calculados por el método R6 y los menores, y por tanto los más conservadores, los referenciados en [1].

6. CONCLUSIONES

La discusión precedente permite establecer, a modo de conclusiones, las siguientes consideraciones:

- Necesidad de caracterizar la tenacidad del material con mayor número de probetas de dimensiones superiores, que permitan, por un lado, agrandar los límites de validez de las curvas R obtenidas y, por otro, supongan menores extrapolaciones de dicha curva en la estimación de los valores de desgarro bajo carga máxima.
- Necesidad de un análisis de sensibilidad de los valores de \$n\$ y \$\alpha\$ (Ramberg-Osgood) en el cálculo de los valores de la carga máxima por el método EPRI.
- El método R6 es el que define los valores superiores de carga máxima a pesar de haber adoptado la opción más conservadora y de ser un método que al ser contrastado queda del lado de la seguridad.
- Los valores de carga máxima referenciados en [1] se muestran seguros respecto a los aquí calculados, sin representar sin embargo un exceso de conservadurismo. En consecuencia, parecen apropiados de cara al diseño en situaciones elasto-plásticas con el actual nivel de conocimiento.
- Como resumen de las anteriores conclusiones cabría comentar que las discrepancias observadas, según los distintos métodos, sugieren la necesidad de completar el análisis con otros que sirvan de contrastación a los aquí utilizados.

Tabla 5 Carga máxima según referencia [1]

	a/b	OD = 28 \$M_{max}/M_L\$	OD = 24 \$M_{max}/M_L\$
280 °C	1/16	0.72	0.75
280 °C	1/8	0.69	0.72
280 °C	1/4	0.63	0.66

OD diámetro exterior en pulgadas  
R=595 mm; t=30 mm; OD=610 mm=24"

Tabla 6 Resumen comparativo de resultados

	a/b	\$M_i\$ R6/EPRI	\$M_{max}\$ R6/EPRI	\$M_{max}\$ Ref [1]/EPRI
\$T^a\$ amb.	1/16	1.54	1.40	-
\$T^a\$ amb.	1/8	1.33	1.45	-
\$T^a\$ amb.	1/4	1.16	1.39	-
280 °C	1/16	1.13	1.09	0.89
280 °C	1/8	1.06	1.08	0.91
280 °C	1/4	1.06	1.04	0.88

## 7. REFERENCIAS

- [1] "Evaluation of flaws in austenitic piping". Draft Final Report, Prepared by Section XI Task Group for Piping Flaw Evaluation, October 1985.
- [2] V. Kumar, M.D. German y C.F. Shih. "An engineering approach for elastic-plastic fracture analysis", EPRI NP-1931, July 1981.
- [3] I. Milne, "The R6 method", The assessment of cracked components by Fracture Mechanics, EGF 4 (edited by L.H. Larsson), 1989, Mechanical Engineering Publications, London, pp. 233-261
- [4] V. Kumar et al. "Advances in elastic-plastic fracture analysis", EPRI NP-3607, August 1984.
- [5] H. Tada, P.C. Paris y G.R. Irwin. "The stress analysis handbook".
- [6] A.G. Miller. "Review of limit loads of structures containing defects". Int. J. Pres. Ves. and Piping 32 (1988) 197-327.
- [7] I. Gorrochategui, F. Gutiérrez-Solana y A. Valiente. "Factores de influencia en la tenacidad de soldaduras en elementos de acero inoxidable austenítico". Anales de Mecánica de la Fractura, 1991.
- [8] EGF P1-90, "EGF Recommendations for Determining the Fracture Resistance of Ductile Materials", European Group of Fracture, December 1989.

**INFLUENCE D'UN CHARGEMENT MAINTENU ET D'UNE FAIBLE VITESSE DE CHARGEMENT SUR LA RESISTANCE A LA DECHIRURE DUCTILE D'UN ACIER 16 MND5 (A508C13)**

P. Soulat CEA CEREM/DTM/SRMA - FRANCE

B. Houssin FRAMATOME - Dept. Matériaux - FRANCE

**Résumé.** L'objet de cette étude était d'évaluer une éventuelle dégradation des propriétés de ténacité dans les conditions de service avec divers facteurs tels que la vitesse de sollicitation et l'environnement en eau pressurisé. Pour cela, des essais sur éprouvettes CT avec maintien de charge et faible vitesse de sollicitation ont été menés à partir d'un acier 16 MND5 à haute teneur en soufre, dans le but d'obtenir un maximum de susceptibilité. Les résultats obtenus montrent que les déterminations usuelles dans l'air des courbes de résistance J- $\Delta a$  à vitesse de sollicitation plus élevée sont applicables à la ténacité, à l'initiation et à la résistance à la déchirure ductile dans les conditions de service.

**Abstract.** The purpose of this study was to evaluate the possible degradation of the fracture toughness parameters in PWR service conditions by various factors such as loading rate and pressurized hot water environment. For that, tests on CT specimens with sustained load and low loading rates were made on a SA 508C13 steel with high sulfur content, in the aim to have a maximum of susceptibility. The results show that the usual J-R curve determinations in air at higher loading rate are applicable to the crack initiation and propagation in service conditions.

## 1. INTRODUCTION

Les aciers de récipient à pression utilisés dans le circuit primaire des Réacteurs à Eau sous Pression (REP) présentent une ténacité qui décroît quand la température évolue de 100 à 200°C ou 250°C [1-4] jusqu'à un minimum, puis croît ensuite (fig.1)

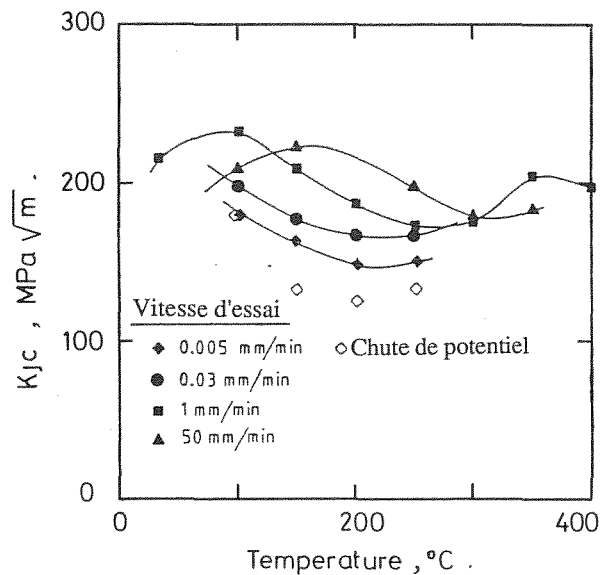


Fig.1 - Evolution de  $K_{Ic}$  avec la température pour différentes vitesses de sollicitation [1].

La position du minimum avec la température dépend de la vitesse de sollicitation, en relation avec le phénomène de vieillissement dynamique, la plus faible vitesse entraînant de surcroît une baisse de la ténacité. Un autre élément de réflexion est constitué par l'augmentation des vitesses de propagation de fissures.

Pour toutes ces raisons, il est possible d'envisager une influence d'une faible vitesse de sollicitation en environnement de REP sur la ténacité d'un acier à haute teneur en soufre.

## 2. INFLUENCE DE LA VITESSE DE SOLLICITATION ET DE LA TEMPERATURE SUR LES COURBES DE RESISTANCE J- $\Delta a$ .

Les essais ont été menés à différentes vitesses de sollicitations et températures avec des éprouvettes CT de 25 et 50 mm d'épaisseur, sur un acier 16MND5 ayant une teneur en soufre de 0,014 %, provenant d'une débouchure de virole du circuit primaire.

Les courbes de résistance J- $\Delta a$  ont été établies en utilisant la méthode de la complaisance. Pour des vitesses d'essais conventionnelles (0,4 à 1 mm/min),  $J_{Ic}$  décroît lorsque la température croît (Fig.2).

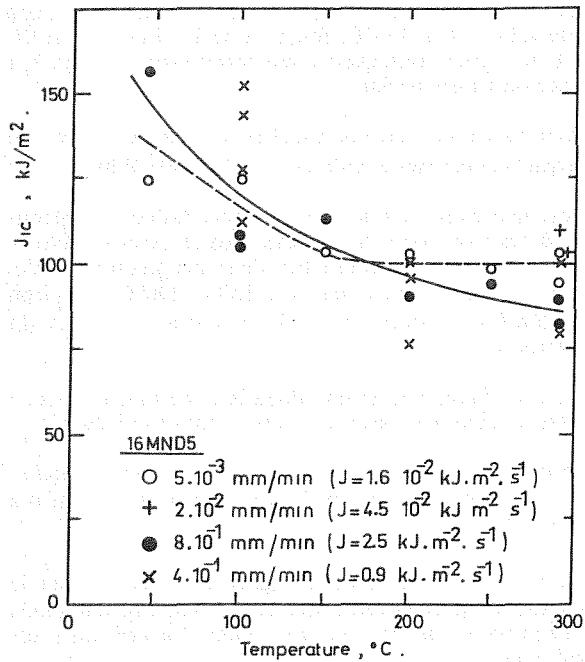


Fig.2 - Variation de  $J_{1c}$  avec la température et la vitesse de sollicitation.

Cependant pour des vitesses faibles de  $1,6$  et  $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  correspondant à des sollicitations transitoires en service, un effet bénéfique dû au vieillissement dynamique est observé. Pour ces faibles vitesses, la décroissance de  $J_{1c}$  avec la température est stoppée aux environs de  $150^\circ\text{C}$  puis se stabilise jusqu'à  $290^\circ\text{C}$ . Ceci est le résultat du vieillissement dynamique sur le comportement du matériau : la stabilisation de la limite d'élasticité,  $R_{p0.2}$ , et l'accroissement de la résistance à la rupture,  $R_m$ , compensent une faible décroissance de la ductilité. Ces résultats sont en bon accord avec ceux obtenus par AMAR [3] et PICKLES [4] mais sont en contradiction avec ceux de ÖSTENSSON qui obtenait une valeur minimum de  $J_{1c}$  pour la plus faible vitesse de sollicitation [1]

Une conséquence importante de ce travail est le fait que des valeurs de ténacité déterminées à partir des vitesses d'essais conventionnelles sont conservatives par rapport à des vitesses plus faibles. Le minimum de ténacité à l'initiation  $J_{1c}$  est obtenu à des températures proches de celles en service ( $250\text{-}290^\circ\text{C}$ ).

La résistance à la déchirure ductile  $dJ/da$  décroît jusque vers  $150^\circ\text{C}$  puis reste constante avec une valeur moyenne d'environ  $55\text{MPa}$  (fig.3).

L'évolution modérée de  $dJ/da$  que l'on peut observer est sans doute en relation avec la basse valeur initiale du module de déchirement. Avec la dispersion des résultats obtenus il est impossible de démontrer aucun effet de la vitesse de sollicitation.

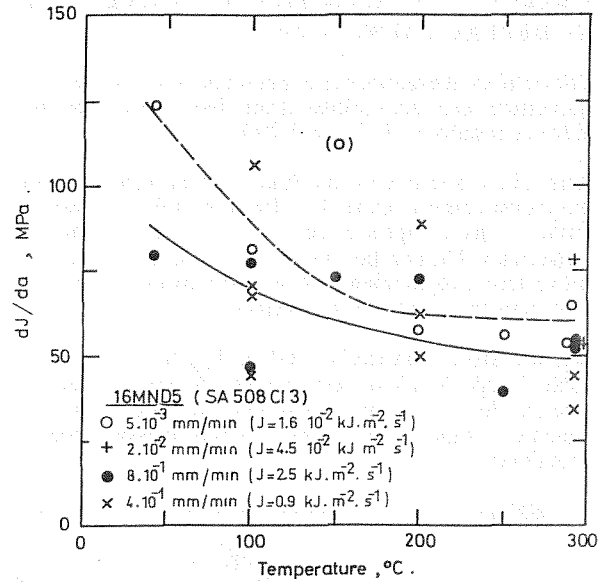


Fig. 3 - Evolution de  $dJ/da$  avec la température pour différentes vitesses de sollicitation.

### 3. ESSAIS J-DA EN ENVIRONNEMENT REP

Ainsi qu'il a été vu dans des études sur la vitesse de propagation de fissures [6], les matériaux à haut soufre sont sensibles à l'effet du milieu eau des REP. Des éprouvettes CT ont été sollicitées en traction à une vitesse de  $5.10^{-3} \text{ mm/min}$ , à  $290^\circ\text{C}$  et une pression de 140 bars, pour déterminer la courbe de résistance  $J-\Delta a$  en utilisant la méthode des essais interrompus.

En considérant la dispersion des résultats, il est difficile de déterminer la courbe  $J-\Delta a$ . Cependant, les essais en milieu REP sont dans la bande de dispersion des résultats obtenus dans l'air (fig.4).

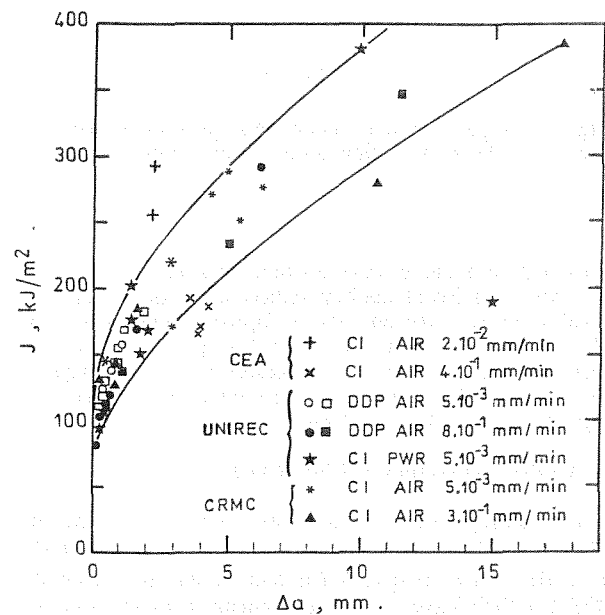


Fig.4 - Comparaison des essais  $J-\Delta a$  à  $290^\circ\text{C}$  dans l'air et en environnement REP.

#### 4. EFFET D'UN MAINTIEN EN CHARGE OU EN DEPLACEMENT A 290°C.

L'objectif est d'examiner si le maintien de la charge ou de l'ouverture sont susceptibles d'entraîner une propagation stable ou instable de la fissure à 290°C.

Pour cela, des maintiens en charge ont été effectués pour des temps compris entre 4 et 100 h et à des niveaux de sollicitations compris entre  $J_{1C}$  et la charge limite des éprouvettes. Un nombre limité d'essais avec maintien de l'ouverture a également été conduit avant et après le maximum de la courbe de chargement.

Pour un effort maintenu au delà de  $J_{1C}$ , une propagation stable limitée de 0,3 mm est observée durant les premières minutes de l'essai, suivie par une stabilité totale. Par exemple, la figure 5 montre des résultats d'essais après 4h de maintien.

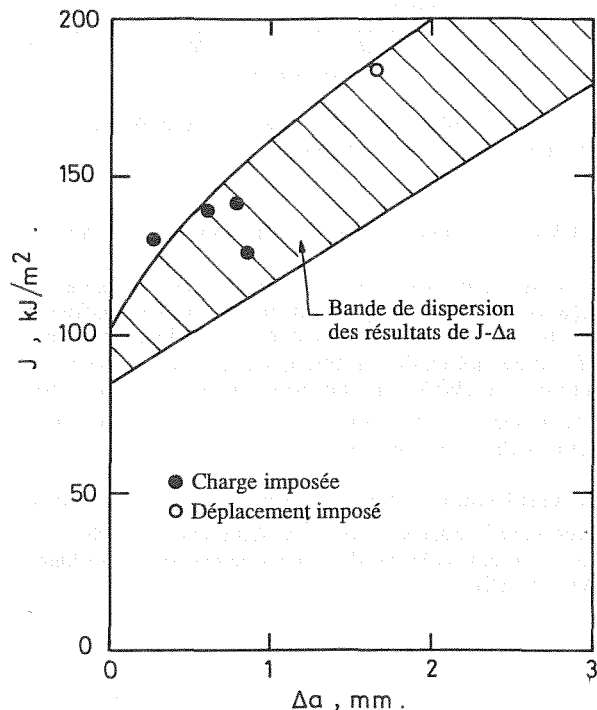


Fig.5 - Comparaison des valeurs de J après 4h de maintien avec la bande de dispersion des essais conventionnels.

Il est apparent que les résultats obtenus sont dans la bande de dispersion des essais conventionnels et qu'aucun effet notable du maintien en charge n'apparaît, conformément d'ailleurs à une étude de INGHAM [8]. De la même manière, aucune extension de fissure n'a été observée en déplacement maintenu, mais seulement une relaxation logarithmique de l'effort d'environ 6 %.

#### 5. CONCLUSIONS GENERALES

Les conclusions essentielles, résultant de cette étude sur l'effet des conditions de service sur la courbe de résistance à la déchirure ductile  $J-\Delta a$  d'un acier de virole de REP SA508C13 ayant une haute teneur en soufre, sont les suivantes :

- Un phénomène de vieillissement dynamique dans l'intervalle 150 à 300°C, fonction de la vitesse de sollicitation, a pour conséquence une stabilisation de  $Rp0.2$  et un accroissement de  $Rm$ .

- Pour les vitesses d'essais usuelles, la ténacité  $J_{1C}$  décroît lorsque la température croît, jusqu'à 87 kJ/m<sup>2</sup> à 290°C.

- Pour une vitesse d'essai 100 fois plus faible, correspondant à des transitoires de sollicitations en service, l'évolution de  $J_{1C}$  après une diminution dans une première partie, prend une valeur constante entre 150 et 290°C, d'environ 100 kJ/m<sup>2</sup>, en rapport avec le vieillissement dynamique du matériau.

- L'essai à faible vitesse en milieu REP ne montre aucune différence significative avec les essais dans l'air à 290°C.

- Le maintien d'une charge au delà de  $J_{1C}$  n'entraîne qu'un faible accroissement de la fissure durant les premières minutes de l'essai.

- Les courbes  $J-\Delta a$  déterminées dans l'air à des vitesses de sollicitations plus élevées, sont applicables aux conditions d'initiation et de propagation d'une fissure dans les conditions de service.

#### REFERENCES

- [1] B. ÖSTENSSON  
The fracture toughness of pressure vessel steel at elevated temperature  
Reliability Problems of Reactor Pressure Components,  
Vol. I, Edit. IAEA, Vienna, (1978), p. 303.
- [2] B. HOUSSIN & A. PONSOT  
Toughness properties up to service temperature (290°C) for different thick pressure vessel components in SA 508 Cl 3  
Trans. of the 6th Int. Conf. SMIRT, Edit. North Holl.  
Pub. Co., Vol.G., (1981), G 6/4
- [3] E. AMAR and A. PINEAU  
Interpretation of ductile fracture toughness temperature dependence of a low strength steel in terms of local approach  
Eng. Fract. Mech., 22 n°6, (1985), pp. 1061-1071.
- [4] B.W. PICKLES, T. INGHAM and DPG LIDBURY  
Fracture toughness studies on PWR pressure vessel materials 5th Int. Conf. on Pressure Vessel Technology  
San-Francisco, 9-14 Sept. 1984, pp. 1315-1331.
- [5] P.M. SCOTT  
A review of environmental effects on pressure vessel integrity  
Third International Symposium on Environmental degradation of materials in nuclear power system - water reactors  
Traverse City, Michigan, Sept. 1987, U.S. Metallurgical Society (1988).

- [6] G.P. GIBSON  
Use of the direct current potential drop technique  
for determining J-R curves in PWR water  
conditions  
CSNI workshop on ductile Fracture Test  
Methods OCDE, Paris, 17-19 avril 1985.
- [7] KONDO & al.  
SSRT in BWR Water on steels of varied  
strength,  
ICCGR Meeting, May 1982.
- [8] T. INGHAM & E. MORLAND,  
ASTM STP 803, (1983), pp. I721 - I746

**"PROPAGACION DE GRIETAS POR FATIGA EN LA SOLDADURA Y EN LA ZONA AFECTADA  
POR EL CALOR EN UN ACERO A 515 G 70 A TEMPERATURA AMBIENTE Y A 180°C"**

M.A. Linaza, J.M. Rodríguez Ibabe y M. Fuentes

CEIT, P<sup>a</sup> Manuel de Lardizabal, 15 -20009 San Sebastián

**Resumen**

En el presente trabajo se resumen los resultados obtenidos relativos a la propagación de grietas por fatiga en las soldaduras y zonas afectadas por el calor en planchas de recipientes a presión. Tanto a temperatura ambiente como a 180°C el comportamiento a fatiga es muy similar en el material base y en la zona afectada por el calor. Por el contrario, la soldadura presenta una velocidad de propagación superior a la del metal base, diferencia que disminuye a 180°C. La presencia de mecanismos estáticos dúctiles en la propagación de la grieta aparece como una de las razones de la diferencia de comportamiento entre metal base y la soldadura. Los valores de las constantes de la ecuación de Paris han sido comparados con diferentes modelos basados en el CTOD y en el daño acumulado.

**Abstract**

Fatigue crack growth behaviour of butt weldments and heat affected zones of pressure vessel plates are reported. At room temperature and at 180°C the fatigue behaviour in both base metal and HAZ are similar. On the contrary, the weldment exhibits higher crack propagation rates than the base metal, being this difference lower at 180°C. The presence of ductile static voids during crack propagation seems to be the reason of this difference. Values of m exponents of Paris equations are compared with different CTOD and damage accumulated based models.

**1. INTRODUCCION**

El presente estudio tiene por objeto analizar el comportamiento a fatiga del acero A 515 G70. Dicho acero presenta una estructura ferrítico-perlítica con un tamaño de grano fino ( $d_\alpha \approx 10 \mu\text{m}$ ,  $d_p \approx 6 \mu\text{m}$ ) en la zona del metal base y una estructura formada por ferrita con precipitados de carburos en la zona de la soldadura. El estudio se ha centrado en la determinación de la velocidad de propagación de la grieta utilizando los conceptos de la mecánica de la fractura, comparándose los resultados obtenidos con distintos modelos publicados en la bibliografía.

Los modelos desarrollados para estudiar la velocidad de propagación de la grieta en la zona de Paris se pueden agrupar, en general, en modelos basados en el enromamiento del frente de la grieta y en modelos energéticos o modelos basados en el daño acumulado.

En los modelos basados en el enromamiento de fatiga del frente de la grieta, la velocidad  $da/dN$  se considera proporcional a la apertura de la grieta, CTOD [1,2]:

$$\frac{da}{dN} = A (\Delta \text{CTOD}) \quad (1)$$

siendo A una constante de proporcionalidad.

Una amplia serie de trabajos señalan la existencia de la siguiente relación entre la apertura CTOD y la integral J [3-4]:

$$\text{CTOD} = \frac{d_n \cdot J}{\sigma_y} \quad (2)$$

donde  $d_n$  es un parámetro que depende de las propiedades elastoplásticas del material y  $\sigma_y$  el límite elástico:

Para el caso de cargas variables, considerando el límite elástico cíclico,  $\sigma_o$ , y el coeficiente de endurecimiento por

deformación cíclico  $n'$ , la velocidad de propagación vendría definida por:

$$\frac{da}{dN} = \frac{A \cdot 1,185 \Delta K^2}{4 \sigma_0^2 (1+n')^{1+R}} \frac{1+R}{1-R} \left[ \frac{2 \sigma_0 (1+\nu) (1+n')}{\sqrt{3} E n' n'^{1/(1-n')}} \right]^{1+n'} \quad (3)$$

Tal como sucede con la ecuación (3), todos los modelos basados en el enromamiento de la punta de la grieta conducen a expresiones semejantes de la ecuación de Paris con un exponente  $m = 2$ .

Con relación a los modelos basados en el daño acumulado a través de parámetros de la fatiga de gran amplitud, debe indicarse que, en general, los mismos se basan en que la propagación de la grieta por fatiga tiene lugar como consecuencia de un daño acumulado localizado en la punta de la grieta. En esa zona se considera que los micromecanismos que gobiernan el proceso corresponden a los de la fatiga de gran amplitud. Entre los mismos cabe citar el propuesto por Antolovich y col. [5], donde la velocidad  $da/dN$  queda definida de la siguiente forma:

$$\frac{da}{dN} = \frac{c}{(\sigma_0 \epsilon'_f E)^{1/c}} \frac{1}{1-(1/c)-1} \Delta K^{2/c} \quad (4)$$

donde  $\epsilon'_f$  y  $c$  son el coeficiente y la pendiente de la ecuación de Coffin-Manson y  $l$  el tamaño de la "zona del proceso".

Recientemente Roven y Nes [6] obtienen una expresión muy similar a la ecuación (4) al considerar el espaciado entre estrías como la zona donde tiene lugar el daño acumulado. El exponente  $m$  que afecta a  $\Delta K$  es también  $2/c$  para velocidades de propagación en las que para generar una estría son necesarios varios ciclos y toma el valor 2 cuando a cada ciclo corresponde una estría.

Para finalizar, otros autores toman como criterio de fallo por fatiga el producto de la tensión y de la deformación (una medida de la densidad de energía de deformación plástica). Kujawski y Ellyin [7] basándose en dicho criterio obtienen la siguiente expresión:

$$\frac{da}{dN} = 2 \delta^* \left\{ \frac{\Delta K}{[(4IE\sigma'_f \epsilon'_f \delta^*)/D]^{1/2}} \right\}^{2/(b+c)} \quad (5)$$

donde:

- $\sigma'_f$ ,  $c$ ,  $\epsilon'_f$  y  $b$  son las constantes de las ecuaciones de Basquín y Coffin-Manson respectivamente
- $D = \sigma_\Theta [\sigma_\Theta - (\sigma_f/2)]$  e  $I$  son parámetros adimensionales procedentes de la solución HRR [8,9]
- $\delta^*$  es la zona de proceso del daño

## 2. TECNICAS EXPERIMENTALES

El material es un acero A515 Grado 70 proporcionado por la empresa Mague (Portugal) y fabricado por Creusot-Marreal (Francia). La composición química del acero es 0,22% C, 1,21% Mn, 0,03% P, 0,35% Si y 0,004% S. El material ha sido suministrado en forma de discos de 165 mm de espesor. La microestructura está constituida por ferrita y perlita con un fuerte bandeo. El límite elástico es  $\sigma_y = 370$  MPa. Otras características microestructurales y mecánicas del material están descritas en [10].

La soldadura (arco sumergido) (0,085% C, 1,9% Mn, 0,012% P, 0,23% Si, 0,009% S, 0,45% Mo) está constituida por una matriz ferrítica con una fina distribución de carburos. El límite elástico es  $\sigma_y = 445$  MPa. En cuando a la zona afectada por el calor (ZAC) durante el proceso de la soldadura, ésta oscila entre 3 y 4 mm de espesor a lo largo de la plancha. En las proximidades de la línea de fusión el acero presenta un tamaño de grano mayor que en el resto de la ZAC, pasando posteriormente a una estructura con tamaño de grano de ferrita fino y con una perlita globulizada. Aproximadamente hacia la mitad de la ZAC comienzan a definirse las zonas bandeadas, si bien los carburos siguen presentando un aspecto esferoidal.

Los ensayos para la determinación de la velocidad de propagación en el rango de la zona de Paris a 180°C se llevaron a cabo utilizando probetas CT ( $B = 12$  mm) con la entalla centrada en la soldadura o en la zona afectada por el calor.

Estos ensayos se efectuaron en el interior de una cámara ambiental Instron con un preciso ajuste de la temperatura a  $180 \pm 1$  °C durante todo el ensayo. La determinación de la longitud de la grieta se realizó a partir de los valores de flexibilidad (calculados de los registros carga-apertura obtenidos en las diferentes fases del ensayo) según la expresión propuesta en la norma ASTM E647-88a para este tipo de probetas. El procedimiento utilizado en la ejecución del ensayo como el posterior procesado de los datos para la obtención de las curvas  $\Delta K$ - $da/dN$  corresponde al indicado por la norma anteriormente citada.

## 3. RESULTADOS

Los resultados previamente obtenidos [10] con el material base a temperatura ambiente se señalan en la Fig. 1.a, pudiendo constatarse la influencia de  $R$  en  $da/dN$ . Los resultados obtenidos al ajustar los datos experimentales mediante la ecuación de Paris se indican en la Tabla 1. En dicha tabla se señalan sólo los valores medios al considerar



simultáneamente todas las probetas ensayadas (no sólo las indicadas en la Fig. 1.a) a un mismo valor de R.

Las curvas correspondientes a 180 °C para R = 0,03 y 0,5 se muestran en la Fig. 1.b y los valores de las constantes de la ecuación de Paris en la Tabla 1. Tanto en la Fig. 1.b como en las ecuaciones de Paris queda de manifiesto la influencia de R (m = 3,27 para R = 0,03 y m = 2,87 para R = 0,5) en da/dN, si bien ésta no es tan acusada como a temperatura ambiente.

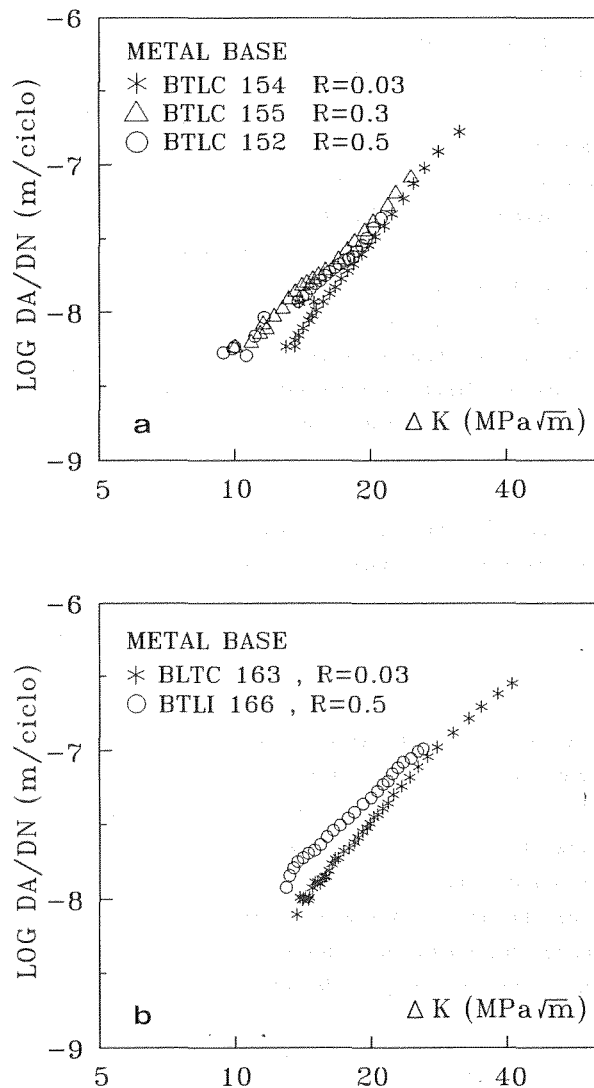


Fig. 1 Curvas  $\Delta K$ -da/dN correspondientes al metal base a a) 20°C y b) 180°C.

El análisis del comportamiento de la soldadura a 20°C viene indicado en la Fig. 2.a. En este caso, el efecto de R (entre los resultados para R = 0 y para R ≥ 0,3) es más acusado en todo el rango de  $\Delta K$  que lo que sucedía en el

metal base. Sin embargo, para 180°C la influencia es prácticamente nula. Los valores de las constantes C y m se señalan en la Tabla 1.

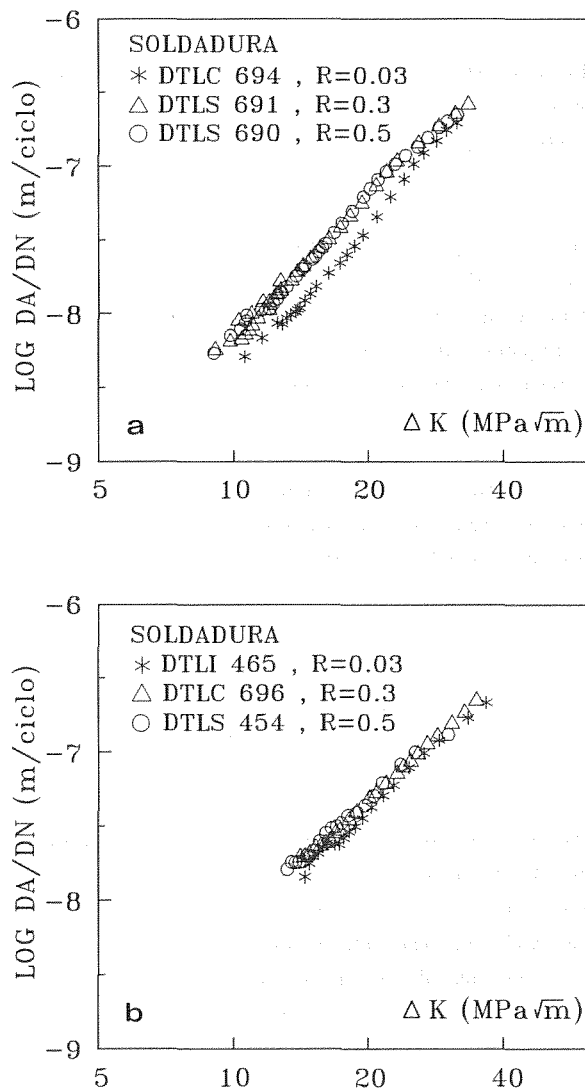


Fig. 2 Curvas  $\Delta K$ -da/dN correspondientes a la soldadura a a) 20°C y b) 180°C.

Finalmente, las curvas  $\Delta K$  - da/dN determinadas con las probetas mecanizadas con la entalla en la ZAC se muestran en las Figs. 3.a y 3.b para 20°C y 180 °C respectivamente. A temperatura ambiente el exponente de la ecuación de Paris resulta ser ligeramente inferior para R = 0,5 que para R = 0,03. En cambio, a 180 °C los resultados se superponen.

Desde el punto de vista fractográfico, el material base se caracteriza por su aspecto amorfo con presencia de estrias

fundamentalmente para elevados valores de  $\Delta K$  (Fig. 4). No se observa influencia de la temperatura en los micromecanismos de fractura. Un comportamiento similar ha sido observado en las probetas correspondientes a la ZAC.

Con relación a la soldadura, la fractura, además de poseer un aspecto amorfo con un elevado número de grietas secundarias, presenta mecanismos de fractura dúctil consistentes en cavidades nucleadas a partir de inclusiones y carburos (Fig. 5). La densidad de dichas cavidades aumenta con  $\Delta K$  y es más notoria en las probetas ensayadas a 20°C.

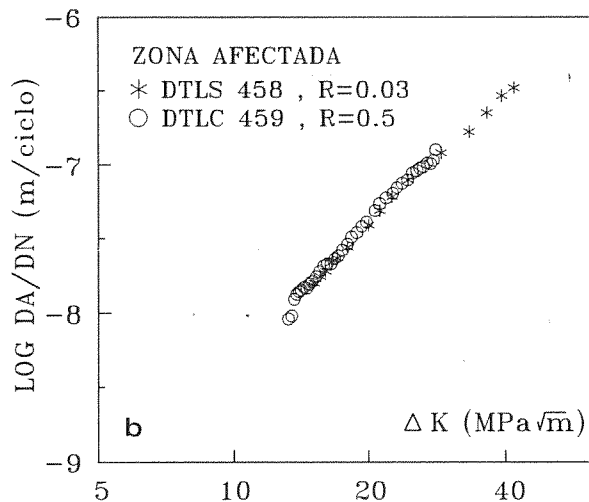
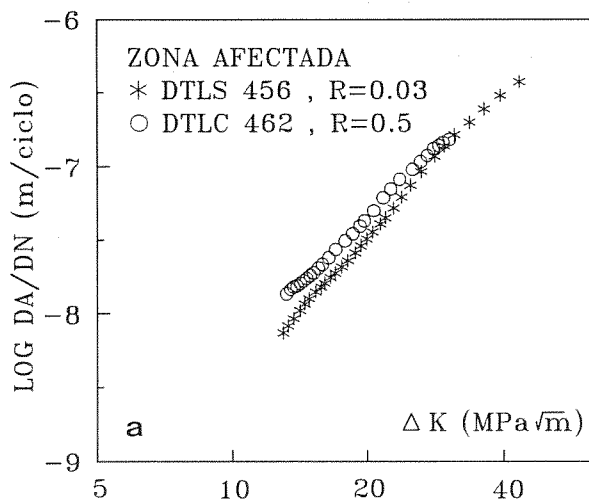


Fig. 3 Curvas  $\Delta K$ -da/dN correspondientes a la ZAC a a) 20°C y b) 180°C.

TABLA 1 - Ecuaciones de Paris

Temperatura	Material	R	C	m	r
20° c	Metal Base	0,03	$2,63 \cdot 10^{-13}$	3,87	0,990
		0,3	$2,81 \cdot 10^{-12}$	3,22	0,996
		0,5	$5,78 \cdot 10^{-12}$	2,92	0,987
	Soldadura	0,03	$4,53 \cdot 10^{-13}$	3,73	0,992
		0,3	$4,09 \cdot 10^{-12}$	3,17	0,997
		0,5	$2,52 \cdot 10^{-12}$	3,36	0,996
ZAC	0,03	$1,62 \cdot 10^{-12}$	3,33	0,999	
	0,5	$5,55 \cdot 10^{-12}$	3,02	0,999	
180° c	Metal Base	0,03	$1,87 \cdot 10^{-12}$	3,27	0,998
		0,5	$9,56 \cdot 10^{-12}$	2,87	0,998
	Soldadura	0,03	$8,69 \cdot 10^{-12}$	2,83	0,996
		0,3	$1,16 \cdot 10^{-11}$	2,78	0,999
		0,5	$1,62 \cdot 10^{-11}$	2,68	0,996
	ZAC	0,03	$5,89 \cdot 10^{-12}$	2,96	0,999
0,5		$3,30 \cdot 10^{-12}$	3,18	0,997	

4. DISCUSION

4.1 Curvas  $\Delta K$  - da/dN

El efecto de la relación de cargas en la da/dN a temperatura ambiente se reproduce en las líneas microestructuras analizadas, apareciendo siempre una diferencia entre los resultados para R = 0,03 y los obtenidos para R > 0,3. Si en vez de considerar  $\Delta K$ , se tiene en cuenta el efecto del cierre de la grieta a través de  $\Delta K_{ef}$ , los datos correspondientes a R = 0,03 prácticamente se superponen con el resto de los resultados, desapareciendo en consecuencia la influencia de R. Por lo tanto, las ecuaciones relativas a R = 0,5 van a considerarse como representativas del comportamiento del material cuando el cierre de grieta es nulo.

El comportamiento de la ZAC es similar al del material base. En cambio, la soldadura, a igualdad de  $\Delta K$ , presenta siempre velocidades de propagación más elevada. Si bien la diferencia no es muy notable, dicho fenómeno se ha reproducido sistemáticamente en todos los ensayos realizados. La existencia de mecanismos estáticos de

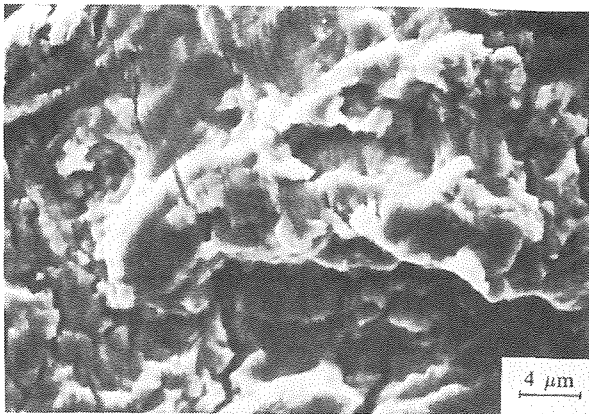


Fig. 4 Metal base, 20°C, R = 0,3  $\Delta K = 33 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$

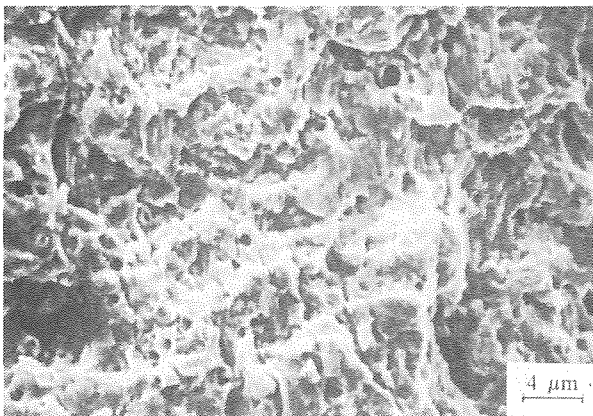


Fig. 5 Combinación de estrias y cavidades dúctiles, soldadura, 20°C, R = 0,5,  $\Delta K = 32 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$

fractura ha podido contribuir al aumento de  $da/dN$ . Resultados similares han sido obtenidos con otros materiales con pequeñas fracciones volumétricas de porosidades [11].

A 180°C, en el metal base continua existiendo un efecto de R que no se aprecia en la soldadura y en la ZAC. Considerando todos los resultados, excepto los relativos al metal base para R = 0,03, los puntos experimentales se superponen. Es decir, a 180°C la microestructura no ejerce un efecto significativo en la zona de Paris. Comparando estos datos con los obtenidos a 20°C, la diferencia más notable corresponde a la soldadura, presenta a 180°C para valores elevados de  $\Delta K$  una velocidad más baja. Este hecho coincide con la observación fractográfica que señala que a 180°C el número de cavidades es ostensiblemente inferior que a temperatura ambiente.

#### 4.2 Comparación de los resultados con modelos existentes

Los modelos referidos en las ecuaciones (3)-(5) exigen el conocimiento de la curva ciclica tensión-deformación y de las constantes de las ecuaciones de Basquin y de Coffin-Manson. En un trabajo previo [12] se han determinado dichas expresiones para el material base y soldadura a 20 y 180°C. En la Tabla 2 se resumen los resultados más relevantes.

TABLA 2 - Resultados de fatiga de gran amplitud.

Mat.	T	Hollomon		Basquin		Coffin-Manson	
		k'	n'	$\sigma_f/E \cdot 10^{-3}$	b	$\epsilon'_f$	c
Base	20	867	0.158	3.77	0.086	0.556	0.553
	180	600	0.103	3.32	0.072	0.500	0.551
Sold	20	806	0.114	3.27	0.053	1.633	0.709
	180	723	0.102	3.63	0.064	0.507	0.590

Tomando la ecuación (3) basada en un modelo de propagación de grietas por CTOD y considerando los valores obtenidos de  $\sigma_o$  y  $n'$  para el material base y la soldadura a 20 °C y a 180 °C, las expresiones que se obtienen para R = 0,5 son las siguientes

$$\text{M. base } 20^\circ\text{C: } da/dN = A \cdot 8,4 \cdot 10^{-9} \Delta K^2$$

$$\text{M. base } 180^\circ\text{C: } da/dN = A \cdot 1,1 \cdot 10^{-8} \Delta K^2$$

$$\text{Sold. } 20^\circ\text{C: } da/dN = A \cdot 8,1 \cdot 10^{-9} \Delta K^2$$

$$\text{Sold. } 180^\circ\text{C: } da/dN = A \cdot 9,3 \cdot 10^{-9} \Delta K^2$$

El coeficiente A ha sido considerado en algunos modelos próximo a 0,5. Tomando dicho valor, puede observarse que las ecuaciones anteriores presentan unos coeficientes que si se comparan con los obtenidos experimentalmente (Tabla 1) muestran, unas diferencias próximas a dos órdenes de magnitud para niveles bajos de  $\Delta K$ .

Si en vez de considerar A = 0,5, se toma el que mejor se adecúa a los datos experimentales, se obtiene un valor de A comprendido entre 0,009 y 0,016. Basándose en ajustes empíricos para un elevado número de materiales, Donahue y col [2] ponen de manifiesto que sólo un 1% del CTOD contribuye a la propagación de la grieta. Dicha constatación concuerda con los valores obtenidos por A.

El exponente  $m = 2$  resulta ser inferior a las mediciones experimentales, con lo cual para velocidades de propagación próximas a  $10^{-8}$  m/c las predicciones basadas en el CTOD son conservadoras y para velocidades del orden de  $10^{-7}$  m/c resultan apreciablemente inferiores a las reales. Los modelos basados en el enroscamiento de la

punta de la grieta consideran que ésta avanza una determinada longitud en cada ciclo (normalmente el espaciado entre estrías - s) y, en consecuencia, existirá una correlación lineal entre da/dN y s. Dicha correlación se cumple con bastante aproximación para un elevado número de aceros [13] en un intervalo de velocidades comprendido entre  $10^{-7}$  y  $10^{-6}$  m/c. Recientemente, Roven y Nes [6] en un acero ferrítico ( $d \sim 11 \mu\text{m}$ ) han constatado que para velocidades inferiores a  $2 \cdot 10^{-7}$  m/c para crear una estria es necesario un número de ciclos  $N_S > 1$ . Como consecuencia de ello, el exponente m de la ecuación de Paris resultaría ser superior a 2, pudiendo explicarse de una forma cualitativa la discrepancia existente entre los modelos y los resultados experimentales.

Antolovich y col. [5] y Roven y Nes [6] basándose en modelos de daño acumulado proponen valores de m iguales a  $2/c$ , siendo c el exponente de la ecuación de Coffin-Manson. Tomando los valores de Tabla 2, los resultados que se obtienen se resumen en la Tabla 3. Excepto en el caso de la soldadura ensayada a  $20^\circ\text{C}$ , en el resto de las situaciones hay una sobreestimación del exponente m.

TABLA 3

Material	$m_{\text{experimental}}$	CTOD	2/c	2/(b+c)
Metal Base (20 °C)	$2,92 \pm 0,06$	2	3,6	3,1
Metal Base (180 °C)	$2,87 \pm 0,06$	2	3,6	3,2
Soldadura (20 °C)	$3,36 \pm 0,06$	2	2,8	2,6
Soldadura (180 °C)	$2,68 \pm 0,11$	2	3,4	3,1

Finalmente, considerando el modelo propuesto por Kujawski y Ellyin ( $m = 2/(b+c)$ ) se obtienen unos valores de m más próximos a los reales (Tabla 3). Sustituyendo los valores de los parámetros de la ecuación (5) para cada caso, las ecuaciones resultantes en función del tamaño de la zona de proceso  $\delta^*$  son:

M. base  $20^\circ\text{C}$ :  $da/dN = 1,09 \cdot 10^{-14} (\delta^*)^{-0,565} \Delta K^{3,1}$

M. base  $180^\circ\text{C}$ :  $da/dN = 1,11 \cdot 10^{-14} (\delta^*)^{-0,605} \Delta K^{3,2}$

Sold.  $20^\circ\text{C}$ :  $da/dN = 8,20 \cdot 10^{-13} (\delta^*)^{-0,312} \Delta K^{2,6}$

Sold.  $180^\circ\text{C}$ :  $da/dN = 4,47 \cdot 10^{-14} (\delta^*)^{-0,529} \Delta K^{3,1}$

Ajustando  $\delta^*$  a los datos experimentales, el tamaño de la zona del proceso oscila entre 24 y  $140 \mu\text{m}$  (37, 74, 24 y 140 para MB 20, MB 180, S20 y S180 respectivamente). Los valores de  $\delta^*$  así obtenidos son similares a los calculados por Kujawski y Ellyin con diversos aceros. En

todos los casos, la zona de proceso resulta ser manifiestamente superior a cualquier parámetro microestructural (en nuestro caso,  $d_\alpha \sim 10 \mu\text{m}$ ), no pudiendo, en consecuencia asignarse al mismo una interpretación metalúrgica.

5. CONCLUSIONES

- Tanto a  $20^\circ\text{C}$  como a  $180^\circ\text{C}$  el comportamiento a fatiga de la ZAC es similar a la del metal base.
- La coexistencia, junto con los mecanismos típicos de fatiga, de modos estáticos dúctiles de fractura a  $20^\circ\text{C}$  en la soldadura explica, cualitativamente la mayor velocidad de propagación de la grieta frente a los resultados obtenidos a  $180^\circ\text{C}$  y a los correspondientes al metal base.
- A partir de modelos basados en el daño acumulado, considerando que la propagación de la grieta se rige por la LCF, se predicen unos exponentes m más próximos a los experimentales que los basados en el CTOD.

6. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo forma parte de un proyecto de investigación CECA nº 7210/KE/933. Uno de los autores (A.L.A) agradece al Gobierno Vasco la concesión de una beca de investigación.

7. REFERENCIAS

[1] Frost, N.E. y Dixon, J.R.; Int. Journ. of Fracture, **3**, 301-316, 1967.

[2] Donahue, R.J., McI. Clark, H., Atanmo, P., Kumble, R. y McEvily, A.J.; Int. Journ. of Fracture, **8**, 209-219, 1972,

[3] McMeeking, R.M.; J. Mech. Phys. Solids., **25**, 357, 1977.

[4] Slatcher, S. y Knott, J.F.; Mater. Sci. Eng.; **82**, 37, 1986.

[5] Antolovich, S.D., Saxena, A. y Chanani, G.R.; Eng. Fract. Mech., **7**, 649, 1975.

[6] Roven, H.J. y Nes, E.; Acta Met. Mater., **39**, 1735, 1991.

[7] Kujawski, D. y Ellyin, F.; Eng. Fract. Mech., **20**, 695, 1984.

[8] Hutchinson, J.W., J. Mech. Phys. Solids., **16**, 13, 1968.

[9] Rice, J.R., Rosengren, G.F.; J. Mech. Phys. Solids., **16**, 1, 1968.

[10] Linaza, A., Rodríguez, J.M. y Fuentes, M.; A. Mecánica Fractura, **8**, 135, 1991.

[11] Bompard, P.H. y François, D.; Advances in Fracture Research, D.M.R. Taaplin et al. eds., **3**, 2049, 1984.

[12] Linaza, A., Rodríguez, J.M. y Fuentes, M.; Proyecto CECA nº 7210/KE/933 (F.5.3/88) Inf. nº 6, Set. 1991.

[13] Masuda, C., Ohta, A., Nishijima, S. y Sasaki, E.; J. Mater. Sci.; **15**, 1663, 1980.

## TENACIDAD DE ACEROS INOXIDABLES "DUPLEX" CF8M CON CONTENIDO EN FERRITA VARIABLE

L. Sánchez, F. Gutiérrez-Solana, A. Valiente\*, I. Gorrochategui

Departamento de Ciencias e Ingeniería de la Tierra, el Terreno y los Materiales.  
E. T. S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria.

\* Departamento de Ciencia de Materiales.  
E. T. S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid.

**Resumen.** En el marco de un estudio sobre "Fragilización por envejecimiento a baja temperatura de aceros inoxidable austenoferríticos", como punto de partida, se ha llevado a cabo la caracterización microestructural y mecánica, determinando principalmente la tenacidad a la fractura, de tres aceros inoxidable de especificación CF8M, de distinta composición química y diferente contenido en ferrita. De los tres aceros, uno de ellos formó parte de una válvula de un circuito de refrigeración de una central energética y estuvo en servicio durante un tiempo neto de 10 años a la temperatura de 280°C, mientras que los otros dos forman parte de dos coladas experimentales de contraste. El método que se utilizó para determinar la tenacidad de estos materiales fue el de probeta única, a partir de la curva R basada en la integral J. Los resultados obtenidos abren un análisis sobre la influencia del contenido en ferrita en la tenacidad de estos aceros y su evolución con el envejecimiento.

**Abstract.** In this work, microstructural and mechanical characterization, mainly to determine fracture toughness, was carried out on three duplex stainless steels with different chemical composition and ferrite content. One of the steels, taken from a valve in a power station, was in service for 10 years at 280°C, the two others were part of experimental casts. The toughness of these steels was determined by the single specimen method using R-curve based in J-integral. The obtained results initiate an analysis on the influence of ferrite content in the toughness and its evolution with aging of these steels.

### 1. INTRODUCCION Y OBJETIVOS

En este artículo se presentan los primeros resultados experimentales de un trabajo más amplio sobre "Fragilización por envejecimiento a baja temperatura de los aceros inoxidable austenoferríticos de moldería", partiendo de una serie de estudios teóricos [1, 2] en los cuales se desarrolló una metodología de previsión de la fragilización y la aplicación de la misma en un gran número de coladas [3]. Dicha metodología está basada en el modelo de Trautwein y Gysel [4] en el cual se considera que el fenómeno de envejecimiento es un proceso térmicamente activado y sigue una ley tipo Arrhenius que relaciona pares tiempo-temperatura (t, T) en la forma:

$$t_2 = t_1 \exp [U/R (1/T_2 - 1/T_1)] \quad (1)$$

válida en un rango de temperaturas entre 280 y 400°C, siendo  $t_i$  el tiempo de reacción a la temperatura  $T_i$ , R la constante universal de los gases perfectos y U la energía de activación que puede obtenerse a partir de la composición química [5].

Introduciendo en la ecuación (1) el parámetro de envejecimiento P, cuyo valor es 1 para un envejecimiento de 10 horas a 400°C, se llega a la expresión

$$10^P = t \exp [U/R (1/673.2 - 1/T)] \quad (2)$$

Diversos estudios [4-6] han puesto de manifiesto el importante papel que juega la ferrita en los mecanismos de este envejecimiento, ya que es en esta fase donde se producen los fenómenos de precipitación que conducen a la fragilidad.

Como medida de la fragilización existen un gran número de datos, para materiales envejecidos en el laboratorio a 400°C, sobre valores de resiliencia, microdureza de la ferrita y límite elástico en función del parámetro de envejecimiento P. Cabe destacar que apenas hay resultados sobre la tenacidad a fractura, por lo cual se considera de gran interés la posibilidad de correlacionar esta magnitud con la resiliencia.

Teniendo como objetivo general la identificación y modelización de los mecanismos de envejecimiento y su efecto sobre la tenacidad, el objetivo concreto del presente artículo es la determinación de la influencia del contenido en ferrita sobre las diferentes propiedades mecánicas, principalmente sobre la tenacidad a fractura, de tres aceros inoxidables de especificación CF8M en el estado de recepción, como punto de partida de un estudio semejante para diferentes estados de envejecimiento.

**2. MATERIAL**

Inicialmente se dispone de un material real envejecido que estuvo trabajando en central durante un tiempo neto de 10 años, y cuyo contenido teórico en ferrita basado en la correlación de Leger [7] es del 14%.

Después de los estudios realizados sobre el fenómeno de fragilización [4-6] y, en particular, tras el análisis de los efectos de la ferrita en dicha fragilización [1, 2] se encargaron dos coladas experimentales de contraste con unos contenidos en ferrita en el rango 20 - 25% , teniendo en cuenta su correlación con la composición química. La selección de composición de estas coladas se hizo siguiendo la de coladas de elementos actualmente en uso en centrales energéticas [3].

**3. CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL**

El primer paso fue la realización del análisis químico de los tres materiales a partir de los cuales se obtuvo el contenido en ferrita teórico utilizando el método de Leger.

A continuación se llevó a cabo un estudio metalográfico por Microscopía Óptica de los tres aceros para observar la distribución de la ferrita (Fig. 1 a 3), y estimar la cantidad de la misma mediante metalografía cuantitativa.

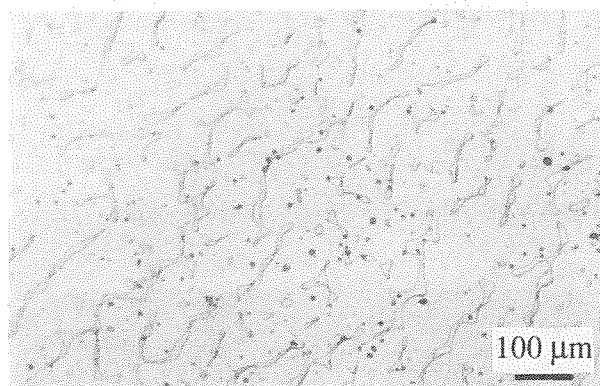
En la Tabla 1 se presentan los resultados del análisis químico y de los contenidos en ferrita tanto teóricos como experimentales. A partir de ahora se identificarán los tres aceros como 12F, 18F y 22F, en función del contenido en ferrita estimado.

Tanto para el acero 12F, envejecido en central, como para el 18F la distribución de ferrita se ha mostrado muy homogénea, sin orientaciones preferenciales. Por el contrario, el acero 22F presenta una distribución de ferrita poco uniforme, con oscilaciones en su porcentaje desde el 12 hasta el 33%. Las micrografías de las Fig. 3a y 3b son dos casos extremos de la irregular distribución de la ferrita en este acero.

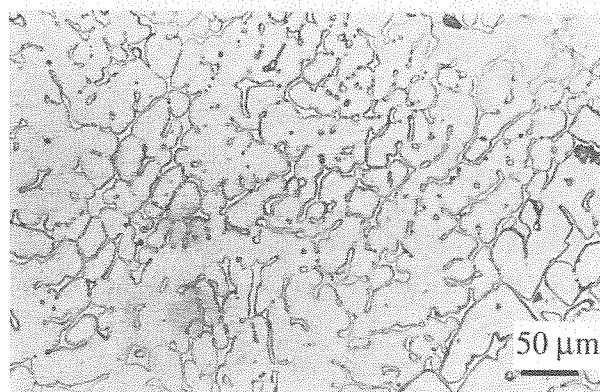
Técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido confirman la situación microestructural que aparece en los aceros 12F y 18F, mientras que la observación del acero 22F puso de manifiesto la presencia de partículas precipitadas en la interfase ferrita-austenita ( $\alpha/\gamma$ ) con aspecto alargado. Un posterior análisis en Microscopía Electrónica de Transmisión y de Barrido (STEM) puso de manifiesto la riqueza en Cr y Mo de estas partículas, característica propia de las fases  $\sigma$  ó  $\chi$ , cuya aparición presupone un incorrecto tratamiento de temple de los lingotes moldeados. En la micrografía de la Fig. 4 se aprecia la precipitación en la interfase  $\alpha/\gamma$ .

ACERO	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	% F (teór)	%F (exp)
12F	0.035	0.70	1.10	18.6	10.4	2.00	14.0±2.4	12.2
18F	0.076	0.83	1.25	19.4	9.6	2.29	17.0±2.7	17.8
22F	0.045	0.82	1.23	18.4	8.9	2.36	22.2±3.0	12-33

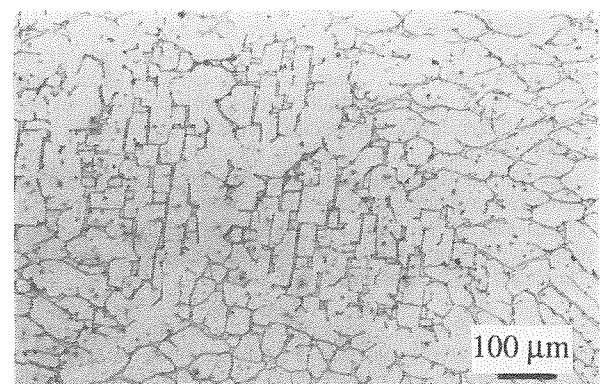
**Tabla 1.** Composición química (% en peso) y contenido en ferrita de los aceros CF8M ensayados.



**Fig. 1.** Distribución de la fase  $\alpha$  (x100). Acero 12F.



**Fig. 2.** Distribución de la fase  $\alpha$  (x200). Acero 18F.



**Fig. 3a.** Distribución de la fase  $\alpha$  (x100). Acero 22F.

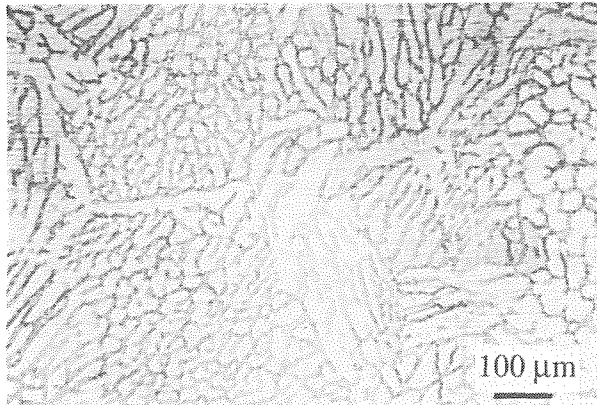


Fig. 3b. Distribución de la fase  $\alpha$  (x100). Acero 22F.

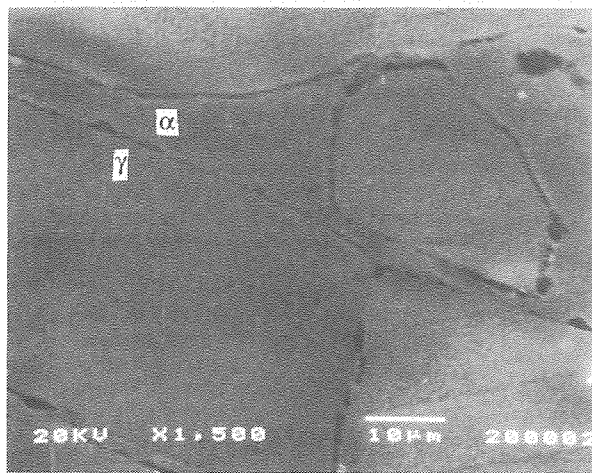


Fig. 4. Precipitación  $\sigma$  ó  $\chi$  en la interfase  $\alpha/\gamma$ . Acero 22F.

#### 4. CARACTERIZACION MECANICA

Dada la gran influencia de la fase ferrítica en la fragilización de estos aceros, como consecuencia de los procesos de su envejecimiento, se considera importante hacer un seguimiento de la evolución de su microdureza, como índice del nivel de precipitación asociado a dicha fragilización.

Asimismo, es indispensable la caracterización directa de parámetros asociados a la tenacidad del material, resiliencia y tenacidad a fractura, cuyo análisis en los diferentes estados de envejecimiento permitirá establecer la evolución de la fragilización de estos aceros.

Tanto la microdureza como la resiliencia resultaron ser índices cualitativos de fácil determinación y ya han sido analizados por diferentes autores en estudios previos [4-6]. La tenacidad a fractura se ha caracterizado por la integral J, base de análisis deterministas. Como complemento de la caracterización mecánica y apoyo a los ensayos de tenacidad se realizó, inicialmente, una caracterización mecánica convencional mediante ensayos de tracción.

#### 4.1. Ensayos de tracción. Resultados

Sobre probetas cilíndricas, de diámetro 10 mm, se han llevado a cabo ensayos de tracción en las diferentes direcciones, que mostraron el comportamiento isotrópico de estos materiales. Los valores medios del límite elástico ( $\sigma_y$ ), carga de rotura ( $\sigma_u$ ), alargamiento bajo carga máxima ( $\epsilon_u$ ) y reducción de área (RA) se resumen en la Tabla 2.

ACERO	$\sigma_{ys}$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)	RA (%)
12F	235±13	505±26	36±8	73±6
18F	312±6	488±12	29±3	68±2
22F	264±15	596±12	23±7	26±3

Tabla 2. Resultados de los ensayos de Tracción.

#### 4.2. Ensayos de Microdureza. Resultados

Los ensayos de microdureza se han realizado sobre los tres aceros en estado de recepción y sobre el acero 12F tras un tratamiento de regeneración. Este tratamiento se hizo situando el material a la temperatura de 1093°C, manteniéndolo allí durante 4 horas y templándolo en agua posteriormente.

Los ensayos de microdureza se llevaron a cabo sobre cada una de las fases, aplicando cargas de 50 g en la austenita y 25 g en la ferrita, en ambos casos durante un tiempo de 20 segundos.

En la Tabla 3.1 se presentan los valores medios de 20 medidas de microdureza para la fase  $\gamma$ , mientras que en la Tabla 3.2 aparecen los valores medios, sobre 25 indentaciones, para la fase  $\alpha$ , así como sus valores máximos. Se considera que estos valores máximos pueden ser los más realistas debido a que la ferrita, fase minoritaria, presenta un espesor variable y, en todos los casos, pequeño, en torno a 20  $\mu\text{m}$ , de forma que la proximidad del sustrato de austenita puede afectar al resultado de la medición de su dureza.

ACERO	HV (Media)
12F (Recep.)	209±15
18F	223±17
22F	223±26
12F (Reg.)	189±13

Tabla 3a. Resultados de los ensayos de Microdureza sobre la austenita.

ACERO	HV (Media)	HV (Máx.)
12F (Recep.)	277±25	312
18F	268±15	297
22F	304±21	339
12F (Reg.)	253±31	294

Tabla 3b. Resultados de los ensayos de Microdureza sobre la ferrita.

4.3. Ensayos de Resiliencia. Resultados

Se llevaron a cabo ensayos de impacto, tanto a temperatura ambiente como a -196°C, sobre probetas de flexión, de 55 mm de longitud y base cuadrada de lado 10 mm, con un 20% de entalla.

En la Tabla 4 se muestran los valores de la resiliencia,  $C_v$ , y de la expansión lateral, E.L., obtenidos a partir de 3 probetas de cada material a cada temperatura. Cabe reseñar que los ensayos a -196°C se hicieron con el objeto de determinar el límite inferior de la curva de transición dúctil-frágil.

ACERO	$C_v(20^\circ\text{C}) (J/\text{cm}^2)$	E.L. (mm)	$C_v(-196^\circ\text{C}) (J/\text{cm}^2)$	E.L. (mm)
12F	256±30	2.64±0.27	187±10	1.33±0.40
18F	262±20	2.40±0.21	60±5	0.70±0.15
22F	51±7	0.84±0.18	9±1	0.05±0.01

Tabla 4. Resultados de los ensayos de Resiliencia.

4.4. Ensayos de Tenacidad. Resultados

Se realizaron ensayos de tenacidad utilizando el método de la probeta única sobre probetas tipo CT de espesor 20 mm, mecanizadas con ranuras laterales de 2 mm de profundidad tras la fisuración previa al ensayo. La utilización de ranuras laterales se decidió después de hacer ensayos sobre probetas sin ranurar, que no condujeron a resultados válidos.

Se siguió la metodología de análisis bajo diferentes normativas [8, 9] eligiéndose finalmente la norma europea EGF P1-90. En la Tabla 5 se presentan los valores de los parámetros con que se ajustaron las curvas R, utilizando una función del tipo:

$$J = A (C + \Delta a)^D \tag{3}$$

junto con el valor de  $J_{0.2/BL}$  para cada ensayo. Por otra parte, en las Figuras 5 a 7 se muestra, a modo de ejemplo, el tratamiento de resultados realizado sobre una probeta de cada material; en dichas figuras se señala la zona de validez que exige la norma y se destacan los puntos utilizados para el ajuste de las curvas.

ACERO	A	C	D	$J_{0.2/BL} (kJ/m^2)$
12F (CT4)	819	0	0.54	620.6
18F (CT1)	680	0.58	0.78	783.4
22F (CT1)	209	0	0.61	91.1
22F (CT2)	187	0	0.46	101.5

Tabla 5. Resultados de los ensayos de Tenacidad.

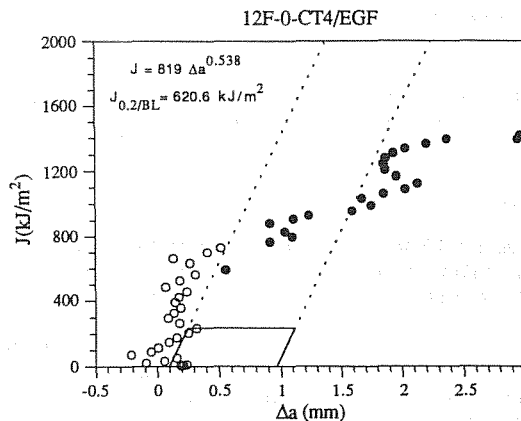


Fig. 5. Curva R para el acero 12F.

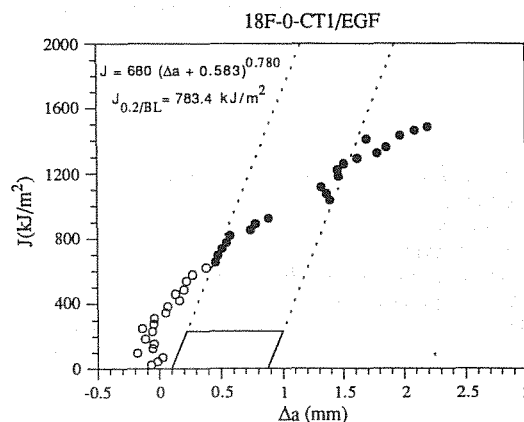


Fig. 6. Curva R para el acero 18F.

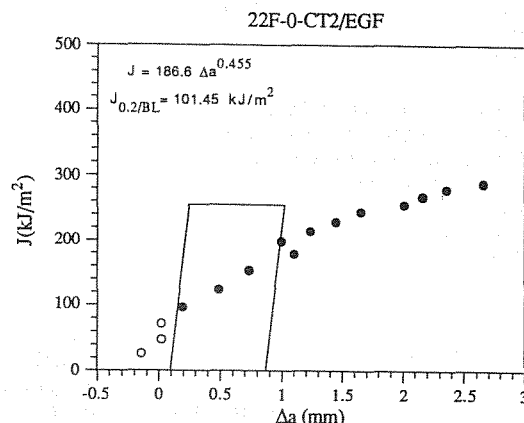


Fig. 7. Curva R para el acero 22F.



## 5. FRACTOGRAFIA

En todos los ensayos destructivos realizados se ha llevado a cabo un estudio fractográfico que aporta las siguientes consideraciones:

### 5.1. Tracción

En el acero 12F se observan mayoritariamente microhuecos, con un diámetro máximo de unos 100  $\mu\text{m}$ , con algunas roturas en pequeñas zonas con falta de fusión.

La rotura del acero 18F muestra una apariencia menos dúctil, siendo mayoritariamente por formación de huecos, con diámetro máximo de 20  $\mu\text{m}$ . Aparecen zonas aisladas de 100  $\mu\text{m}$  de anchura, con poca deformación.

El acero 22F muestra una rotura topográficamente más abrupta pero sin formación de huecos, con fisuras secundarias o decohesiones alargadas abundantes de hasta 500  $\mu\text{m}$ . Aparecen zonas locales planas con cuasiclivajes a pequeña escala, asociados a las zonas ferríticas, como se ha confirmado por microanálisis, de unos 10  $\mu\text{m}$  de anchura. Se puede afirmar que la rotura ha ido buscando las zonas ferríticas, las cuales son muy abundantes en regiones determinadas.

### 5.2. Impacto

La fractografía del acero 12F a temperatura ambiente presenta zonas de rotura plana con poca deformación junto con zonas de microhuecos siendo el diámetro máximo de éstos del orden de 50  $\mu\text{m}$ . Por otra parte a  $-196^\circ\text{C}$ , la rotura, pese a ser también 100% dúctil, presenta un aspecto microscópico mucho más frágil, mixto con cuasiclivaje y huecos con poca deformación. Es en estos cuasiclivajes donde aparecen más claras las huellas del paso de la fractura a través de la ferrita. Las facetas de rotura tienen una anchura de unos 100  $\mu\text{m}$ .

La fractura del acero 18F a temperatura ambiente presenta una morfología similar al 12F pero con microhuecos de diámetro más pequeño, 20  $\mu\text{m}$ . Globalmente la fractura muestra una tipología ondulada alternando zonas de microhuecos con zonas planas. En los ensayos a  $-196^\circ\text{C}$ , se observa una morfología de rotura parecida al 12F pero más frágil con facetas de rotura de diámetro entre 25 y 100  $\mu\text{m}$ . También se observan zonas de microhuecos muy finos, inferiores a 5  $\mu\text{m}$ .

Con respecto a la fractografía del acero 22F cabe decir que a temperatura ambiente presenta una superficie de rotura frágil, sin microhuecos, con facetas de cuasiclivaje junto con una deformación importante entre ellas, observándose que la rotura ha evolucionado a través de la ferrita, como se pudo confirmar por microanálisis. En los ensayos a  $-196^\circ\text{C}$  la fractura es aún más frágil y también a través de la ferrita.

### 5.3 Tenacidad

El acero 12F presenta una fractura totalmente dúctil con microhuecos de un diámetro aproximado de 100  $\mu\text{m}$ . Se observa que tras la zona altamente deformada, stretch-zone, sigue el inicio de la propagación donde muestra su presencia la ferrita.

La superficie de fractura del acero 18F es parecida a la del 12F con microhuecos de menor tamaño, 25  $\mu\text{m}$ . En este caso no se observa ferrita tras la zona altamente deformada. Esta diferencia de comportamiento puede ser debida al envejecimiento sufrido por el acero 12F en servicio.

Por último, el acero 22F muestra un aspecto mucho más frágil con una evidente presencia de ferrita a lo largo de todo el camino de rotura que aparece incluso microfracturada. Se observan también decohesiones de gran tamaño, hasta 50  $\mu\text{m}$ .

## 6. ANALISIS DE RESULTADOS

El análisis global de los resultados permite centrarse en dos efectos de gran interés: la influencia de los precipitados en la fase ferrítica del acero 22F y el efecto de los diferentes contenidos en ferrita.

### 6.1. Efecto de la presencia de precipitados en la fase ferrítica

La presencia de la fase  $\sigma$  ó  $\chi$ , tras un tratamiento de temple anómalo, pone en evidencia una clara diferencia en el comportamiento mecánico del material, siempre tendente a disminuir su tenacidad.

En los ensayos de tracción se pone de manifiesto una menor ductilidad y un mayor endurecimiento del acero 22F frente a los otros dos, lo que se corresponde con el aspecto de su rotura.

En los resultados de máxima microdureza sobre la fase  $\alpha$  se observan valores más altos en el acero 22F, 339 HV, en comparación con el 12F y el 18F que tienen valores de 294 HV y 297 HV, respectivamente.

Los valores de resiliencia muestran una elevada fragilidad del acero 22F, comparado con los otros dos, tanto a temperatura ambiente, 51 J/cm<sup>2</sup> frente a 260 J/cm<sup>2</sup>, como a  $-196^\circ\text{C}$ , 9 J/cm<sup>2</sup> para el 22F frente a 187 J/cm<sup>2</sup> y 60 J/cm<sup>2</sup> para los aceros 12F y 18F, respectivamente. Es importante señalar que el valor de 51 J/cm<sup>2</sup> es muy preocupante por ser inferior a los valores de referencia mínimos usados convencionalmente en la selección de estos materiales, que suelen ser del orden de 70 J/cm<sup>2</sup>. También aquí los resultados mecánicos tienen una buena correlación con el aspecto de la rotura.

Sobre los resultados de los ensayos J, hay que decir que el valor de  $J_{0.2/BL}$  para el acero 22F es mucho menor, 96 kJ/m<sup>2</sup>, que los correspondientes a los aceros 12F y 18F de 621 kJ/m<sup>2</sup> y 584 kJ/m<sup>2</sup>, respectivamente. Por otra parte el exponente D, de la función que ajustó la curva R, tiene un valor medio de 0.55 para el acero 22F mientras que es 0.54 para el 12F envejecido y 0.78 para el 18F, marcando la dificultad en la progresión de la fisura una vez iniciada.

### 6.2- Efecto del contenido en ferrita

Dado que el acero 22F presenta problemas adicionales, los efectos del contenido en ferrita deben tenerse en cuenta considerando únicamente los aceros 12F y 18F, teniendo presente que el primero ha sufrido un envejecimiento de 10 años en central. Sin embargo, la comparación entre la dureza del acero 12F con la del 12F regenerado muestra un índice de envejecimiento en su recepción poco importante; así la dureza máxima de la ferrita para el material regenerado es 294 HV mientras que para el envejecido es 312 HV. Cabe destacar, por el contrario, que el acero 12F tras sufrir un sobre-envejecimiento de 21 días a  $400^\circ\text{C}$  aumenta su microdureza hasta 413 HV, lo que corrobora el escaso efecto del envejecimiento en servicio del acero analizado.

Por otra parte la dureza de la ferrita es prácticamente igual para ambos materiales en su estado de partida, 12F regenerado y 18F, a pesar de haberse observado pequeñas variaciones en su composición mediante técnicas de Microanálisis.

Respecto a los resultados de los ensayos de tracción podemos afirmar que el límite elástico es creciente a medida que aumenta el nivel de ferrita, mientras que la carga de rotura y el alargamiento bajo carga máxima presentan valores equivalentes para los dos materiales.

Es en la tenacidad donde se nota un mayor efecto del contenido en ferrita, bajo la hipótesis de que el envejecimiento del acero 12F en recepción no es muy grande:

- A temperatura ambiente no hay grandes diferencias en la resiliencia 256 J/cm<sup>2</sup> para el 12F frente a 262 J/cm<sup>2</sup> para el 18F con expansiones laterales parecidas. En cambio en la tenacidad,  $J_{0.2/BL} = 621$  kJ/m<sup>2</sup> y  $D = 0.54$  para el 12F frente a  $J_{0.2/BL} = 784$  kJ/m<sup>2</sup> y  $D = 0.78$  para el 18F, las diferencias son mayores, pudiéndose asociar al pequeño índice de envejecimiento, lo que conduce a las siguientes consideraciones:
  - El efecto del contenido en ferrita en estado no envejecido no es grande como se deduce de los ensayos de resiliencia.
  - El efecto de envejecimiento, por pequeño que sea, se aprecia de forma rápida en la tenacidad, lo que es preocupante, aunque en este caso por tratarse de un material muy tenaz aún preserva una tenacidad importante.
- A la temperatura de -196°C se tienen unos valores de resiliencia de 187 y 60 J/cm<sup>2</sup> para los aceros 12F y 18F respectivamente. Esto indica que una mayor presencia de ferrita ofrece una mayor susceptibilidad a procesos de fragilización, lo que hace preocupante su comportamiento ante fenómenos de envejecimiento.

## 7. CONCLUSIONES

Como resultado de este trabajo pueden establecerse las siguientes conclusiones:

- Existe un efecto muy importante (y no deseable) de la presencia de precipitados frágiles como son los de tipo  $\sigma$  ó  $\chi$ , lo que justifica la necesidad un control cuidadoso del tratamiento térmico.
- La tenacidad a temperatura ambiente no se ve influenciada por efecto del contenido en ferrita para materiales sin envejecer.
- Hay una susceptibilidad a la fragilización creciente con el contenido en ferrita, observada de forma clara en los ensayos a baja temperatura y previsible con mecanismos de precipitación por envejecimiento.
- El comportamiento mecánico observado se puede justificar razonablemente desde el análisis fractográfico efectuado.
- El envejecimiento en central a 280°C, durante 10 años, del acero 12F no tiene consecuencias preocupantes a la vista de los resultados.
- El análisis comparativo global ofrece una adecuada metodología para este tipo de estudio que puede hacerse extensiva a los diferentes grados de envejecimiento.

## 8. REFERENCIAS

- [1] Mazorra, L., Gutiérrez-Solana, F., González, J.J. y Varona, J.M., "Fragilización por Envejecimiento de Aceros Inoxidables Moldeados", Rev. Metal., 25(5), 344-361 (1989).
- [2] Mazorra, L., Gutiérrez-Solana, F., González, J.J. y Varona, "Análisis de la Fragilización por Envejecimiento a Baja Temperatura de los Aceros CF8M", Rev. Metal., 25(6), 411-419 (1989).
- [3] Sánchez, L., Gutiérrez-Solana, F., González, J.J. y Alvarez, J.A., "Previsión de la Fragilización por Envejecimiento a Baja Temperatura de los Aceros Inoxidables Austenoferríticos de Moldería" Actas de la Asamblea General del CENIM, III, 135-144 (1990).
- [4] Trautwein, A. y Gysel, W., "Influence of Long-Time Aging of CF8 and CF8M Cast-Steel at Temperatures Between 300°C and 500°C on Impact Toughness and Structural Properties" Stainless Steel Casting, ASTM STP 756, 165-189 (1982).
- [5] Slama, G., Petrequin, P. y Mager, T., "Effect of Aging on Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels Castings and Welds", SMIRT Post-Conference Seminar, Monterey, Ca, 1983.
- [6] Chopra, O.K. y Chung, H.M., "Long-Term Embrittlement of Cast Duplex Stainless Steels in LWR Systems" Nureg/CR-4503, 1986.
- [7] Leger, M.T., "Predicting and Evaluating Ferrite Content in Austenitic Stainless Steels", Stainless Steels Castings, ASTM STP 756, 105-125 (1982).
- [8] EGF P1-90, "EGF Recommendations for Determining the Fracture Resistance of Ductile Materials", European Group of Fracture, December 1989.
- [9] ASTM E813, "A Measure of Fracture Toughness", Annual Book of ASTM Standards, ASTM, Philadelphia, Section 3, vol. 03.01, pp. 700-714 (1989).

RELACION ENTRE MECANICA DE LA FRACTURA Y CORROSION BAJO TENSION DE UN ACERO DUPLEX 22.05 DESDE EL PUNTO DE VISTA FRACTOGRAFICO

E. Erauzkin y A.M. Irisarri

Departamento de Comportamiento y Fiabilidad. División de Materiales Metálicos. INASMET. Camino de Portuetxe, 12. 20.009 SAN SEBASTIAN

Resumen. La relación existente entre la mecánica de la fractura y la corrosión bajo tensión desde el punto de vista fractográfico se ha estudiado en un acero inoxidable dúplex 22.05, el cual ha sufrido diferentes tratamientos térmicos de fragilización en un campo de temperaturas entre 675°C a 825°C para diferentes tiempos, así como su posible regeneración.

Una vez observadas las facetas de todas las probetas ensayadas desde el punto de vista macrográfico se observan similitudes entre ellas, a la vez que las que mayor descenso de tenacidad presentan, también muestran un peor comportamiento frente al ensayo de corrosión bajo tensión. Un estudio en mayor profundidad mediante microscopía electrónica de barrido pone de manifiesto que los mecanismos operantes en ambos casos también presentan ciertas características comunes.

Abstract. The relationship between fracture and stress corrosion cracking behaviour of a duplex stainless steel 22.05 has been studied. Distinct samples have been treated at temperatures in the range between 675 and 825°C for different times. Some of them were regenerated at 1.050°C after sensitization in order to recover their primitive properties. Macroscopic examination of fracture and SSC specimens exhibit a great similitude in the fracture surface topography. Those samples which are more brittle are also those that show a poorest corrosion behaviour. The use of scanning electron microscopy reveals the common characteristics of the fracture and corrosion operating mechanisms.

## 1. INTRODUCCION

Los aceros inoxidables austeno-ferríticos están sustituyendo a los aceros inoxidables austeníticos o ferríticos en base a su buena combinación de propiedades. Esto es: (1)

- \* Más altas propiedades mecánicas que un acero inoxidable austenítico.
- \* Mejores propiedades frente a la corrosión, desde el punto de vista de corrosión localizada y corrosión bajo tensión que los aceros inoxidables austeníticos o ferríticos.
- \* Un coste similar a los aceros inoxidables convencionales.

De todas las familias de aceros inoxidables dúplex, probablemente el 22.05 es el más conocido y empleado. Es, sin embargo conocido el hecho de la facilidad

de precipitación de fases intermetálicas en estos materiales (1) (2) (3) que limitan en gran medida todas sus propiedades. Continuando en la línea de investigación iniciada sobre estos materiales (4), en este trabajo se estudia la relación fractográfica existente entre muestras ensayadas desde el punto de vista de corrosión bajo tensión en presencia de SH<sub>2</sub> y tenacidad a la fractura en un material que ha sufrido tratamientos tanto de precipitación de fases como de regeneración de microestructura posterior.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

El material empleado, en el presente trabajo es una chapa de 13,5 mm. de espesor cuya composición química de acuerdo a la norma ASTM A240 tipo UNS 31803, es la siguiente (%): C 0.017, Si 0.41, Mn 1.48, P 0.028, S 0.001, Cr 22.1, Ni 5.6, Mo 3.0, N 0.13 y resto Fe. Las propiedades mecánicas en estado de recepción y dirección longitudinal son las siguientes: Límite elástico 553 MPa resistencia mecánica 782 MPa, elongación 37%, CTOD en la dirección longitudinal 1,57 mm. y un índice de picadura de 35. Las probetas extraídas de la chapa fueron tratadas en un horno de mufla de laboratorio con un rango de temperaturas comprendido entre 675°C y 825°C para tiempos variables entre 2 y 24 horas para los tratamientos de sensibilización. La regeneración de las estructuras se realizó a partir de tratamientos térmicos a 1.050°C y tiempos comprendidos entre 1/2h. a 6h. La caracterización de la tenacidad a la fractura fue llevada a cabo por medio de ensayos CTOD de acuerdo con la norma British Standard 5762 (5). Los ensayos de corrosión bajo tensión en presencia de SH2 fueron realizados de acuerdo con la norma NACE TM 0177 práctica A (6). Las muestras ensayadas en ambos casos, fueron examinadas en un microscopio electrónico de barrido JEOL el cual lleva incorporado un microanalizador LYNK de energía de rayos X dispersada.

## 3. RESULTADOS

La tabla 1, muestra los resultados de los valores CTOD y tiempo de ruptura en el ensayo de corrosión bajo tensión para las probetas tratadas a 825°C y 675°C. De esta tabla se desprende la gran pérdida de tenacidad encontrada en probetas tratadas a 825°C incluso, sólo dos horas, así como el nefasto comportamiento frente a la corrosión bajo tensión en presencia de SH2. La evolución fractográfica de la superficie de las probetas fue comentada en un trabajo previo (4), encontrándose en ambos ensayos una similitud; esto es fisuras finas y estrechas en el primer tratamiento y más anchas para el segundo. Un examen más detallado de las muestras permite apreciar una fractura con facetas frágiles en el caso de las muestras tratadas a 825°C para ambos ensayos demostrándose por medio del análisis EDS, un avance de las grietas por una fase rica en cromo y molibdeno y que se ha identificado como  $\sigma$  (7) figura 1x2000 y tabla 2. En el caso de las muestras ensayadas según la norma TM 0177, se encuentra que si bien el agrietamiento se produce a través de la fase  $\sigma$  rodeando a ésta y como consecuencia del enriqueci-

miento en níquel a su alrededor (ya que la fase  $\sigma$  supone un mayor contenido en cromo y molibdeno), se forman sulfuros de níquel. La fase  $\sigma$  es una fase de carácter frágil (2) que mantiene una gran avidez por el hidrógeno quedando éste atrapado y pasando el azufre del ácido sulfhídrico a formar los sulfuros mencionados.

Para las probetas que han sufrido un tratamiento térmico a 675°C existen grietas en las juntas de grano austenoferríticas como consecuencia de la precipitación de carburos de cromo que tiene lugar a esta temperatura. Las probetas sometidas al ensayo de corrosión no presentan una fragilización como en el caso anterior siendo más importante el ataque por sulfuros que tiene lugar a partir del empobrecimiento en cromo de las zonas adyacentes a las juntas de grano.

La tabla 3, muestra los resultados obtenidos en ambos ensayos, después de los tratamientos, de regeneración de microestructuras. Según los resultados de los ensayos COD las muestras se han regenerado en todos los casos, obteniéndose una superficie de fractura fundamentalmente constituida por cúpulas dúctiles. El ensayo de corrosión en presencia de SH2 presente una mayor criticidad, ya que en los tratamientos de sensibilización prolongados no se consigue superar el tiempo de ensayo a 720 horas a pesar de los prolongados tratamientos de regeneración. En efecto, la superficie de fractura presenta pequeñas zonas frágiles que deberán ser estudiadas con mayor profundidad (8).

## 4. CONCLUSIONES

\* Se ha encontrado una gran similitud en los micromecanismos de fractura operantes desde el punto de vista de tenacidad a la fractura y corrosión bajo tensión en presencia de SH2 en un acero inoxidable duplex 22.05, que ha sufrido diferentes tratamientos térmicos.

\* En los tratamientos de precipitación de fase  $\sigma$ , se produce una fractura frágil, dominando la fragilización por hidrógeno como mecanismo operante para el caso de las muestras de corrosión.

\* Si el tratamiento es de precipitación de carburos la fractura discurre por las juntas de grano austenoferríticas.

\* No se consigue una regeneración total de la microestructura a 1.050°C después de un prolongado tiempo de sensibilización, al menos desde el punto de vista de la corrosión bajo tensión en presencia de SH2. Temperaturas más altas de tratamiento deberán ser estudiadas.

## 5. BIBLIOGRAFIA

(1) Charles, J. "SuperDuplex stainless steels: structure and properties". Proceedings of the Conference of Duplex Stainless Steel 91. Beaune-France. pp. 151-168. Les éditions de physique.

(2) Solomon, H.D. and Devine, T.M. "Influence of microstructure on the mechanical properties and localized corrosion of a duplex stainless steel. ASTM STP 672 pp.430-461. Am. Soc. Test. Mat. 1.979.

(3) Erauzkin, E. e Irisarri, A.M. "Influence of the Intermetallic phase precipitation on the corrosion properties of a duplex stainless steel". Proceedings of the Conference Life Prediction of the Corrodible Structures. Cambridge. U.K. 1991. NACE

(4) Erauzkin, E. e Irisarri, A.M. "Efectos de la microestructura sobre el Comportamiento a la fractura y frente a la corrosión de un acero inoxidable austeno-ferrítico." Anales de la Mecánica de la Fractura nº8. pp.21-27 Santander 1991

(5) BS 5762. Methods for crack opening displacement (COD) testing. British Standard Institution. London 1979.

(6) TM 0177. Rev. 1990. Testing of Metals for Resistance to Sulphide Stress Cracking at Ambient Temperatures. National Association of Corrosion Engineers.

(7) Erauzkin, E e Irisarri, A.M. Influence of microstructure on the fracture toughness and fracture topography of a duplex stainless steel. Fatigue & Fracture of Engineering Materiales. Vol. 15 nº2 pp.129-137. 1992

(8) Erauzkin, E. Tesis doctoral en fase de realización, U.P.V. 1992

Tabla 1. Resultados de los ensayos CTOD y SSC después de los tratamientos de sensibilización.

TEMPERATURA °C	TIEMPO (h)	COD (mm)	TIEMPO HASTA LA RUPTURA
825	2	0.07	326
825	8	0.064	2
825	24	0.063	2
675	2	0.41	>720
675	8	0.22	401
675	24	0.08	380

Tabla 2. Composición de la fase  $\sigma$  por EDS

Cr.	31%
Ni.	2.2%
Mo.	5.5%

Tabla 3. Resultados de los ensayos COD y SSC después de los tratamientos de regeneración.

TRATAMIENTO DE SENSIBILIZACION T°(C) -t(hr)	TRATAMIENTO DE REGENERACION T(°C) -t(hr)	C.O.D. (mm)	TIEMPO DE RUPTURA (hr) TM-0177
825 - 2	1050-1/2	1.313	>720
	1050-1	1.815	>720
	1050-2	1.353	>720
	1050-4	1.313	>720
825 - 24	1050-1/2	1.238	492
	1050-1 1/2	1.356	590
	1050-2 1/2	1.390	>720
	1050-6	1.344	451
675 - 2	1050-1/2	1.290	>720
	1050-1	1.378	>720
	1050-2	1.263	>720
	1050-4	1.380	>720
675 - 24	1050-1/2	1.323	>720
	1050-1	1.352	>720
	1050-1 1/2	1.349	697
	1050-2	1.368	489

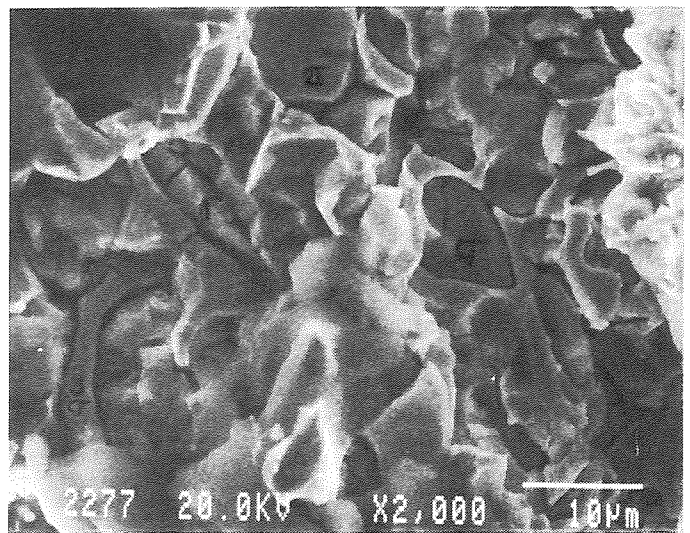


Fig.1 (x2.000)

## FRACTURA DEL ACERO INOXIDABLE AUSTENO-FERRÍTICO AISI-329 ENVEJECIDO A 475 °C

L. Iturgoyen, J. Alcalá y M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica  
E.T.S. de Ingenieros Industriales de Barcelona. Universidad Politécnica de Cataluña

Avd. Diagonal, 647 08028-Barcelona

**RESUMEN.** Se ha estudiado el comportamiento mecánico del acero inoxidable austeno-ferrítico AISI 329 en estado recocido y después de envejecimiento a 475 °C a tracción y en el régimen de fatiga oligocíclica. Se ha determinado que a pesar de la fuerte fragilización que experimenta la fase ferrítica, el acero envejecido presenta excelentes propiedades mecánicas estáticas las cuales se atribuyen a la presencia de austenita. También se pone de manifiesto que las propiedades mecánicas de las fases "in situ" son claramente distintas a las correspondientes a las fases aisladas, como resultado de lo cual no es aplicable la ley de las mezclas para determinar las características del acero utilizando las propiedades de las fases aisladas. También se pone de relieve que la resistencia a la fatiga oligocíclica del acero envejecido es claramente inferior a la del acero recocido, pero superior a la de la fase ferrítica envejecida, lo cual pone de nuevo de manifiesto el importante efecto de la fase austenítica.

**ABSTRACT.** The mechanical behaviour of a duplex stainless steel (AISI 329) in the annealed state and after ageing at 475 °C has been studied in tension and in the low cycle fatigue regime. It is shown that, in spite of the strong embrittlement of the ferritic phase, the aged steel has good static mechanical properties, which are basically associated to the presence of the austenite. The mechanical properties of the phases "in situ" are clearly different from those of the isolated phases. As a result the law of mixtures is not applicable for the estimation of the mechanical properties of the duplex steel from the properties of the isolated phases. Finally, it is found that the low cycle fatigue strength of the aged steel is lower than that of the annealed steel, but higher than that of the aged ferritic phase which again shows the beneficial effect of the austenite in the aged steel.

### 1.-INTRODUCCIÓN.

Los aceros inoxidables austeno-ferríticos poseen una excelente resistencia a la fatiga y a la corrosión. Sin embargo su utilización a temperaturas intermedias (275-525 °C) es limitada debido a la fragilización de la fase ferrítica lo cual está básicamente relacionado con la descomposición espinodal de la solución sólida Fe-Cr. La razón de la fuerte influencia de la descomposición espinodal sobre la fragilización de la fase ferrítica es todavía desconocida [1].

La resistencia a la rotura de estos aceros tanto en estado recocido como después de ser fragilizados térmicamente, presenta varios aspectos importantes sobre los cuales todavía no existe un conocimiento detallado. A pesar de los numerosos trabajos realizados sobre las características de la deformación y la fractura de los materiales compuestos, en el caso de aleaciones conteniendo cantidades similares de dos fases dúctiles este conocimiento es escaso.

La mayoría de estudios realizados hasta el presente se han centrado en la determinación de la energía absorbida en el impacto y en la variación de la microdureza de la ferrita en función del tiempo de envejecimiento [2].

En el trabajo presente se describen los primeros resultados obtenidos de un estudio del comportamiento mecánico de un acero duplex (AISI 329) elaborado por ACENOR, en estado recocido y después de ser envejecido a 475 °C. Se analiza la respuesta a tracción y bajo sollicitaciones dinámicas en el régimen de fatiga oligocíclica.

### 2.-PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

El acero inoxidable austeno-ferrítico fue elaborado por ACENOR (SS 2324, AISI 329) y fue suministrado en forma de redondos de 21 mm de diámetro laminado en caliente entre 900 y 1050 °C, y posteriormente fue

recocido durante 3 horas a 1100 °C e hipertemplado en agua. La composición química del acero viene dada en la Tabla 1.

Se prepararon probetas cilíndricas adecuadas para la realización de los ensayos de tracción y de fatiga oligocíclica. Una vez mecanizadas se realizó un tratamiento de recocido a 1000 °C durante 1 hora, para así aumentar la proporción de fase austenítica en el acero. La proporción de fases finalmente resultante fue de un 40% de austenita por un 60 % de ferrita. La microestructura final puede observarse en la Fig. 1. La fase continua de aspecto más oscuro es ferrita mientras que la fase más clara es austenita, la cual está en forma de partículas alargadas en la dirección longitudinal con un tamaño promedio de 30 micras y una anchura de 8 micras. Posteriormente al recocido, las probetas fueron rectificadas y pulidas hasta obtener un aspecto especular en toda la zona de ensayo.

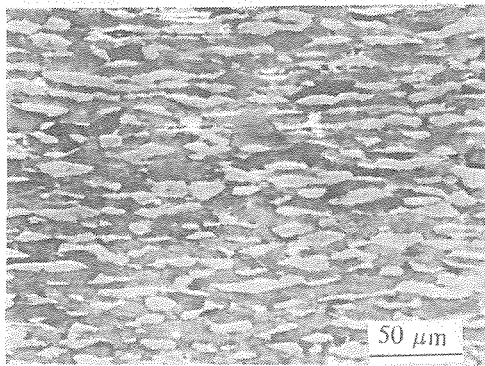


Fig. 1. Microestructura del acero en la dirección transversal.

Los ensayos de tracción se efectuaron en una máquina electromecánica Instron 4507 con control digital y a temperatura ambiente. La deformación se midió mediante un extensómetro de longitud inicial de 25 mm y 50% de deformación máxima. El control de los ensayos se realizó por ordenador, en control de posición con una velocidad de deformación de  $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Los ensayos de fatiga oligocíclica se llevaron a cabo en una máquina servohidráulica de fatiga Instron 1342 con control digital y a temperatura ambiente. Los ensayos de deformación cíclica se realizaron mediante el control de deformación total medida con un extensómetro colocado sobre la superficie de la probeta. La velocidad de deformación total se mantuvo constante durante el ensayo con un valor igual a  $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  utilizando una onda de forma triangular y la frecuencia fue ajustada de forma adecuada para que la velocidad de deformación fuera constante. Los ciclos de histéresis fueron almacenados en un registrador X-Y.

3.-RESULTADOS.

3.1.-Ensayos de tracción.

En la Fig. 2 puede observarse la evolución del límite elástico, carga a rotura, alargamiento a carga máxima y alargamiento a rotura y la reducción en área, con el tiempo de envejecimiento a 475 °C. Nótese el gran aumento del límite elástico y de la carga a rotura y la disminución del alargamiento y la reducción en área.

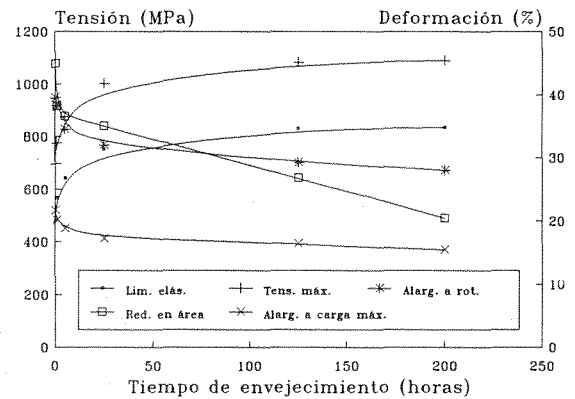


Fig. 2. Evolución de las propiedades mecánicas estáticas con el tiempo de envejecimiento.

Tabla 1. Composición química del acero estudiado

C	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Si	Mn
0.036	24.65	5.40	1.40	0.072	0.21	0.34	1.73

Datos del fabricante

Tabla 2. Propiedades mecánicas y coeficientes de la ecc. de Ramberg-Osgood.

Material	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$\epsilon_{rot}$ (%)	$\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)	E (MPa)	$S_f$ (MPa)	n	$r^2$	R (%)
Recocido	494	38.5	696.7	184500	1001.3	8	0.96	44.91
Env. 1 h.	566	38.2	774.8	182400	1072.4	8.28	0.97	37.11
Env. 5 h.	640	34.4	873.7	207900	1223.3	8.80	0.98	36.54
Env. 25 h.	752	31.9	1001	175100	1352.5	8.14	0.98	36.6
Env. 125 h.	830	29.2	1082	174100	1600.2	7.82	0.96	27.78
Env. 200 h.	833	22.5	1090	178400	1566.2	8.36	0.98	20.45

$r^2$  es el coeficiente de correlación de los ajustes potenciales de la ecc. de Ramberg-Osgood.



Estas variaciones son notables para tiempos de envejecimiento cortos, mientras que para tiempos más largos el endurecimiento tiende a estabilizarse. Sin embargo, se puede constatar que incluso después de 200 horas de envejecimiento, el fenómeno de fragilización, todavía no está saturado. Obsérvese que el incremento en el límite elástico al producirse la estabilización de éste después del envejecimiento es de alrededor de 325 MPa. Nótese también que la reducción en el alargamiento es significativa en las primeras 25 horas de envejecimiento, después de este tiempo el único parámetro que sigue variando significativamente es la reducción de área en la zona de estricción. También cabe destacar que el área bajo las curvas de tracción sufre un ligero incremento durante las primeras 25 horas de envejecimiento y después permanece constante.

En la Tabla 2 se detallan los parámetros de la ecuación de Ramberg-Osgood [3], ajustada a las curvas medias de los ensayos de tracción, las cuales se obtuvieron a partir de tres ensayos. La ecuación viene definida por:

$$\epsilon_{tot} = \epsilon_{el} + \epsilon_{pl} = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{S_f}\right)^n \quad (1)$$

donde n es el coeficiente de endurecimiento y  $S_f$  es un parámetro que a veces se denomina "tensión de fluencia". El coeficiente de endurecimiento no varía de forma significativa en el acero envejecido a 475 °C.

Para determinar los cambios en la resistencia a la deformación plástica de cada fase del acero producidos por la deformación plástica y por el envejecimiento a 475 °C, se midió la microdureza Vickers de ambas fases con un carga de 10 g. Los resultados se indican en la Tabla 3. Las microdurezas se determinaron sobre un corte longitudinal en probetas ensayadas hasta la formación de la estricción en una posición correspondiente al 30% de reducción en área.

Los cortes longitudinales, una vez pulidos y atacados fueron observados mediante microscopía electrónica de barrido, para determinar los mecanismos de fractura. En el acero recocido (Fig. 3 (a)) en ambas fases se observan cavidades formadas alrededor de partículas, mientras que en el acero envejecido las microgrietas generalmente observadas se nuclean por descohesión de la interfase ferrita-austenita y ferrita-ferrita (Fig. 3 (b)).

Tabla 3. Microdureza de las fases constituyentes del acero después de diferentes tratamientos.

Fase	Recocido	Envejecido <sup>1</sup>	Deformado <sup>2</sup>	Env. + Def.
$\alpha$	232	374	258 ± 15	356 ± 25
$\gamma$	225	231	293 ± 15	323 ± 25

<sup>1</sup>Envejecido 200 horas a 475 °C. <sup>2</sup>Deformado un 30%.

3.2.-Ensayos de fatiga oligocíclica.

En la Fig. 4 se pueden observar las curvas de endurecimiento-ablandamiento obtenidas deformando probetas vírgenes a distintas amplitudes de deformación total, tanto para el material sin envejecer como para el

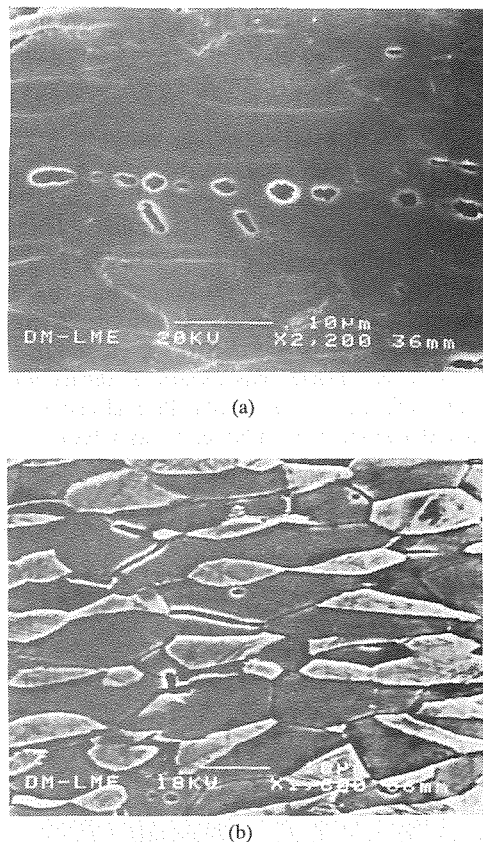


Fig. 3. Cortes longitudinales perpendiculares a la superficie de fractura de las probetas de tracción; a) acero recocido y b) acero envejecido 200 horas a 475 °C.

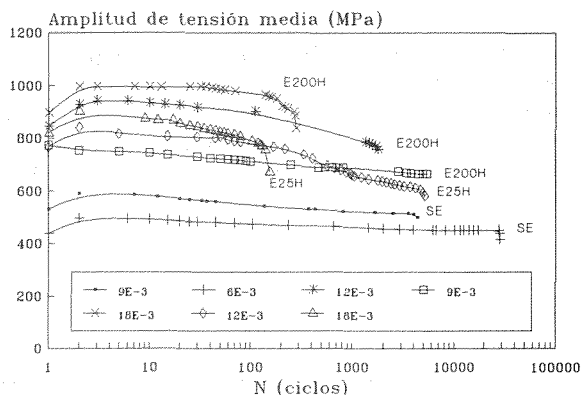


Fig. 4. Curvas de endurecimiento-ablandamiento. E200H: acero envejecido 200 horas, E25H: acero envejecido 25 horas y SE: acero recocido

material envejecido 25 y 200 horas. Puede notarse como para el acero envejecido 200 horas hay un período en el cual la carga se mantiene constante, este período depende de la amplitud de la deformación total a la que ha estado sometida la probeta. En general, se observa un endurecimiento pronunciado únicamente durante los dos primeros ciclos, posteriormente el pico de carga del ciclo de histéresis se mantiene casi constante para después disminuir. Este ablandamiento es más acusado en el acero envejecido deformado a amplitudes grandes.

La curva cíclica (Fig. 5) se obtuvo graficando el pico de carga en la saturación, en función de la amplitud de deformación plástica (la mitad de la anchura del ciclo de histéresis). También se han representado las curvas de tracción correspondientes al acero no envejecido y al acero envejecido durante 200 horas; obsérvese que las curvas cíclicas presentan un mayor endurecimiento con valores de  $n=3,28$  para el acero envejecido y  $n=7.14$  para el acero recocado respectivamente, debido fundamentalmente al endurecimiento durante los dos primeros ciclos.

Dentro de esta serie de ensayos varias probetas fueron deformadas cíclicamente hasta la rotura, en orden a investigar la influencia del envejecimiento sobre la vida a fatiga en el régimen de fatiga oligocíclica. Los resultados están indicados en la Fig. 6 donde puede observarse que una línea recta puede ser ajustada a través de los puntos experimentales, es decir, obedecen la ecuación de Coffin-Manson, la cual viene dada por:

$$\epsilon_p(2N_f)^c = \epsilon_f' \quad (2)$$

donde los parámetros  $\epsilon_f'$  y  $c$  obtenidos para el material estudiado están indicados en la Tabla 3 y  $N_f$  es el número de ciclos hasta la fractura.

Tabla 4. Parámetros de la ec. de Coffin-Manson.

Material	c	$\epsilon_f'$	$r^2$
Sin env.	0.52	0.2	0.96
Env. 200 h.	0.30	0.024	0.99

$r^2$ : Coeficiente de correlación del ajuste potencial

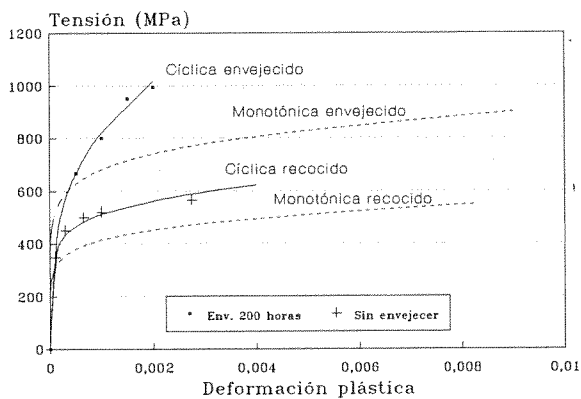


Fig. 5. Curvas cíclica y monotónica para el acero recocado y el acero envejecido 200 horas a 475 °C.

3.3.-Estudio fractográfico.

El aspecto de las superficies de fractura de las probetas de tracción sufre un cambio radical durante el envejecimiento a 475 °C. Por una parte, el acero recocado presenta una fractura dúctil típica de copa-cono con microcavidades en la región central producidas por la separación de la matriz y las partículas presentes (Fig. 7 (a)). Por otra parte, en el caso del acero envejecido 200 horas se observa una zona central fibrosa de una extensión muy pequeña (alrededor de 0.3 mm) y el resto tiene un aspecto predominantemente

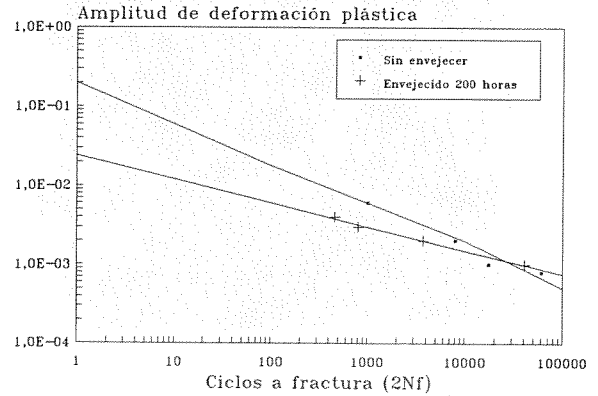
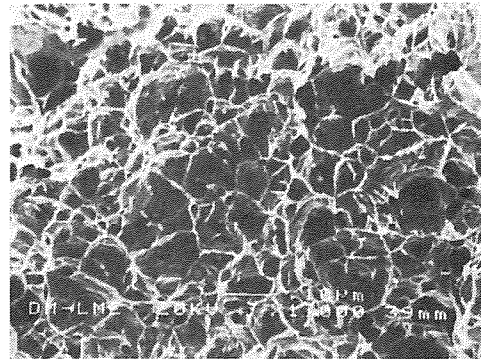
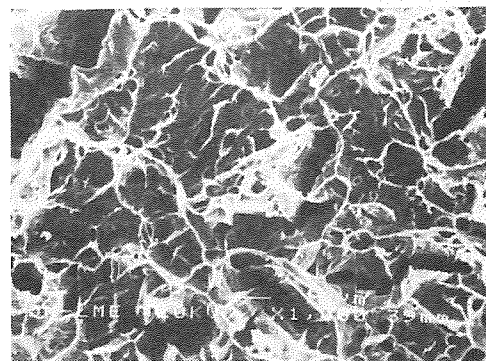


Fig. 6. Curvas de Coffin-Manson.

frágil con grietas secundarias perpendiculares a la superficie de fractura (Fig. 7 (b)). El tamaño de esta zona es mayor en la probeta envejecida 125 horas (0.5 mm). Sin embargo, nótese que entre algunos granos clivados también existen algunas zonas dúctiles.



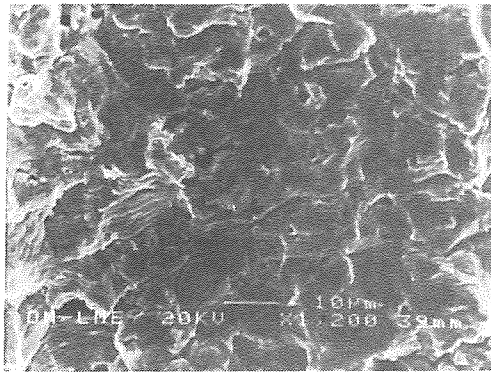
(a)



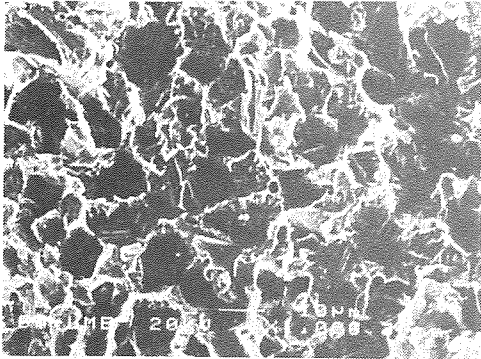
(b)

Fig. 7. Superficies de fractura de los ensayos de tracción, a) acero recocado y b) acero envejecido 200 horas a 475 °C.

En el caso del acero recocado, las superficies de fractura de las probetas de fatiga presentan las estrías características producidas por la propagación de la grieta en metales dúctiles. La distancia entre estrías contiguas es básicamente la misma en ambas fases. También puede verse grietas secundarias a lo largo de las interfases (Fig. 8 (a)). El aspecto es muy distinto en el material envejecido



(a)



(b)

Fig. 8. Superficies de fractura de la zona de propagación de los ensayos de fatiga, a) acero recocido y b) acero envejecido 200 horas a 475 °C.

durante 200 horas (Fig. 8 (b)). En este acero la fase ferrítica se fractura por clivaje mientras que los granos de austenita muestran signos de evidente deformación plástica aunque no aparecen estrías de fatiga sino más bien rotura por cizallamiento.

#### 4.-DISCUSIÓN.

Es bien conocido que el envejecimiento a 475 °C produce una fuerte fragilización de la fase ferrítica de los aceros inoxidable de alto contenido en cromo. El principal cambio microestructural responsable de este fenómeno es la descomposición espinodal de la fase ferrítica en zonas ricas en cromo y zonas ricas en hierro [4]. El mecanismo exacto de reducción de la tenacidad no es bien conocido, aunque se ha sugerido que está relacionado con una menor resistencia al inicio del clivaje de las zonas ricas en Cr [5]. Por otra parte, el aumento en el límite elástico de la fase ferrítica parece provenir de una mayor resistencia al deslizamiento debido al campo de tensiones internas generadas por el desajuste elástico entre las zonas [5].

Para entender el comportamiento mecánico del acero austeno-ferrítico estudiado, es fundamental conocer el comportamiento de las dos fases que constituyen el material, aunque debe señalarse que todavía no existe una teoría capaz de predecir el comportamiento de las aleaciones bifásicas cuando ambas tienen un comportamiento dúctil.

La fase austenítica tiene una composición química similar a la de los aceros inoxidable austeníticos aunque con un menor contenido en níquel y un mayor contenido en cromo. Las características mecánicas no son afectadas por el envejecimiento a 475 °C. En cuanto a la fase ferrítica, su composición es similar a la de los aceros ferríticos de alto contenido en cromo y el envejecimiento a 475 °C produce una dramática disminución en la tenacidad (menos de 10 J de energía absorbida en el ensayo de resiliencia después de 50 horas de envejecimiento a 475 °C [6]), así como en los parámetros de tracción (carga de rotura  $\approx 950$  MPa, alargamiento máximo  $< 0.2$  %, después de 200 horas de envejecimiento a 475 °C). Las propiedades estimadas de las dos fases se presenta en la Tabla 5.

La aplicación directa de la ley de las mezclas al acero austeno-ferrítico utilizando las propiedades de las fases aisladas, en general, no proporciona resultados correctos. La razón estriba en que las propiedades de las fases "in situ" no son idénticas a las obtenidas en cada fase por separado. Es decir, existe una fuerte interacción entre ambas fases, lo cual se refleja en importantes cambios en las propiedades mecánicas de las fases. Por esta razón Tamura et al. [7] han propuesto una ley de las mezclas "modificada" (3):

$$\sigma_c = \overline{\sigma}_\alpha V_\alpha + \overline{\sigma}_\gamma V_\gamma \quad (3)$$

donde V es la fracción de volumen y  $\sigma$  es el valor medio de la componente de la tensión paralela a la dirección de la carga aplicada,  $\sigma_c$ . El valor medio se calcula sobre planos perpendiculares a la dirección de la carga. Es obvio que si en lugar de considerar las propiedades de las fases "in situ" consideramos en la ecuación anterior las propiedades de las fases aisladas, no es posible explicar el comportamiento del acero. Por ejemplo, si indicamos con un asterisco las propiedades resultantes de envejecer el acero 200 horas a 475 °C, tenemos que  $V_\alpha^* = V_\alpha$ ,  $V_\gamma^* = V_\gamma$ ,  $\sigma_\alpha^* = \sigma_\alpha$ , y, por consiguiente, el incremento en el límite elástico del "composite" es:

$$\Delta \sigma_c^* = (\sigma_\alpha^* - \sigma_\alpha) V_\alpha \approx 222 \text{ MPa} \quad (4)$$

mientras que el aumento observado es igual a 325 MPa.

De forma similar, si consideramos que la fase ferrítica es completamente frágil, la deformación máxima del acero viene dada por la deformación de la fase dúctil multiplicada por la fracción de volumen de austenita. El resultado es que es necesario que la austenita se deforme alrededor del 56%, lo cual es un valor ligeramente superior al alargamiento observado en esta fase aislada. Esto pone claramente de relieve que los parámetros a introducir en la ley de mezclas, efectivamente, no pueden ser los correspondientes a las fases por separado. Existen varios factores que influyen en el límite elástico, alargamiento y carga a rotura de las fases. Los más importantes en el caso estudiado podrían ser: a) el pequeño tamaño de grano de las fases debido a su interacción durante el proceso de recristalización; b) el

constreñimiento plástico mutuo durante la deformación. Este último efecto ha sido considerado recientemente como el principal para entender el comportamiento de diversos composites con una matriz frágil y una fase dúctil como refuerzo [8]. Las tensiones hidrostáticas que se generan debido a este efecto producen unas características mecánicas más "duras" de la fase más blanda y una respuesta más "blanda" de la fase más dura.

A partir de las microdurezas medidas en ambas fases (Tabla 3) se observa que el endurecimiento por deformación en el acero envejecido es bien distinto al del acero recocido: en el acero recocido ambas fases aumentan su dureza durante la deformación y la austenita se endurece en mayor medida que la ferrita, lo cual es compatible con deformaciones similares en ambas fases ya que el coeficiente de endurecimiento de la austenita es claramente superior al de la ferrita. Más significativo es el hecho de que la ferrita envejecida no aumente su microdureza durante la deformación del composite, mientras que la austenita se endurece en mayor proporción que durante la deformación del acero recocido. Esto parece indicar que gran parte de la deformación del acero envejecido proviene de la deformación de la austenita.

La fracción de clivaje en las superficies de fractura del acero envejecido es bastante superior a la fracción de volumen de esta fase. La razón de este fenómeno puede estar en que, por una parte, las grietas se originan en las interfases (por esta razón aparecen muchas grietas secundarias) y el camino seguido por la grieta inestable es un camino preferencial en la ferrita. Por otra parte, puesto que la deformación plástica ocurre en la austenita, las partículas de ésta, y particularmente las que se cruzan en el camino de la grieta están muy deformadas de manera que ha habido una gran reducción en área y aparecen como zonas pequeñas entre los granos de ferrita.

Tabla 5. Propiedades mecánicas de las fases aisladas

Fase	$\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	$\sigma_{max}$ (MPa)	A (%) (50 mm)
$\gamma$ (ac. inox. austen.)	300	550	42
$\alpha$ (ac. inox. superferr.)	580	690	30
$\alpha$ (env. 200 h./475 °C)	--	950	< 2%

La resistencia a la fatiga oligocíclica del acero austeno-ferrítico disminuye con el envejecimiento a 475 °C especialmente a amplitudes de deformación plástica grandes. A medida que disminuye la amplitud, la diferencia en resistencia a fatiga oligocíclica de ambos aceros disminuye, y a amplitudes en el régimen de fatiga a alto número de ciclos el acero envejecido tiende a una resistencia superior aunque este régimen no ha sido estudiado en detalle. Este comportamiento es característico de las aleaciones metálicas. En el caso de un acero ferrítico y envejecido a 475 °C, el comportamiento es todavía más acusado [6]. Es decir, la austenita en el austeno-ferrítico aumenta la resistencia a fatiga del acero envejecido en el régimen de fatiga oligocíclica con respecto a la resistencia del acero completamente ferrítico envejecido bajo las mismas condiciones.

La razón de esta diferencia se pone claramente de relieve por el cambio del mecanismo de propagación de la grieta de fatiga ocasionado por el envejecimiento. Por una parte, en el acero recocido la propagación se produce por un mecanismo completamente dúctil en ambas fases, lo cual se evidencia por la presencia de estrías dúctiles. En cambio, en el acero envejecido 200 horas a 475 °C, la grieta se propaga por clivaje en la ferrita y con deformación plástica apreciable en la austenita. Es decir, la grieta una vez nucleada, se propaga fácilmente por la ferrita, pero es frenada por los ligamentos dúctiles de austenita que encuentra en su camino.

5.-AGRADECIMIENTOS.

Los autores agradecen a la Comisión Europea del Carbón y del Acero (CECA) la financiación del presente trabajo mediante el proyecto P2719V2.

6.-BIBLIOGRAFÍA.

[1] P.H. Pumphrey, G.D.W. Smith y M. Prager, Mater. Sci. Technol., 6, p. 210 (1990)

[2] H.W. Hayden y S. Floreen, Metall. Trans., 4, p. 561 (1973).

[3] D. Broek, "The practical use of fracture mechanics", Kluwer Academic Publishers, USA (1989).

[4] R. Langeborg, Acta Polytech. Scand., 62, (1) (1967).

[5] K.H. Park, J.C. LaSalle, L.H. Schwartz y M. Kato. Acta Metall, 34, (9), pp. 1853-1865 (1986).

[6] M. Anglada y M. Nasarre, Anales de Mecánica de la Fractura, 4, pp. 303-313 (1987).

[7] I. Tamura, Y. Tomota y H. Ozawa, Proc. 3<sup>rd</sup> Int. Conf. Strength of Metals and Alloys, Institute of Metals and Iron and Steel Institute, Londres, 1, p. 611 (1973).

[8] M.H. Poech y H.F. Fischmeister, Acta Metall. Mater., 40, (3), pp. 487-494 (1992).

**Ductile Fracture of an Embrittled Stainless Steel under Mode I+II Loading :  
Experimental Evaluation of the R6 Method**

By KL.Jeon, B.Marini, D.François

CEA/CEREM/DTM/SRMA, Centre d'Etudes de Saclay  
91191 Gif-sur-Yvette (FRANCE)

**Résumé.** La stabilité des fissures sous chargement de type mode mixte I+II a été étudiée pour l'acier inoxydable austénitique type 316L SPH vieilli à 700°C pendant 1000 heures. Les caractérisations métallurgiques et mécaniques ont été effectuées dans les sens de prélèvement T, L et TL. Les essais en mode mixte I+II, mode II pur et mode I pur ont été réalisés sur barreaux de flexion à quatre points d'appui dissymétriques et symétriques. Lors des essais, l'ouverture et le glissement de la fissure ont été mesurés à l'aide d'une extensométrie à trois capteurs. La charge limite et l'intégrale J ont été calculées et une validation de la règle R6 a été réalisée dans ses trois options. L'estimation de l'amorçage est conservatrice dans tous les cas : plus la sollicitation est proche du mode I pur, plus les résultats sont conservatifs. L'amorçage de la fissure peut être estimé avec le F.A.D. obtenu à partir de résultats expérimentaux pour chaque mode.

**Abstract.** The ductile fracture behavior under mixed mode I+II loading is studied for a 316L stainless steel thermally aged for 1000 hours at 700°C. Microstructural examinations and mechanical tests (tension, Charpy impact and fracture toughness CTJ tests) were performed in three different orientations of specimen selection (T, L and TL). Asymmetric and symmetric four-point bend specimens were tested under mixed-mode I+II and pure mode I and II loadings. Both crack opening and crack sliding displacements were measured by a triple-extensometer. The limit load and approximate J-integral analyses were carried out. The R6 method was applied in its three options, giving a conservative prediction of the crack initiation. With the F.A.D. derived from the experimental data for each mode, the crack initiation loads could be well estimated.

## 1. INTRODUCTION

The present work addresses the problem of ductile mixed-mode fracture behavior in fast breeder reactor components. To simulate the embrittlement of material due to thermal aging in service conditions, especially at the end of its life time, a plate of 316L stainless steel was thermally aged for 1000 hours at 700°C.

Metallurgical and mechanical properties are characterized in three different orientations of specimen selection : the anisotropy or heterogeneity of the material may be important in mixed-mode fracture.

In ductile materials under mixed-mode loading, the LEM analyses are inadequate and the plastic deformation is significant at crack tip region. The J-integral analysis is to be carried out and the R6 method using limit load analysis may be more appropriate for wide range of mixed-mode loading I+II.

## 2. MATERIAL PROPERTIES

The chemical composition of the 316L stainless steel is presented in table 1. Microscopic examinations in three faces T-S, L-S and L-T showed the presence of very little quantity of ferrite (<1%) and the material was rather anisotropic in microstructure with its banded ferrite along the longitudinal direction.

Table 1. Chemical composition of the material (weight %)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P
0.024	0.34	1.82	12.4	17.0	2.49	0.002	0.020

Mechanical tests were performed in three different orientations T-L, L-T and TL-LT : uniaxial tension, Charpy-U impact and fracture toughness CTJ tests (table 2).

Table 2. Summary of the mechanical properties

tests	orientation	T	L	TL	average	T: initial
tension	E (MPa)	190000	190000	190000	190000	190000
	Sy(MPa)	299	305	299	301	279
	Su(MPa)	658	669	652	660	596
	e.fr (%)	32,3	32	32,5	32	56
	R.A. (%)	50,7	54	56,4	54	66
Charpy impact	Kcu (daJ/cm <sup>2</sup> )	8,2	9,4	9	8,9	31,6
	3.2 Kcu (kJ/m <sup>2</sup> )	262	301	286	283	1011
fracture toughness J	J <sub>1c</sub> (kJ/m <sup>2</sup> )	168	263	277	236	-
	J <sub>0.2</sub> (kJ/m <sup>2</sup> )	262	436	426	375	-

It shows that the material was significantly embrittled due to the thermal ageing for 1000 hours at 700°C and it is equivalent to that for more than 5000 hours at 650°C or 10<sup>5</sup> hours at 550°C in terms of Charpy-U impact energy : order of 30 daJ/cm<sup>2</sup> before aging and 10 daJ/cm<sup>2</sup> after aging. It must be also noted that the fracture toughness are more elevated in the L-T and TL-LT orientations than that in the T-L orientation, while the tensile properties are nearly equal in the three orientations concerned (figures 1, 2).

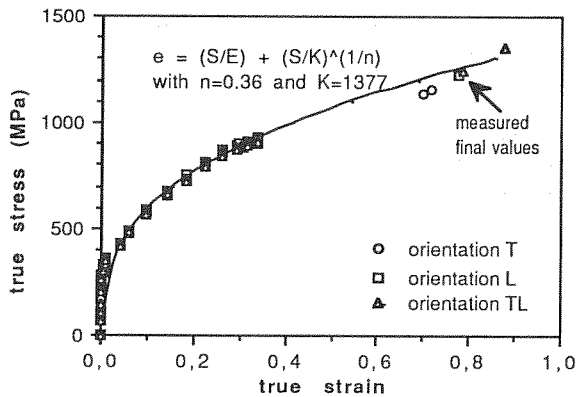


Figure 1. True stress-strain curve with the Ramberg-Osgood equation

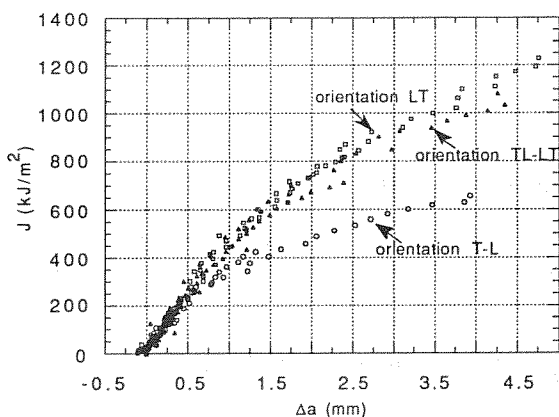
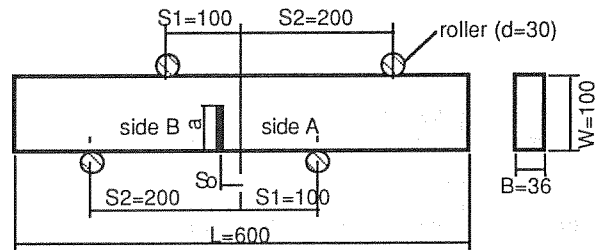


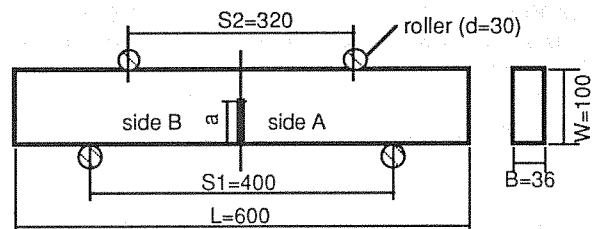
Figure 2. J-Δa curves with CTJ25 specimens

3. MIXED-MODE EXPERIMENTS

Mixed-mode experiments were performed using single edge-notched specimens : under asymmetric four-point loading for mixed mode I+II and pure mode II and under symmetric four-point bend loading for pure mode I (figure 3).



(a) asymmetric specimen for mixed-mode I+II and pure mode II



(b) symmetric bend specimen for pure mode I

Figure 3. Asymmetric and symmetric specimens

3.1. Stress intensity factors

The stress intensity factors, K<sub>I</sub> and K<sub>II</sub>, were separately calculated by Wang et al. and the same results were deduced by Bui using the symmetrical and asymmetrical components of the J-integral in linear elasticity [1, 2, 3].

$$K_I = \frac{M}{B w^{3/2}} F_I\left(\frac{a}{w}\right) \text{ and } K_{II} = \frac{Q}{B w^{1/2}} F_{II}\left(\frac{a}{w}\right) \quad (1)$$

where  $F_I(\alpha) = 6\sqrt{\pi\alpha} \left\{ 1.122 - 1.4\alpha + 7.33\alpha^2 - 13.08\alpha^3 + 14\alpha^4 \right\}$   
 and  $F_{II}(\alpha) = \sqrt{\pi\alpha} \left\{ 3.3645\alpha - 1.051\alpha^2 - 0.526\alpha^3 + 1.89\alpha^4 \right\}$

3.2. Test procedure and results

Six specimens in T-L orientation were tested under different mixed-mode : K<sub>II</sub>/K<sub>I</sub> = 0.3, 0.5, 1, 2 and pure mode I and II (table 3). Three relative displacements were measured instantaneously by a triple-extensometer at the crack mouth and then both crack opening and sliding displacements were calculated. The crack initiation was detected by a potential drop technique, a crack tip strain measurement [4] and a visual method with photos. The variations of load, displacement, crack mouth opening and sliding displacements at the crack initiation are presented as a function of the mode mixity  $\psi = \tan^{-1}(K_{II}/K_I)$  (figure 4).

Table 3. Results of the mixed-mode experiments on asymmetric and symmetric bend specimens (at the crack initiation)

	test 1	test 2	test 3	test 4	test 5	test 6
KII/KI	1	0.5	2	0 mode I	infini mode II	0.3
ao(mm) af(mm)	63.1 73.6*	62.2 71.6	62.4 73.9	67.9 75.6	63.8 73.1	71.7 81.0
force(kN) displacement(mm)	890 6.17	650 3.95	955 6.17	325 2.16	970 8.05	565 3.79
CMOD(mm) CMOA(°)	0.734 0.528	0.495 0.426	0.156 0.168	1.995 1.450	0.022 0.033	1.075 0.740
CMSD(mm) √(CMOD <sup>2</sup> + CMSD <sup>2</sup> ),mm	0.729 1.034	0.224 0.543	0.722 1.160	0.023 1.995	0.880 0.880	0.247 1.103

note \*: visual crack length on the photo at fracture

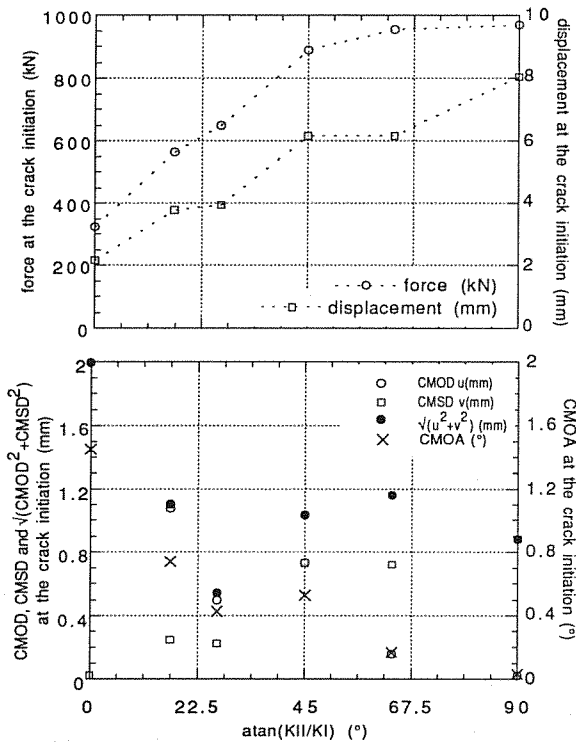


Figure 4. Variation of force, displacement, crack mouth opening and sliding displacements at the crack initiation in function of mode mixity

4. LIMIT LOAD AND DEFORMATION J

The R6 method provides an approach of interpolation between plastic collapse and linear elastic fracture. A simple assessment is performed using limit load and, in the option 3, J-integral analysis is to be carried out.

4.1. Limit load

For asymmetric four-point (bend) specimen in plane strain condition with the Von Mises criteria, the lower and upper bounds of limit load can be calculated from the formulas derived by Ewing et al. [5, 6] :

$$P_L = \frac{S_2 + S_1}{S_2 - S_1} \frac{b^2 B}{[16b^2 + 4b^2]^{1/2}} \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_f\right) \text{ nominal lower bound (2)}$$

$$P_L = \frac{S_2 + S_1}{S_2 - S_1} \frac{b^2 B}{[9b^2 + 4b^2]^{1/2}} \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_f\right) \text{ approximate upper bound (3)}$$

And for symmetric four-point bend specimen,

$$P_L = \frac{B b^2}{S_2 - S_1} \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_f\right) \text{ lower bound (4)}$$

$$P_L = 1.2606 \frac{B b^2}{S_2 - S_1} \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_f\right) \text{ upper bound (5)}$$

For conservative prediction in the R6 method, an upper bound may be appropriate.

4.2. Deformation J

The usual form of J-integral is given by :

$$J = -\frac{1}{B} \frac{\partial U}{\partial a} \text{ or } J = -\frac{1}{B} \int_0^{\delta} \left| \frac{\partial P}{\partial a} \right|_{\delta} d\delta = \frac{1}{B} \int_0^P \left| \frac{\partial \delta}{\partial a} \right|_P dP \text{ (6)}$$

where U = total absorbed energy at load point (or area under the load-displacement curve), P = applied load and δ = displacement at load point

For laboratory estimation of J-integral, more general form of equation (6) with geometric correction factor η is useful [7, 8] :

$$J = J_e + J_p = \eta_e \frac{U_e}{B b} + \eta_p \frac{U_p}{B b} \text{ (7)}$$

Here the total energy is divided into elastic and plastic components U<sub>e</sub> and U<sub>p</sub> respectively.

In linear elasticity for mixed-mode loading, the geometric factors η<sub>Ie</sub> and η<sub>IIe</sub> can be calculated from the elastic compliances and the stress intensity factors :

$$J_e = J_{Ie} + J_{IIe} = \eta_{Ie} \frac{U_{Ie}}{B b} + \eta_{IIe} \frac{U_{IIe}}{B b} \text{ (8)}$$

$$\text{where } \eta_{Ie} = \frac{K_I^2}{E'} \frac{B b}{U_{Ie}} \text{ and } \eta_{IIe} = \frac{K_{II}^2}{E'} \frac{B b}{U_{IIe}}$$

In perfectly plastic materials, if we have a functional relation of load and displacement, P = A(a) φ and δ = C(a) ξ, where A(a) and C(a) are functions of a only and φ is a function of ξ, the J-integral can be represented for a non-growing crack [9] :

$$J = \frac{1}{B} \left\{ -\frac{dA/da}{A} \int_0^{\delta} P d\delta + \frac{dC/da}{C} \int_0^P \delta dP \right\} \text{ (9)}$$

Using limit load analyses, the  $\eta_{I p}$  and  $\eta_{II p}$  can be determined and an approximation of the plastic deformation  $J_p$  is found :

$$J_{I p} = \eta_{I p} \frac{U_{I p}}{B b} \text{ with } \eta_{I p} = 2 \text{ for pure mode I} \quad (10)$$

$$J_{II p} = \eta_{II p} \frac{U_{II p}}{B b} \text{ with } \eta_{II p} = 1 \text{ for pure mode II} \quad (11)$$

$$J_{I+II p} = \eta_{I+II p} \frac{U_{I+II p}}{B b} \text{ with } \eta_{I+II p} = \frac{2(9S_0^2 + 2b^2)}{(9S_0^2 + 4b^2)} \text{ for mixed-mode} \quad (12)$$

,where  $U_{I p}$  is the plastic portion of the absorbed energy in mode I,  $U_{II p}$  in mode II and  $U_{I+II p}$  in mode I+II respectively

Here  $U_{I+II p}$  may be obtained directly from the area under load - plastic displacement curve or from the sum of areas under moment - plastic rotation curve and shearing - plastic sliding curve. It is noted that the  $\eta_{I+II p}$  tends to  $\eta_{I p}$  as  $S_0$  becomes sufficiently large respect to  $b$  (i.e. pure mode I) and equals to  $\eta_{II p}$  as  $S_0$  becomes zero (i.e. pure mode II).

Finally, the J-integral in elastic-perfect plastic materials can be determined by sum of its elastic and plastic components and the incremental procedure may be used to consider the crack growth [10].

**5. APPLICATION OF THE R6 METHOD**

The R6 method (Rev.3) [11] was applied to the mixed-mode experiments to estimate the crack initiation.

The option 1 F.A.D. is

$$K_r = \left( 1 - 0.14 L_r^2 \right) \left[ 0.3 + 0.7 \exp(-0.65 L_r^6) \right] \quad (13)$$

, which is particularly useful for austenitic materials.

For the option 2 F.A.D., the true stress-strain curve of the material is used :

$$K_r = \left( \frac{E \epsilon_{ref}}{L_r \sigma_y} + \frac{L_{rref}^3 \sigma_y}{2 E \epsilon_{ref}} \right)^{-1/2} \text{ and } L_r = \frac{\sigma_{ref}}{\sigma_y} \quad (14)$$

, where  $(\epsilon_{ref}, \sigma_{ref})$  are coordinate points on the true stress-strain curve.

The option 3 F.A.D. requires a J-integral analysis of the cracked structure. The coordinate of the assessment curve is

$$K_r = \left( \frac{J}{J_{el}} \right)^{1/2} \text{ and } L_r = \frac{P}{P_y} \quad (15)$$

, where J may be evaluated either by numerical or analytical methods, or from experimental data [12].

In elasto-plastic fracture mechanics regime, the failure occurs when  $J = J_{IC}$ . From the limit load analysis, the crack initiation can be predicted by a linear load line as follows :

For asymmetric four point (bend) specimen,

$$\frac{K_r}{L_r} = \frac{\left( \frac{2\sigma_y}{\sqrt{3}} \right) \sqrt{w} \left( 1 - \frac{a}{w} \right)^2 F_I F_{II}}{\sqrt{E J_{IC}}} \left[ \frac{1 + (K_{II}/K_I)^2}{9 F_{II}^2 (K_{II}/K_I)^2 + 4 \left( 1 - \frac{a}{w} \right)^2 F_I^2} \right]^{1/2} \quad (16)$$

For symmetric four point bend specimen,

$$\frac{K_r}{L_r} = \left( \frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_y \right) \frac{\sqrt{w}}{\sqrt{E J_{IC}}} \left( 1 - \frac{a}{w} \right)^2 \left( \frac{1.2606}{4} F_I \right) \quad (17)$$

The figure 5 presents the test results when  $J = J_{IC}$  in the the option 1, 2 and 3 F.A.D., where the option 3 F.A.D. was constructed from the experimental data of CTJ specimens. It shows that all the predictions of the crack initiation are very conservative and the nearer to the mode I, the more conservative. It must be also noted that the F.A.D.'s of CTJ specimen seem to be nearly equal in the three orientations concerned, while the J-R curves are different as

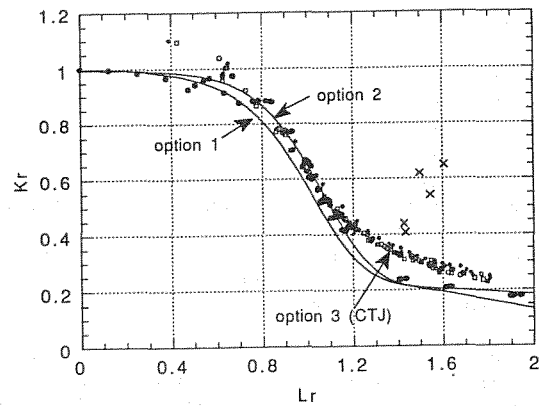


Figure 5. The test results and F.A.D. of option 1, 2 and 3 constructed from the experimental data of CTJ specimens

mentioned above. If the F.A.D. is derived from the experimental data for each mode (figure 6), the crack initiation loads may be well estimated using a linear load line  $K_r/L_r$ . The safety factors, defined as the inverse of the reserve factor, are presented in function of the mode mixity  $\psi = \tan^{-1}(K_{II}/K_I)$  (figure 7).

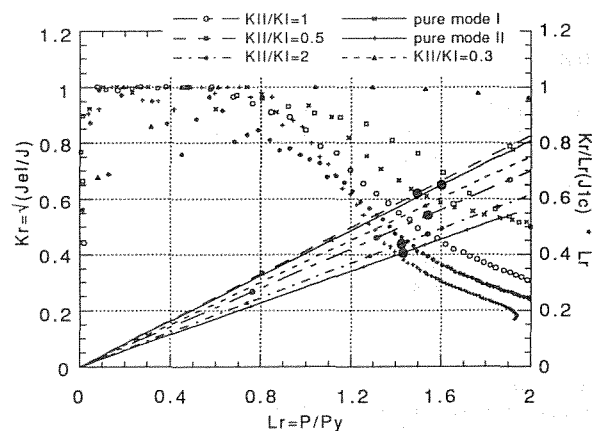


Figure 6. The F.A.D. of option 3 constructed from the experimental data and the load line for each mixed-mode test



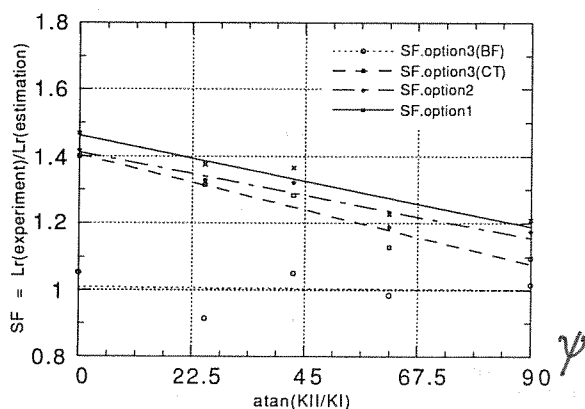


Figure 7. Variation of the safety factors (inverse of the reserve factors) in function of the mode mixity  $\psi = \tan^{-1}(K_{II}/K_I)$

## 6. CONCLUSIONS

The 316L type stainless steel is significantly embrittled due to the thermal ageing for 1000 hours at 700°C: order of 30 daJ/cm<sup>2</sup> before aging and 10 daJ/cm<sup>2</sup> after ageing. It was also observed to be rather anisotropic in microstructure with its banded ferrite along the longitudinal direction. The fracture toughness was more elevated in the L-T and TL-LT orientations than that in the T-L orientation, while the tensile properties were nearly equal in the three orientations concerned.

The mixed-mode experimental results show that, at the crack initiation, the loads and the displacements increase, the opening displacements decrease and the sliding displacements increase along the mode mixity, while the equivalent opening displacements are nearly constant.

Using the limit load and an approximate J-integral analyses in mixed-mode loading, the R6 method appears to be very conservative for all the test results in its three options and the nearer to the mode I, the more conservative. If the F.A.D. is derived from the experimental data for each mode, the crack initiation loads may be well estimated using a linear load line  $K_T/L_T$ .

## REFERENCE

- [1] Wang K.J., Hsu C.L., Kao H.  
Calculation of stress intensity factors for combined mode bend specimens, *Fracture 1977, ICF4, Vol 4, Canada*, p.123-133, (1977)
- [2] Bui H.D.  
Associated path independent J-integrals for separating mixed modes, *J. Mech. Phys. Solids, Vol.31*, p.439-448, (1983)
- [3] Baloch R.A. and Brown M.W.  
The effect of pre-cracking history on branch crack threshold under mixed mode I/II loading, *Fatigue Under Biaxial and Multiaxial Loading* ed. Kussmaul K. et al., *Mech.Eng. Pub.*, p.179-197, (1991)

- [4] Kamath M.S., Neaves M.J.  
A strain gauge method for detecting ductile crack initiation, *Int. J. of Fract. vol 14*, R199-204, (1978)
- [5] Ewing D.J.F. and Swingler J.N.  
Plastic yielding of an edge cracked section in the presence of shear, *CEGB-TPRD-L-2270-N84, CEGB, UK*, (1984)
- [6] Miller A.G.  
Review of limit loads of structures containing defects, *Int.J. of Press. Vessels and Piping, Vol.32*, p.218-233, (1988)
- [7] Sumpter J.D.G. and Turner C.E.  
Methods for laboratory determination of  $J_c$ , *ASTM STP 601*, p.3-18, (1976)
- [8] Banks-Shills L., Sherman D.  
Elasto-plastic analysis of a mode II fracture specimen, *Int.J. of Fracture, Vol.46*, p.105-122, (1990)
- [9] Roche R.  
Détermination de la courbe J-R à partir d'un essai sur une éprouvette, *Rapport CEA-R-5084, CEA, France*, (1981)
- [10] Hutchinson J.N. and Paris P.C.  
Stability analysis of J controlled crack growth, *ASTM STP 668*, p.37-64, (1979)
- [11] Milne I., Ainsworth R.A., Dowling A.R., Stewart A.T.  
Assessment of the integrity of structures containing defects *CEGB report R/H/R6-Rev.3, CEGB, UK*, (1986), (also *Int.J. of Press. Vessels and Piping, Vol.32*, p.3-104, 1988)
- [12] Milne I.  
The R6 method, *The Assessment of Cracked Components by Fracture Mechanics, EGF4*, ed. Larsson L.H., *Mech. Eng. Pub.*, p.233-261, (1989)

## MODÉLISATION À HAUTE TEMPÉRATURE D'UN SUPERALLIAGE OBTENU PAR MÉTALLURGIE DE POUDRES

P. Prigent <sup>†</sup>, S. Kruch <sup>\*</sup> et J. Devoucoux <sup>\*</sup>

<sup>†</sup> Division Mécanique-Durée de Vie, SNECMA, BP 69, 77550 Moissy-Cramayel, France

<sup>\*</sup> Direction Résistance des Structures, ONERA, BP 72, 92322 Châtillon Cédex, France

**Résumé.** Une méthode de prévision de propagation de fissure dans les disques de turbine soumis à des sollicitations de service faisant intervenir notamment les effets du temps à 650°C est développée. La première phase repose sur un large programme expérimental, afin d'acquies les données nécessaires pour décrire à l'aide d'un modèle les effets complexes superposés (interaction fatigue-fluage-environnement) pour un chargement variable à haute température. Parallèlement, des calculs en viscoplasticité ont été effectués avec un code Éléments Finis. Les phénomènes d'ouverture-fermeture de fissure et de redistribution des contraintes en pointe de fissure ont été étudiés. Une hypothèse de modélisation a été déduite de l'analyse des résultats expérimentaux et numériques. La deuxième phase concerne le développement et l'implantation du modèle de propagation de fissure dans un code de calcul. Un modèle, fondé sur la relaxation du Facteur d'Intensité des Contraintes Seuil au cours du temps a été développé dans le cadre de la Mécanique Linéaire de la Rupture.

*Astraloy.*

**Abstract.** A crack growth prediction method in turbine disks under service loading taking into account time effects at 650°C is developed. The first phase is a very important experimental program in order to acquire necessary data for describing superimposed complex effects (environment-creep-fatigue interaction) under variable amplitude loading at high temperature with a model. In parallel, viscoplastic finite-element computations have been used. Crack opening-closure and stress redistribution at crack tip were investigated. A modeling was deduced from experimental and numerical results analysis. The second phase is the crack growth modeling development and setting in a computational code. A model, built on Stress Intensity Factor relaxation during hold time has been developed in the framework of Linear Elastic Fracture Mechanics.

### 1. INTRODUCTION

L'objectif de cette modélisation est de permettre à la SNECMA de disposer d'un modèle de prévision de propagation de fissure pour les disques de turbine des moteurs avancés.

L'originalité de la méthode, réside dans la prise en compte des phénomènes complexes d'interaction fatigue-fluage-environnement. Le travail imparti à l'ONERA dans le cadre de cette étude consiste en un programme d'essais, des calculs en viscoplasticité sur une éprouvette numérique et le développement du modèle.

Une première partie est consacrée au descriptif et aux résultats des essais. Les influences de la surcharge, de la durée et du rapport de charge du temps de maintien et de la vitesse de mise en charge ont été plus particulièrement étudiées.

Dans une deuxième partie, des calculs sur une éprouvette numérique ont été effectués.

Le dépouillement et la visualisation des résultats ont permis de préciser les phénomènes de pointe de fissure: redistribution des contraintes, ouverture-fermeture.

Enfin, dans une troisième partie, le principe du modèle est

présenté.

Ce modèle phénoménologique utilise les outils classiques de la Mécanique Linéaire de la Rupture comme le Facteur d'Intensité des Contraintes "K" et la longueur de fissure "a".

Il est construit sur la relaxation du Facteur d'Intensité des Contraintes Seuil au cours des temps de maintien des essais complexes.

### 2. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Le montage a été décrit très précisément par Baudin [1] [2] et Policella [3], mais on peut toutefois préciser que:

- le superalliage utilisé est l'Astraloy.
- les essais se font à 650°C en atmosphère de laboratoire.
- l'éprouvette est sollicitée en flexion à l'aide d'un excitateur électrodynamique.
- les éprouvettes, de type SEN (*Single Edge Notch*), sont fournies par la SNECMA et usinées à l'ONERA.

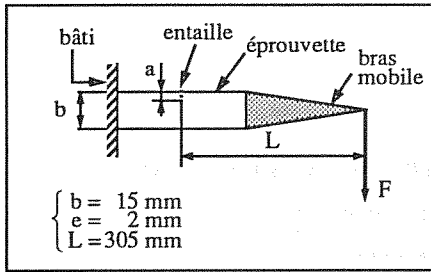


Fig. 1. Géométrie de l'éprouvette et montage

Elles sont pré-fissurées jusqu'à 0,3 mm avec un usinage par électro-érosion à fil, puis initiées en fatigue jusqu'à 0,5 mm. Le calcul du K, le FIC (Facteur d'Intensité des Contraintes), se fait avec la formule suivante, d'après la formule de Bui [4]:

$$K(F, a) = F \times \left( \frac{6L}{eb^2} \right) \times \sqrt{\pi a} \times \left( \sum_{i=0}^4 c_i \times \left( \frac{a}{b} \right)^i \right)$$

avec  $c_0 = 1.122$      $c_1 = -1.400$      $c_2 = 7.330$   
 $c_3 = -13.080$      $c_4 = 14.000$

Étude de plusieurs facteurs:

Au cours du programme expérimental, nous avons étudié particulièrement l'influence de 4 facteurs:

- l'effet d'ordre, ou l'effet du temps de maintien placé à la descente (d) ou à la montée (m) en charge.
- le rapport  $x = F_{tm}/F_M$  entre la force  $F_{tm}$  à laquelle s'exerce le temps de maintien et la force  $F_M$  de la charge maximale du cycle.
- la durée du temps de maintien
- la vitesse de mise en charge

Types des essais:

Nous avons retenu trois formes génériques pour les essais afin d'étudier les différents facteurs:

1)

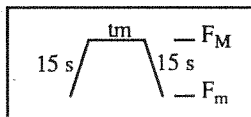


Fig. 2. Essai 15s-tm-15s

$t_m = 0, 90, 300$  et  $900$  s    valeur du temps de maintien.  
 $F_M = 10$  daN    forces appliquées au bout  
 $F_m = 0.4$  daN    du bras mobile (Fig. 1).

2)

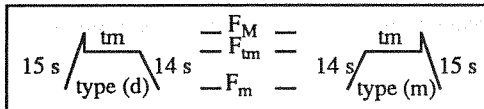


Fig. 3. Essai 15s-1s-tm-14s ou essai 14s-tm-1s-15s

$t_m = 90, 300$  ou  $900$  s  
 $F_{tm} = 0.4, 5, 8, 9$  ou  $9.5$  daN force appliquée pendant  $t_m$ .  
 $x = 4, 50, 80, 90$  ou  $95\%$

3)

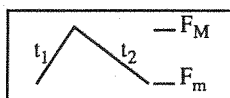


Fig. 4. Essai  $t_1-t_2$

avec  $t_1 + t_2 = 330$  s

- Les résultats ont été dépouillés avec trois moyens classiques:
- les courbes longueur de fissure "a" en fonction du nombre de cycle "N".
  - les courbes  $da/dN$  (ou  $da/dt$  pour le fluage) en fonction du FIC maximum " $K_M$ ".
  - les enregistrements directs du suiveur de fissure [2] [3] qui nous donnent a en fonction du temps "t".

Principaux résultats:

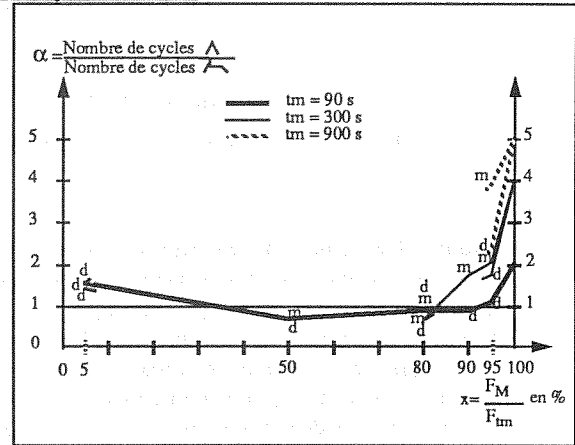


Fig. 5. Durée de vie en fonction du rapport de charge "x"

La figure 5 récapitule l'ensemble des résultats concernant les trois premiers facteurs.

- Le rapport x est porté en abscisse.
- Le rapport des durées de vie en cycle de l'essai 15s-0s-15s (essai de référence) et des essais type (d) ou (m) (fig. 3.) est porté en ordonnée.

L'effet d'ordre

C'est un facteur important dont l'évidence apparait pour des valeurs de  $t_m \geq 300$  secondes et pour  $x \geq 90\%$  (fig. 5.).

On peut penser que, dans le cas du temps de maintien placé à la montée en charge (essai type (m)), le temps de maintien crée une zone plastique qui est nettement augmentée par la surcharge qui suit.

Inversement, la zone plastique créée par une surcharge exercée en premier avant le temps de maintien, n'est pratiquement pas "dépassée", ou dans des proportions moindres, par une zone plastique créée pendant le temps de maintien placé immédiatement après (essai type (d)).

Le rapport r

- plus x augmente, plus le cycle est endommageant.
- en revanche, pour  $t_m \leq 90$  s, le cycle est plus endommageant pour  $x = 4\%$  (charge minimale) que pour  $x = 50$  ou  $80\%$ , ce qui n'est pas le cas de l'Inconel 718 [5].

On peut expliquer l'effet endommageant de ce cycle par une cause mécanique.

Lors de la décharge, la fissure se renferme puis, lors du temps de maintien, des forces de compression apparaissent qui abaissent le  $K_S$  (FIC seuil, pour la progression de fissure).

Lors du cycle suivant, le  $\Delta K_{eff} = K_M - K_S$ , pendant la charge, est plus grand que pour un cycle de fatigue seule.

La progression en fatigue de la fissure en est augmentée.

La durée du temps de maintien

C'est un facteur qui a surtout été étudié pour le rôle qu'il joue dans la mise en évidence des autres facteurs d'études. On peut grâce à lui constater l'importance de l'effet d'ordre et du rapport r.

La vitesse de mise en charge

Différents essais de type  $t_1 - t_2$  (fig. 4.) de 330 secondes ont été effectués.

Les essais sont classés, sur le dessin, du moins au plus endommageant (durées de vie en cycle):

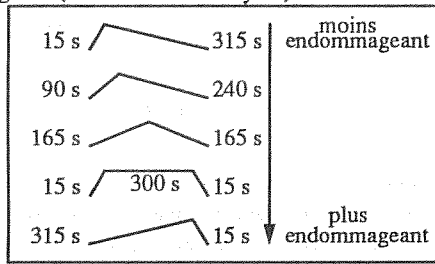


Fig. 6. Classement des essais en fonction du temps de charge

- plus le temps  $t_1$  de mise en charge augmente, plus l'essai est endommageant
- une rampe de la charge minimale à la charge maximale (essai 315s-15s) est plus endommageante qu'une charge exercée au maximum pendant le temps de maintien (essai 15s-300s-15s)

L'essai 315s-15s est le plus endommageant car la mise en charge progressive pourrait empêcher la relaxation des contraintes en pointe de fissure qui s'observe dans le cas d'un essai avec temps de maintien exercé à la charge maximale. Une autre explication serait que, durant la montée en charge, un effet du fluage se ferait sentir, qui s'ajouterait à la fatigue. Dans le cas du cycle 315s-15s, la rampe part du niveau le plus bas ( $x=4\%$ ) et va jusqu'au niveau maximum ( $x=100\%$ ). La diminution en durée de vie, par rapport au cycle 15s-300s-15s est de 17%, ce qui n'est pas négligeable.

**3. NUMÉRIQUE**

Des calculs numériques par Éléments Finis ont été effectués sur une éprouvette modélisée pour obtenir des compléments d'information. Nous avons particulièrement étudié les phénomènes d'ouverture-fermeture, de redistribution et de relaxation des contraintes en pointe de fissure au cours de la progression d'une fissure en contraintes planes.

Le code d'Éléments Finis utilisé est EVPCYCL développé à l'ONERA par l'équipe de J-L. Chaboche [6].

La loi de viscoplasticité utilisée est la loi à cinq paramètres de J-L Chaboche [7] (loi avec un écrouissage cinématique non linéaire).

Voici son expression en multiaxial:

$$(2) \quad \dot{p} = \left\langle \frac{J(\sigma - X) - k}{K} \right\rangle^n$$

$$(3) \quad dX = \frac{2}{3} Ca d\epsilon_p - CX dp \quad \text{avec} \quad X(0) = 0$$

il n'y a pas d'écrouissage isotrope

Les valeurs numériques des paramètres  $n$ ,  $K$ ,  $k$ ,  $C$  et  $a$  ont été identifiées par le Département Matériaux et Procédés de la SNECMA, pour la température de 650°C et sont présentées dans le tableau suivant.

Table 1. Valeurs des coefficients de la loi à 5 paramètres

exp. visco	coeff. résis.	lim. élast.	écroui. cin.	écroui. cin.
n	K	k (MPa)	C	a
11	380	455	1400	550

Le principe du calcul est le suivant:

- application de cycles de fatigue (15 s-0s-15 s) pour intégrer les données relatives à une traînée plastique.
- libération par "déboutonnage" d'un élément du maillage tous les 3 cycles de fatigue, pour faire progresser la fissure. Trois cycles sont nécessaires pour obtenir la stabilisation des contraintes après chaque libération.

Le calcul a été fait sur une éprouvette maillée pour une fissure dite "longue".

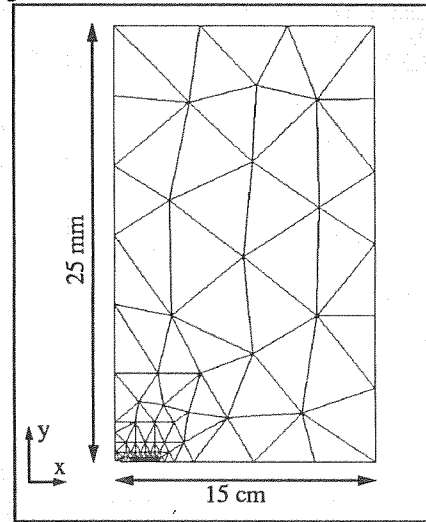


Fig. 7. Maillage de la demi-éprouvette.

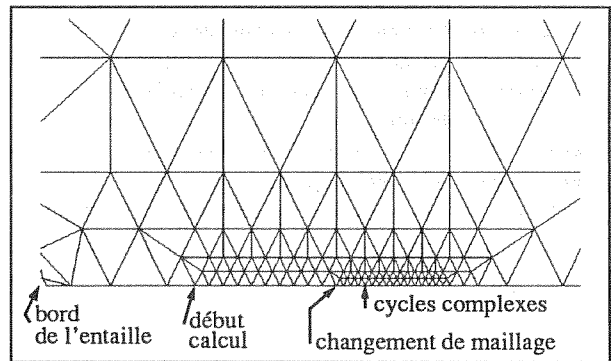


Fig. 8. "Zoom" sur la zone fine du maillage.

La valeur du "déboutonnage" est d'un élément physique, soit de deux nœuds car le maillage est constitué de triangles isoparamétriques à six nœuds.

La base des éléments est de 70 µm au début du calcul et de 35 µm dans la zone fine du maillage.

Après cette première partie du calcul, la fissure a progressé de 1.0375 mm, début du calcul (fig. 9), à 1.8775 mm, début d'application des cycles complexes (les cycles des figures 2 et 3). Le calcul a été fait avec, d'abord, 42 cycles de fatigue et 13 libérations d'éléments et ensuite, 4 cycles 15s-300s-15s.

Les principaux enseignements sont de deux types dans l'état des calculs.

- Les instants d'ouverture et de fermeture de la fissure au cours du calcul:  
 Le critère utilisé est un test de contact entre les nœuds libérés appartenant à la base du maillage ( $y \neq 0$  au cours de la charge des cycles) et la ligne imaginaire de base ( $y = 0$ ). Dans les parties grossière et fine du maillage, le test est donc fait, respectivement, à 35.0 et 17.5  $\mu\text{m}$  de la pointe de fissure. Le résultat est évidemment très dépendant de la taille des éléments du maillage. On peut le constater pour les valeurs des forces d'ouverture et de fermeture avant et après le changement de maillage (fig. 10.). La valeur de la force d'ouverture augmente et la valeur de la force de fermeture diminue dès que le maillage se raffine. Mais, on peut considérer que la valeur d'ouverture est comprise entre 30 et 35% et la valeur de fermeture entre 20 et 25%.

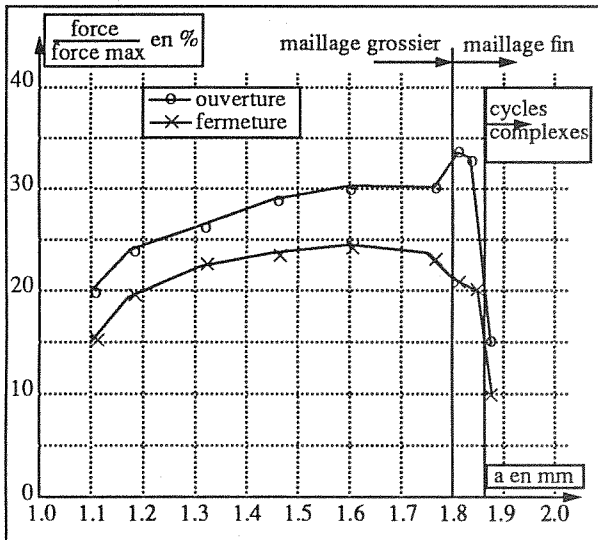


Fig. 9. Forces d'ouverture et de fermeture au cours de calcul

- La relaxation des contraintes au cours des cycles à temps de maintien (fig. 2.), que l'on observe sur la fig. 10.  
 Le dépouillement suivant concerne le quatrième cycle appliqué. La contrainte  $\sigma_{yy}$  est maximale pour la flexion au nœud en pointe de la fissure. On constate que  $\sigma_{yy}$  subit une relaxation rapide au début du temps de maintien, jusqu'à  $t = 15\text{s}$ , pour ensuite diminuer lentement jusqu'à  $t = 300\text{s}$ .

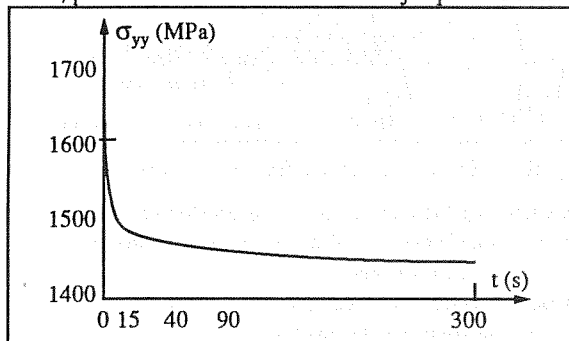


Fig. 10. Évolution de la contrainte en pointe de fissure au cours de 300 secondes de temps de maintien d'un cycle 15s-300s-15s.

4. MODÉLISATION

La partie modélisation de cette étude est la synthèse de tout le travail expérimental et numérique fait jusqu'à présent. Cette synthèse doit permettre d'affiner l'équation générale de base:

$$(4) \quad da = C_F [K_M - K_S(tm,h)]^{\eta_F} dN + \int_0^{tm} C_C [K^*(t) - K_S(t,h)]^{\eta_C} dt$$

- $C_F$  constante du matériau en propagation de fatigue
- $C_C$  constante du matériau en propagation de fluage
- $\eta_F$  constante du matériau en propagation de fatigue
- $\eta_C$  constante du matériau en propagation de fluage
- $K_M$  valeur maximale du FIC
- $K_S$  valeur seuil du FIC
- $K^*$  FIC relaxé au cours du fluage
- $tm$  valeur du temps de maintien
- $h$  paramètre d'histoire
- $t$  temps

L'hypothèse de modélisation suppose que le  $K^*$  et le  $K_S$  ont une évolution, au cours du temps de maintien, similaire à celle de la relaxation des contraintes. On suppose que la différence  $[K^*(t) - K_S(t,h)]$  reste constante au cours du temps de maintien. Le principe est que la relaxation du  $K_S$  pendant le temps de maintien conduit à une augmentation de la valeur  $(K_M - K_S)$  à prendre en compte lors du cycle suivant, lors de la partie fatigue, d'où une augmentation de  $\Delta a_F$ . Cette augmentation de la valeur  $(K_M - K_S)$  est considérée comme équivalente à une surcharge. Nous avons déterminé, d'après les essais, les valeurs de  $K_S$  au début de la partie fatigue et de la partie fluage de chaque cycle 15s- $tm$ -15s.

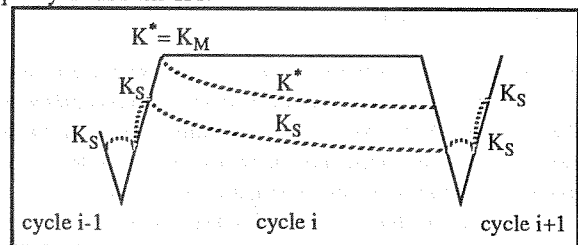


Fig. 11. Évolution du  $K_S$  au cours d'un cycle 15s- $tm$ -15s

Nous pouvons ainsi connaître à tout instant la valeur du  $K_S$ , en supposant connue la valeur initiale du rapport  $K_S/K_M$ . Nous appliquons les mêmes cas de chargement au modèle qu'à nos éprouvettes. Le  $K_S$  va évoluer progressivement à partir de sa position initiale, qui a été fixée à la moitié du  $K_M$ , dans un premier temps, pour tendre vers ses deux valeurs limites stabilisées, à la fin et au début du temps de maintien. Le but est de décrire avec une équation l'évolution du rapport  $K_S/K_M$  par cyclage jusqu'à sa stabilisation à ses deux valeurs limites.

Ce modèle utilise une extrapolation du modèle ONERA de fissuration à température ambiante développé par Baudin[8].

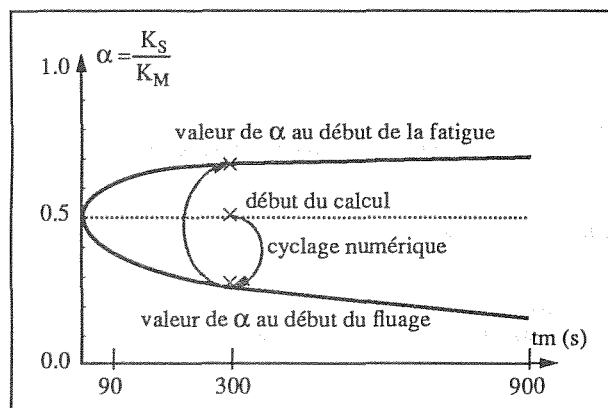


Fig. 12. Valeurs de  $K_S$  au début de la fatigue et du fluage pour les cycles 15s-tm-15s obtenues par cyclage numérique.

## 5. CONCLUSION

D'un point de vue expérimental, cette étude a donné une série de résultats significatifs concernant: l'effet d'ordre, l'effet du rapport de charge "x", l'effet du temps de maintien et la vitesse de mise en charge.

D'un point de vue numérique, une étude des seuils d'ouverture-fermeture a été réalisée. Elle est, maintenant, à compléter par une étude systématique de l'évolution des seuils pour tous les types de cycles avec un temps de maintien et à comparer avec les résultats des essais de détermination de seuil. La relaxation et la redistribution des contraintes ont, de même, été étudiées.

Enfin, un modèle phénoménologique utilisant la relaxation du FIC seuil est en voie d'élaboration. Il sera à compléter, avec des informations concernant l'environnement, si l'hypothèse d'ordre purement mécanique utilisée jusqu'à présent se révélait insuffisante pour prédire la propagation des fissures.

## 6. RÉFÉRENCES

- [1] Baudin G., Lemaître J. et Robert M., "Intérêt de l'essai de fissuration en flexion pour la détermination des lois de progression de fissures de fatigue", *La Rech. Aérop.*, 6, pp. 349-358 (1976)
- [2] Baudin G. et Policella H., "Nouvelle méthode de mesure électrique de longueur de fissure", *La Rech. Aérop.*, 4, pp. 195-203 (1978)
- [3] Policella H., Baudin G. et Cailletaud G., "Mesure de longueur de fissure, déformation et endommagement par une technique de potentiel électrique", 60<sup>th</sup> Meetings of the Structures Panel AGARD Specialists Meetings, San Antonio, Texas, USA, (22-26 Avril 1985)
- [4] Bui H.D., "Mécanique de la Rupture Fragile", Masson, Paris (1978)
- [5] Weerasooriya T. et Nicholas T., "Hold-time effects in elevated temperature fatigue crack propagation", AFWAL-TR-84 4184, University of Dayton, Res. Ins., Dayton, Ohio, USA (1985)
- [6] Chaboche J-L., "EVPCYCL: Un code d'Éléments Finis en viscoplasticité cyclique", *La Rech. Aérop.*, 2, pp. 91-112 (Mars-Avril 1986)
- [7] Chaboche J-L., "Sur les lois de comportement des matériaux sous sollicitations monotones ou cycliques", *La Rech. Aérop.*, 5, pp. 363-375 (Sep-Oct 1983)
- [8] Baudin G. et Robert M., "Crack growth life-time prediction under aeronautical type loading", Proceedings of 5<sup>th</sup> European Conference on Fracture, ECF5, Lisbonne, Portugal (17-21 Septembre 1984)

**CONSTRUCTION D'ABAQUES PERMETTANT DE DETERMINER LES  
PARAMETRES DU MODELE DE BEREMIN POUR LA RUPTURE PAR CLIVAGE****M. Di Fant, C. Rerolle, P. Testard****Institut de Recherche de la Sidérurgie (IRSID)  
34, rue de la Croix de Fer, 78105 St Germain-en-Laye Cedex, France**

**Résumé.** Le modèle de rupture par clivage de BEREMIN est basé sur une approche statistique qui intègre la probabilité de rupture de chaque élément de volume. L'utilisation de ce modèle pour des aciers passe par la détermination de deux paramètres caractéristiques du matériau. Leur évaluation résulte d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées interprétés à l'aide de calculs par la méthode des éléments finis. Cette dernière étape pouvant paraître lourde, des abaques permettant un dépouillement plus rapide ont été construits. Cet article détaille les calculs et les hypothèses qui ont permis leur élaboration, ainsi que la façon dont ils doivent être utilisés.

**Abstract.** The cleavage fracture model of BEREMIN is based on a statistical approach which takes into account the fracture probability of each elementary volume. For steels two material parameters have to be determined. They are measured with tension tests on axisymmetrically notched specimens interpreted with finite element calculations. In order to simplify this latter stage, tables have been established. This paper details the hypothesis which allowed to elaborate these tables and describes how to use them.

**1. INTRODUCTION**

Des modèles de rupture par clivage ont été développés au cours des dix dernières années pour rendre compte d'effets complexes. Parmi ceux-ci, celui de BEREMIN [1] permet de prévoir notamment les effets d'échelle, de dispersion de la ténacité et de préchargement à chaud. Sa mise en oeuvre pratique nécessite le recours à des calculs par la méthode des éléments finis pour interpréter des essais sur éprouvettes visant à mesurer la contrainte critique de clivage.

Le développement de plusieurs applications de ce modèle dans l'industrie justifie aujourd'hui la construction d'abaques permettant une caractérisation plus rapide de divers aciers. La construction de ces abaques est détaillée dans cet article où nous décrivons également leur utilisation pratique.

**2. LE MODELE DE BEREMIN POUR LA  
RUPTURE PAR CLIVAGE**

Les mécanismes conduisant à l'amorçage de la rupture par clivage sont maintenant bien cernés tout au moins dans les aciers doux. LOW [2] a clairement mis en évidence la nécessité d'une déformation plastique inhomogène pour amorcer le clivage. Cette dernière produit localement des concentrations de contraintes qui génèrent des microfissures. La croissance instable de ces dernières est l'évènement déclenchant la rupture macroscopique. Elle a été décrite en termes de contrainte critique [3]. Le modèle de BEREMIN [1] intègre ces acquis dans une approche statistique rendant compte du fait que la probabilité de trouver une microfissure de longueur critique est fonction du volume de matière sollicité.

Les principales hypothèses sont les suivantes :

- le corps étudié est divisé en petits volumes  $V_0$  et l'on suppose que la rupture d'un seul entraîne celle de l'ensemble,
- les éléments sont indépendants quant à la rupture,
- la probabilité de rupture d'un volume  $V_0$  soumis à une contrainte  $\sigma$  s'écrit :

$$g(\sigma) = \left(\frac{\sigma}{\sigma_u}\right)^m$$

où  $\sigma_w$  et  $m$  sont les paramètres du modèle.

On montre alors que la probabilité de rupture d'un volume  $V$  s'écrit :

$$Pr = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma_w}{\sigma_u}\right)^m\right] \quad (1)$$

où  $\sigma_w$  est la contrainte de Weibull définie par :

$$\sigma_w^m = \int_{\text{Zone Plastique}} \sigma_1^m \frac{dV}{V_0}$$

$\sigma_1$  étant la plus grande contrainte principale.

La mesure des paramètres  $\sigma_u$  et  $m$  est réalisée à l'aide d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Les géométries les plus couramment utilisées sont données sur la figure 1 et notées AE10, AE4, AE2 en faisant référence au rayon en fond d'entaille.

Durant l'essai, le diamètre courant de la section minimale  $\phi$  est mesuré en continu d'où l'on déduit la déformation moyenne à rupture :

$$\epsilon_R = 2 \ln \frac{\phi_0}{\phi}$$

Un calcul par éléments finis permet d'évaluer la contrainte de Weibull,  $\sigma_w$  correspondante.

Il s'agit en pratique de calculer  $\sigma_w$  pour une population d'éprouvettes et d'associer à chacune des valeurs obtenues une probabilité de rupture donnée par :

$$Pr(\sigma_{w0}) = \frac{\text{nombre d'éprouvettes rompues pour } \sigma_w < \sigma_{w0}}{\text{nombre total d'éprouvettes}}$$

Les résultats sont interprétés en traçant les valeurs de :

$$\ln\left(\ln \frac{1}{1 - Pr}\right)$$

en fonction de  $\ln \sigma_w$ . La pente de cette droite donne le paramètre  $m$ .  $\sigma_u$  est déterminé en remarquant que  $\sigma_w = \sigma_u$  pour  $Pr = 63\%$ .

L'application de ce modèle à la pointe d'une fissure permet de relier  $\sigma_w$  à la ténacité du matériau.

### 3. CONSTRUCTION D'ABAQUES

Afin de simplifier le passage de la déformation moyenne à rupture à la contrainte de Weibull, nous avons cherché à construire des abaques. Le dépouillement d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées sera ainsi beaucoup plus rapide.

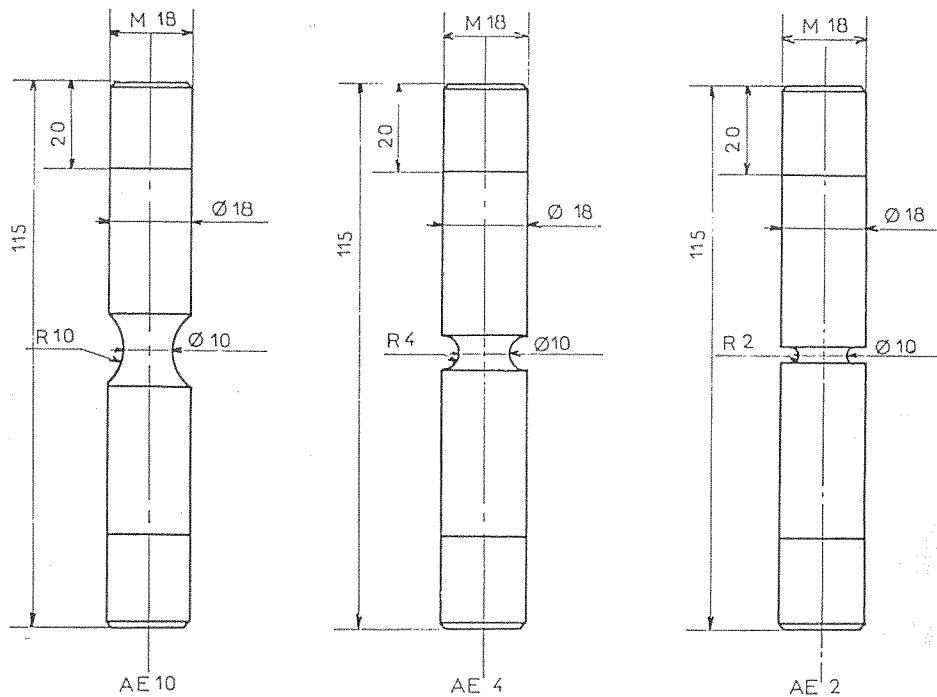
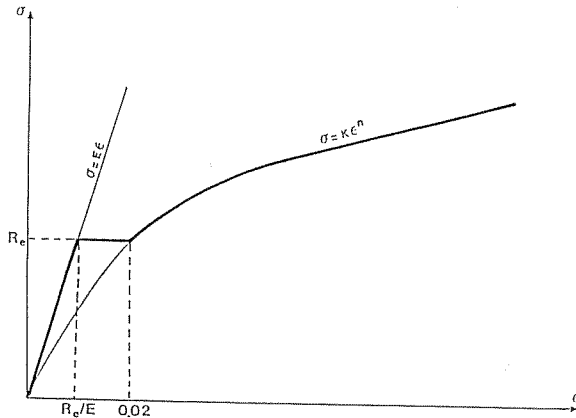


Fig. 1. Géométries des éprouvettes axisymétriques entaillées

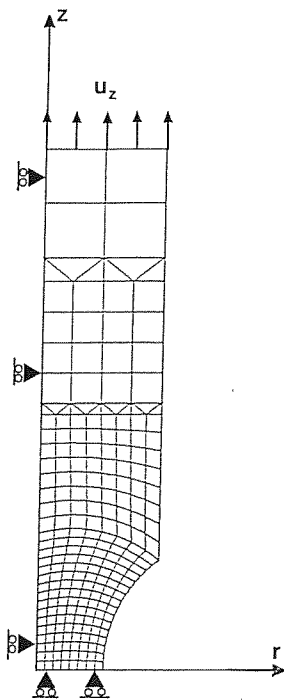


**a) Paramétrage de la loi de comportement**

Le paramétrage des différentes lois de comportement envisageables a constitué une étape importante. Une forme du type  $\sigma_{eq} = k \epsilon_{eq}^n$  a été choisie où  $\sigma_{eq}$  est la contrainte équivalente de Von Mises et  $\epsilon_{eq}$  la déformation totale équivalente. Après avoir étudié les courbes rationnelles de traction de divers type d'aciers, la limite d'élasticité,  $R_e$ , a été fixée conventionnellement à  $R_e = k \epsilon_0^n$  où  $\epsilon_0 = 2\%$ . Le module d'Young étant de 200.000 MPa, la liaison entre le domaine élastique et la zone où  $\epsilon_{eq} > 2\%$  a été réalisée par un palier comme l'indique la figure 2. Bien que schématique, ce mode de représentation présentait l'énorme avantage de ne faire intervenir que 2 paramètres.



**Fig. 2.** Principe du paramétrage des lois de comportement



**Fig. 3.** Exemple de maillage - Conditions aux limites

**b) Calculs par la méthode des éléments finis**

Les calculs par la méthode des éléments finis ont été réalisés à l'aide du code de calcul ZEBULON en élastoplasticité et petites déformations. Un exemple de maillage est présenté sur la figure 3 où sont précisés également les conditions aux limites.

La géométrie étant axisymétrique seul un quart du plan méridien a été considéré. Le chargement a été effectué à déplacements imposés sur l'arête supérieure. La déformation moyenne est définie par :

$$\bar{\epsilon} = 2 \ln \frac{\phi_0}{\phi_0 - 2u_{r2}}$$

où  $u_{r2}$  est le déplacement radial du noeud 2. Les résultats en terme de champs de contrainte et de déformation sont détaillés par ailleurs [4]. La contrainte de Weibull,  $\sigma_w$ , a été déterminée à l'aide d'un postprocesseur pour des valeurs de  $m$  et  $V_0$  fixées.

**c) Construction d'abaques**

Trois géométries d'éprouvettes ont été considérées, AE2, AE4, AE10. Pour chacune,  $\sigma_w$  dépend a priori des grandeurs suivantes :

- $\phi_0$  diamètre initial en fond d'entaille
- $m, V_0$  paramètres du modèle
- $k, n$  paramètres de la loi de comportement
- $\bar{\epsilon}$  déformation moyenne.

Nous avons cependant pu vérifier que la relation d'homothétie :

$$\sigma_w(k_0) = \sigma_w(k) - \frac{k_0}{k} \quad (3)$$

constituait une très bonne approximation [4]. Par ailleurs, l'expression de  $\sigma_w$  conduit directement à :

$$\sigma_w(V_0) = \sigma_w(V_1) \left(\frac{V_0}{V_1}\right)^{1/m} \quad (4)$$

$$\sigma_w(\phi_0) = \sigma_w(\phi_1) \left(\frac{\phi_0}{\phi_1}\right)^{3/m} \quad (5)$$

Ainsi, les valeurs de  $k, V_0, \phi_0$  peuvent être fixées arbitrairement ( $k = 1000$  MPa,  $V_0 = 10^{-3} \text{mm}^3$ ,  $\phi_0 = 10$  mm). Un jeu d'abaques a alors été construit. Chacun d'eux correspond à une géométrie (AE10 ou AE4 ou AE2) et une valeur de  $n$  ( $n = 0,05 ; n = 0,008, n = 0,1, n = 0,12, n = 0,15, n = 0,2, n = 0,25, n = 0,3$ ) et est présenté sous la forme d'un réseau de courbes paramétrées en  $m$

Un exemple est donné sur la figure 4.

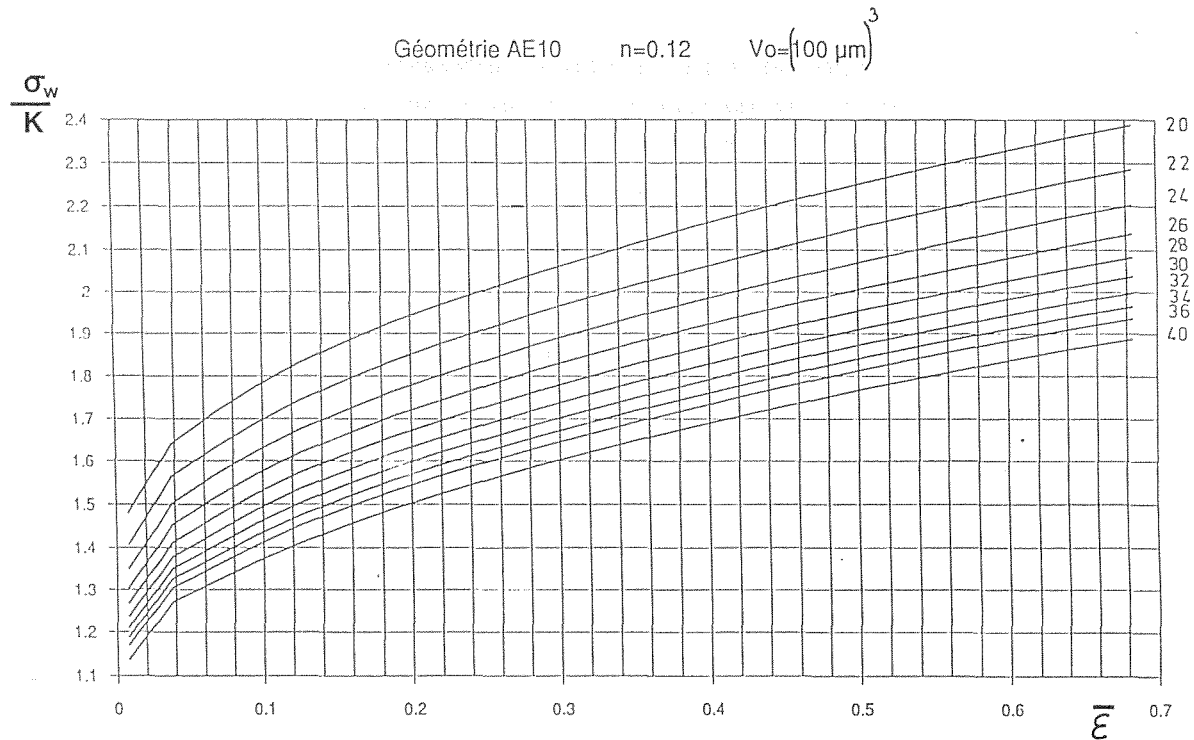


Fig. 4. Exemple d'abaque

4. UTILISATION DES ABAQUES

L'utilisateur cherche à déterminer  $\sigma_w$  après avoir réalisé un essai de traction sur éprouvette AE et mesuré la déformation moyenne à rupture,  $\bar{\epsilon}$ .

1/ Il détermine la loi de comportement du matériau, à la même température, à l'aide d'un essai sur éprouvette de traction lisse. Il en déduit les coefficients  $k$  et  $n$ .

2/ S'étant fixé une valeur de  $m$ , il se reporte sur les abaques et en déduit  $\sigma_w$  par la formule :

$$\sigma_w = k f_m (\bar{\epsilon})$$

Une double interpolation entre deux valeurs de  $m$  et de  $n$  disponibles sur les abaques est possible.

3/ Si le diamètre initial et le volume  $V_0$  sont différents de 10mm et  $10^{-3} \text{mm}^3$  respectivement, il effectue les corrections données par les formules (4) et (5).

5. CONCLUSIONS

Dans cet article nous avons présenté la construction d'un jeu d'abaques permettant de dépouiller rapidement des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Les paramètres du modèle de BEREMIN pour la rupture par clivage,  $m$  et  $\sigma_u$  peuvent être ainsi rapidement mesurés.

Dans une étape suivante, nous envisageons de proposer une méthode permettant simplement de prévoir les courbes de transition de la ténacité ainsi que leur dispersion.

REFERENCES

[1] Beremin F.M., "A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel", Met. Trans. A, 14 A, 2277-2287, (1983)

[2] Low J.R., "Relation of properties to microstructure", Conf. ASM Cleveland, 163-179, (1953)

[3] Pineau A., "Review of fracture micromechanisms and a local approach to predicting crack resistance in low strength steels", ICF5 Cannes Conf., 2, 553-577, (1981)

[4] Rerolle C., Di Fant M., "Construction d'abaques permettant de déterminer les paramètres du modèle de Beremin pour la rupture par clivage", Rapport IRSID RI 91.341, (1991)

APLICACION DEL ENSAYO DE IMPACTO INSTRUMENTADO AL  
ESTUDIO DE LA FRACTURA DE LOS ACEROS MICROALEADOS  
PARA FORJA

J.M. Prado, A. Herrero

Departamento de Ciencia de los Materiales e  
Ingeniería Metalúrgica. E.T.S. Ingenieros Industriales. U.P.C.

Avda. Diagonal, 647, 08028-Barcelona

**Resumen.** Se ha estudiado la tenacidad a fractura de un acero microaleado para forja, mediante ensayos de impacto instrumentado. Estos se han realizado desde temperaturas de  $-100$  a  $+100^{\circ}\text{C}$ , utilizando probetas con entalla en V y U. El registro de la curva carga aplicada-tiempo, permite deducir el límite elástico dinámico ( $\sigma_{yd}$ ) a las distintas temperaturas de ensayo y el valor de "esfuerzo de fractura por clivaje"  $\sigma_f$  mediante la aplicación de la fórmula  $\sigma_f = Q \sigma_{yd}$ . En esta expresión Q es el factor de intensificación de esfuerzos en fondo de entalla. Este tipo de ensayo permite determinar además de la energía total a fractura, las energías por clivaje y dúctil de la misma. La variación de estas energías con la temperatura permite deducir la influencia de cada uno de estos mecanismos en la tenacidad global.

**Abstract.** The fracture toughness of a microalloyed steel for forging has been studied, by means of instrumented impact tests. They have been carried out at temperatures ranging from  $-100$  to  $+100^{\circ}\text{C}$ , using specimens with V and U notches. The values of dynamic yield point  $\sigma_{yd}$  at different temperatures and the fracture cleavage stress  $\sigma_f$  can be obtained from the curve of applied load vs. time.  $\sigma_f$  is deduced by means of the expression  $\sigma_f = Q \sigma_{yd}$ , where Q is the stress intensification factor at the notch edge. In this type of test the partial energies of nucleation and of brittle and ductile propagation of the crack can be found too. The influence of each one of these mechanisms of the total toughness can be deduced from the variation of the former energies with temperature.

## 1. INTRODUCCION

Una de las causas que todavía dificultan una utilización más amplia de los aceros microaleados para forja radica en el hecho de que su tenacidad es menor que la de los aceros para temple y revenido, especialmente cuando se mide mediante el ensayo de impacto Charpy (1,2). El valor del "stress intensity factor"  $K_{IC}$  ( $\sim 60 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), aunque es también menor que el de los aceros que pretende sustituir, se sitúa en el límite inferior de lo que se consideran aceros tenaces, y por lo tanto, utilizables con seguridad. Sin embargo, la industria del transporte, principal destinataria de estos aceros, sigue considerando el ensayo Charpy como el determinante de la tenacidad de los aceros que utiliza.

Con la intención de conseguir una mejor y mayor comprensión del comportamiento a impacto de los aceros microaleados para forja, se han realizado ensayos Charpy, desde  $-100^{\circ}\text{C}$  hasta  $+100^{\circ}\text{C}$ , mediante la utilización de un péndulo instrumentado, lo que transforma a este ensayo en uno de flexión dinámica de probetas entalladas (3,4). El tipo de información que se obtiene se muestra en la Fig. 1 en la que se esquematiza una curva carga-tiempo representativa de las obtenidas en este trabajo. El valor de  $P_{GY}$  corresponde al de plastificación generalizada de la sección debajo de la entalla,  $P_{max}$  es la carga máxima aplicada previa al inicio de la fractura y  $P_f$  es la carga bajo la que se produce la propagación inestable de la grieta. Dependiendo que el material presente un mayor o menor comportamiento frágil,

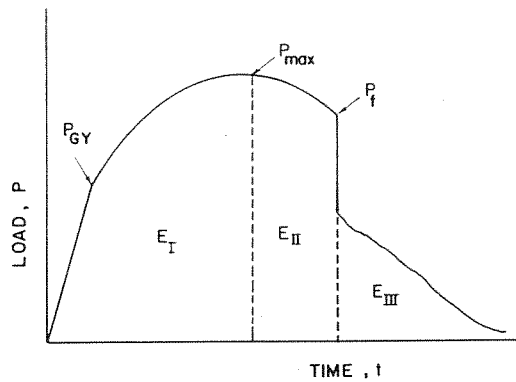


Fig.1 Curva esquemática carga-tiempo registrada en los ensayos de impacto instrumentado.

$P_f$  puede coincidir con  $P_{max}$ ,  $P_{GY}$  o incluso ser menor que esta última (3). La Fig. 1 muestra también, como la energía total absorbida en el ensayo de impacto,  $E_T$ , es el resultado de la contribución de las energías correspondientes a los diversos mecanismos individuales involucrados en la rotura de la probeta. La contribución  $E_I$  se deriva de la energía elástica y plástica (incluido el endurecimiento por deformación) acumulada por la probeta previa al inicio de la fractura, aunque algunos autores (3) incluyen también la energía correspondiente a la formación del labio de cizalladura en fondo de entalla que se observa en muchas fracturas frágiles. Corresponde, por tanto, al área debajo de la curva carga-tiempo hasta el punto de  $P_{max}$ . La energía  $E_{II}$  es la absorbida durante la propagación de la fractura fibrosa (dúctil). Finalmente,  $E_{III}$  es la energía absorbida después de la detención en el avance de la grieta inestable y empleada en la formación de los labios de cizalladura laterales y el opuesto al borde de la entalla.

El ensayo de impacto instrumentado permite, también, la determinación del esfuerzo de fractura frágil  $\sigma_f$ , responsable de la nucleación y propagación de la fractura inestable en la probeta (5,6). El valor de  $\sigma_f$  depende de cual de los mecanismos antes citados, nucleación o propagación, requiere mayor nivel de esfuerzo. En el caso de que la fractura por clivaje sea controlada por la propagación, se considera que  $\sigma_f$  es independiente de la temperatura e incluso de la velocidad de deformación (7), variando sólo con el tamaño del constituyente microestructural (carburos, inclusiones, colonias perlíticas, etc). en el que se

nuclea la grieta. El valor de  $\sigma_f$  tiene, por tanto, una gran importancia en la caracterización de la tenacidad de un material. Aunque todavía no esté bien entendida la influencia que diferentes factores, como geometría de la probeta y condiciones de ensayo, puedan ejercer sobre él, parece que incluso podría ser utilizado como parámetro de diseño en aquellos componentes mecánicos con entallas geométricas (no grietas) en el que el  $K_{IC}$  no es utilizable (5).

2. TECNICA EXPERIMENTAL

Material y probetas.

El material utilizado fue un acero microaleado de contenido medio en carbono, cuya composición se muestra en la Tabla I y corresponde a la calidad Micro 800 elaborado por Acenor. Palanquilla de diámetro 75 mm. fue austenizada a 1200°C durante 30 minutos y después forjada con una temperatura final de forja de 950°C y ratio de reducción de área de 5.

Se elaboraron probetas para ensayos Charpy V y KCU según Norma UNE 7290 y en dirección L-T. Se utilizó una máquina de impacto instrumentado Amsler RKP 300J. Los ensayos se realizaron a temperaturas entre -100°C y +100°C, mediante la inmersión de las probetas en baños diferentes a las temperaturas adecuadas. Características microestructurales como, tamaño de grano de la austenita previa y fracción de área de ferrita y perlita, han sido determinados con anterioridad (1) y se muestran en la Tabla II. La distancia interlaminar de la perlita se midió a partir de probetas metalográficas que fueron atacadas con Nital 2 y examinadas en un microscopio SEM. La distancia mínima determinada después de repetidas observaciones fue considerada como la distancia interlaminar real. La determinación de  $\sigma_{yd}$  (límite

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

C	Si	Mn	P	S	V	Al	N
.36	.54	1.20	.013	.67	.11	.027	.021

elástico dinámico) se ha realizado a partir del valor de  $P_{GY}$  de la curva carga-tiempo pues (7)

$$\sigma_{nom} = 6M/Ba^2 = \frac{3 \cdot P \cdot f}{B a^2} \quad (1)$$

en el que P es la carga aplicada, f es la longitud de brazo del momento aplicado, B es la anchura de la probeta y a es la profundidad de la sección en la zona entallada. Debido a la constricción plástica  $P/P_{GY}=1$  cuando  $\sigma_{nom}/\sigma_{yd}=2,15$  para la probeta Charpy V y  $\sigma_{nom}/\sigma_{yd}=2,03$  para la probeta KCU (8,9). Según esto:

$$\sigma_{yd} = 43,6 P_{GY} \text{ (MPa) probeta Charpy V}$$

$$\sigma_{yd} = 118,2 P_{GY} \text{ (MPa) probeta KCU}$$

Tabla 2. Parámetros microestructurales

$d_y$ ( $\mu\text{m}$ )	$\alpha$ (%)	$\lambda$ ( $\mu\text{m}$ ) $\alpha + \text{cm.}$
70	30	0.11

Determinación de  $\sigma_f$ .

Dado que la geometría de la probeta no se corresponde con la utilizada por Griffiths et al. (9) en su análisis por elementos finitos de las tensiones en fondo de entalla, se ha utilizado la aproximación de Green y Hundy (8) mediante la teoría del "Slip-line field". Según esta

$$Q = \frac{\sigma_{11(\text{max})}}{\sigma_y} = \frac{2}{\sqrt{3}} (1 + \ln(1 + d_y/r)) \quad (2)$$

en donde Q es el factor de intensificación de tensiones  $d_y$  es la extensión de la zona plástica delante de una entalla de radio r.  $Q_{\text{max}}$  varía según la expresión

$$Q_{\text{max}} = 2K (1 + \pi/2 - \theta/2) \quad (3)$$

en donde  $K = \sigma_y/\sqrt{3}$  y  $\theta$  es el ángulo de entalla. En el caso de probeta Charpy  $Q_{\text{max}} \approx 2,5$ . El valor de  $Q_{\text{max}}$  en el caso de la entalla en U es según Green y Hundy (8) de 2,24. En la Fig. 2 se muestra la variación de Q con la extensión de la zona plástica. En la Fig. 3 también se muestra la variación del valor de Q en función de  $P/P_{GY}$  (9),

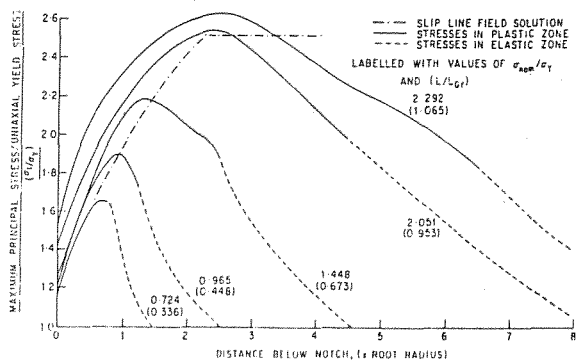


Fig. 2 Variación de  $\sigma_{\text{max}}$  debajo de la entalla con distintas cargas aplicadas.

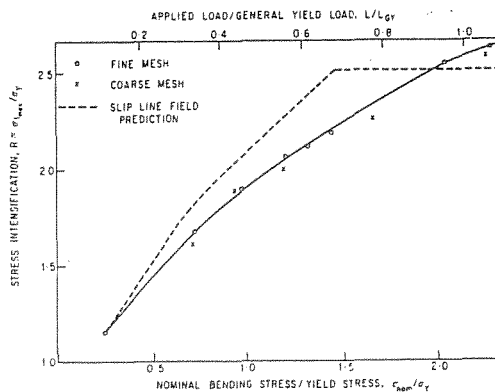


Fig. 3 Variación de la intensificación de esfuerzo Q con la carga aplicada.

para el caso de la probeta Charpy y KCU. En ambas figuras se ha incluido también la solución por elementos finitos. El valor de  $\sigma_f$  se determina mediante la expresión

$$\sigma_f = Q \sigma_{yd} \quad (4)$$

en donde  $\sigma_{yd}$  es el valor del límite elástico dinámico determinado en el ensayo de impacto. El valor de Q se determina al sustituir en la expresión (2) el valor de "dy" por el de la distancia al borde de entalla del inicio de la fractura frágil, determinado mediante microscopía electrónica.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES.

Los resultados de energía absorbida  $E_T$  y  $E_I$  en función de la temperatura se muestran en las Figs. 4(a) y (b) respectivamente. Sólo se detectaron valores apreciables de  $E_{II}$  y  $E_{III}$  para los dos tipos de probetas a la temperatura más elevada de 100°C. El examen ocular de las fracturas muestra que incluso a esta última temperatura no se ha alcanzado el umbral superior de ductilidad en ninguno de los dos casos. A esta temperatura la probeta Charpy presenta aproximadamente un 50% de área dúctil, mientras que ésta es mayor en la KCU (~80%). La temperatura NDT (ninguna ductilidad) es de -100°C para la probeta KCU y de -50°C para la Charpy. La transición hacia la ductilidad no es rápida y continua sino que en ambos casos existe una meseta de energía absorbida constante, mayor en valor y en extensión para el caso de la probeta KCU.

El valor de la energía  $E_I$  es constante desde -80 hasta +100°C para la probeta KCU, mientras que en la otra probeta muestra una meseta a partir de

-40°C hasta +20°C. El aumento de  $E_I$  a partir de +40°C es debido a la extensión de la plasticidad a la sección mayor de la probeta (7).

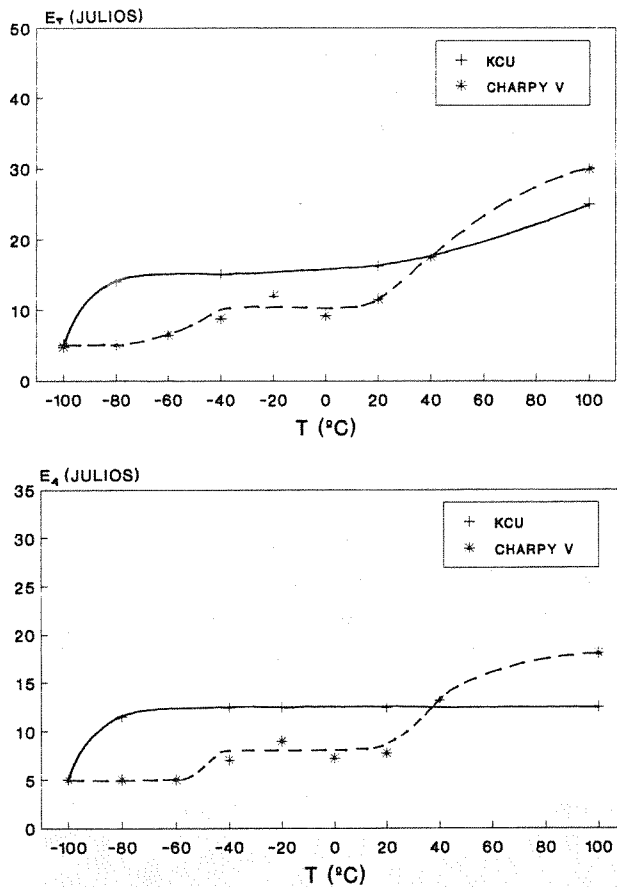


Fig. 4 Variación de la energía absorbida  $E_T$  (a) y  $E_I$  (b) con la temperatura, en los ensayos de impacto Charpy V y KCU.

Las curvas de  $P_{max}$  y  $P_{GY}$  en función de la temperatura se muestran en la Fig. 5. En la probeta Charpy V la temperatura  $T_{GY}$ , de generalización de la plasticidad a la sección resistente debajo de la entalla, es de -50°C; mientras que para la probeta KCU es de -110°C. Estos resultados muestran claramente la coincidencia y, por tanto, correlación entre las temperaturas  $T_{GY}$  y NDT (7). En la probeta Charpy V, la curva de  $P_{max}$  discurre casi paralela a la de  $P_{GY}$  para  $T > T_{GY}$ , hasta una temperatura  $T_w$ , +20°C, en que aumenta bruscamente. Esta temperatura está asociada con la plastificación de la sección mayor de la probeta antes de la fractura (7). En estos casos, se suele tomar erróneamente  $T_w$  como la temperatura NDT del material. Esta plastificación de la sección mayor no tiene lugar en la probeta KCU por lo que no aparece la temperatura  $T_w$ .

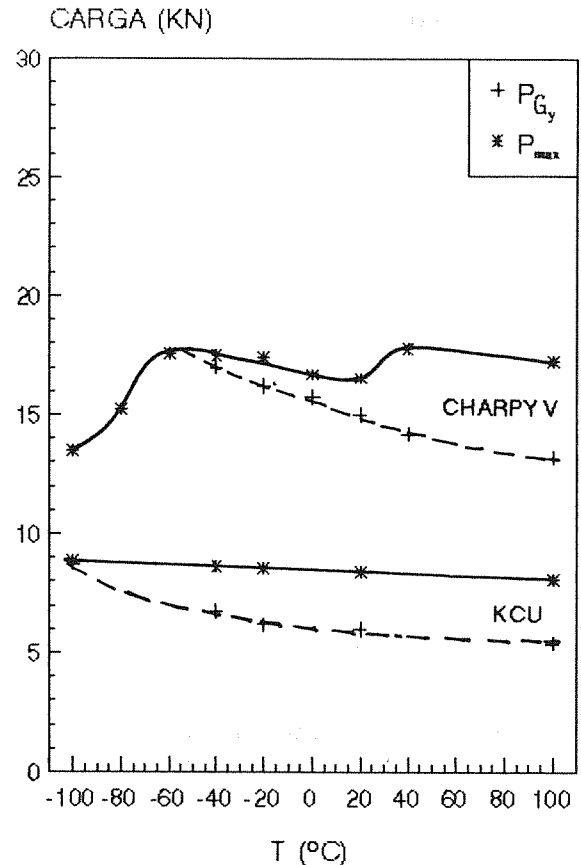


Fig. 5 Variación de  $P_{max}$  y  $P_{GY}$  con la temperatura en los ensayos Charpy V y KCU.

En la Fig. 6 se muestra la variación de  $\sigma_{yd}$  con la temperatura, entre -100° y +100°C. deducida con muy buen acuerdo entre los dos tipos de probetas. También se muestra en este gráfico la variación con  $T$  del esfuerzo de fractura frágil  $\sigma_f$ . Para calcular este valor es necesario conocer previamente la distancia al fondo de entalla del inicio de la grieta inestable. El estudio mediante microscopía SEM de las fracturas ha permitido detectar en todos los casos la existencia de un inicio bien marcado de la fractura (Fig.7 (a) y (b)). El estudio a mayores aumentos de la zona de fractura no permite identificar de forma clara el tipo de constituyente microscópico en la que aquella se ha nucleado. Pero en ningún caso se han podido identificar inclusiones como responsables de este inicio. Un examen microscópico de la zona cercana a la fractura en un corte perpendicular a la misma, muestra la existencia de grietas nucleadas pero que no han llegado a propagarse (Fig. 8) Estas grietas se han formado preferentemente en colonias de perlita, pero también son observables en granos de ferrita.

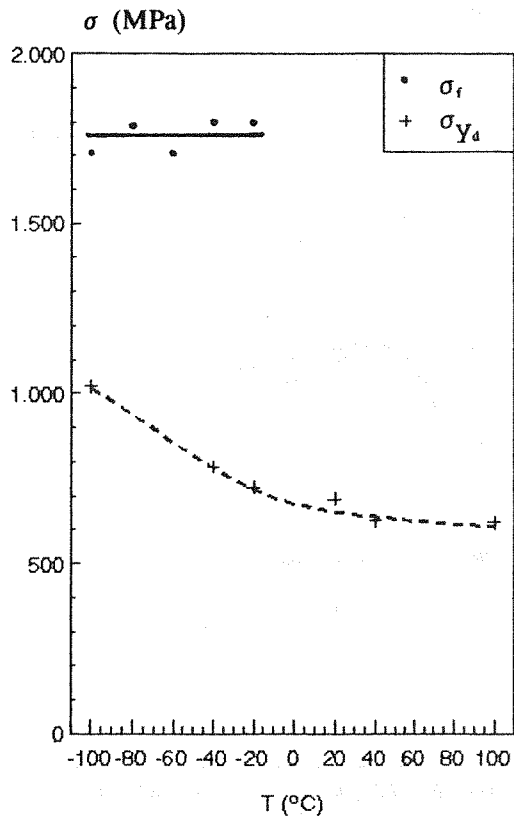


Fig. 6 Variación de  $\sigma_{yd}$  y  $\sigma_f$  con la temperatura.

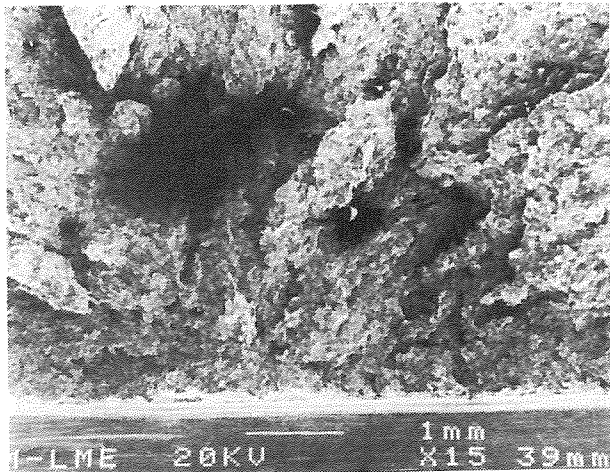
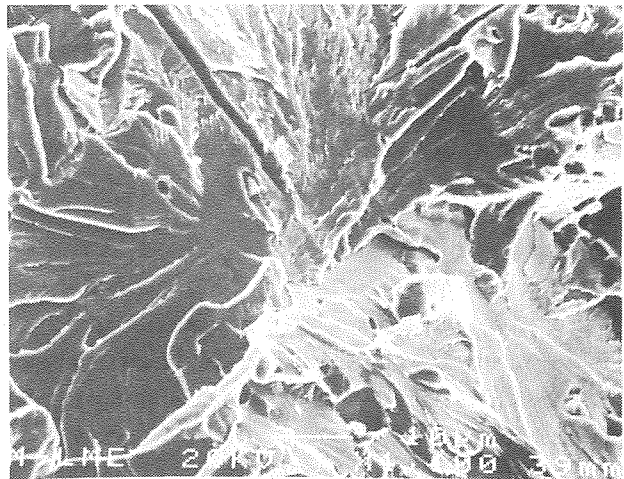


Fig. 7 Zona de iniciación de la fractura frágil en una probeta Charpy V rota a  $-40^{\circ}\text{C}$ .  
a) vista general. b) Detalle de la zona de nucleación.

(10,11) para el caso de aceros perlíticos con distancia interlaminar fina.

#### 4. DISCUSION

Los resultados de energía total absorbida  $E_T$  (Fig. 4(a)) muestran la existencia de una meseta, a temperaturas intermedias, en la que el valor de  $E_T$  se mantiene constante y que separa las clásicas zonas de rotura frágil y dúctil. Aunque este tipo de curvas no es frecuente, ha sido ya observada con anterioridad (12) y explicada por Green and Hundy (8) como el resultado de la existencia de dos transiciones: la transición en la propagación de la fractura consistente en un cambio de rotura dúctil a rotura frágil; y la transición en la nucleación de la fractura desde un mecanismo dúctil de nucleación de una grieta, que requeriría de notable deformación plástica local, y que luego se propagaría fragilmente a un mecanismo frágil de nucleación y propagación. Este tipo de explicación se ve corroborada en este trabajo. La Fig. 4(b) muestra como la transición en la nucleación de la fractura (temperatura NDT o  $T_{GY}$ ) corresponde a un aumento rápido de la



energía  $E_T$  de deformación plástica previa al inicio de la rotura. La Fig. 5 también muestra como debajo de esta temperatura la rotura tiene lugar para cargas aplicadas  $P$  inferiores a  $P_{GY}$ . A partir de esta temperatura la nucleación de la grieta tiene lugar dentro de la zona plastificada situada en borde de la entalla. Desde un punto de vista macroscópico la probeta se comporta ahora elásticamente y la energía total absorbida a rotura disminuye rápidamente. Es de esta forma, patente que las temperaturas NDT y  $T_{GY}$  medidas a partir

Es de destacar que el valor de  $\sigma_f$  resulta independiente de la temperatura de ensayo y también de la geometría de la probeta, al existir un acuerdo excelente entre el valor hallado en el ensayo Charpy V y el KCU. La magnitud de  $\sigma_f$  es similar a la encontrada por otros autores

de las curvas  $E_T$  Vs.  $T$  y  $P_{max}$  Vs.  $T$  son totalmente equivalentes.

En el otro extremo de la meseta intermedia de la curva  $E_T$  Vs.  $T$ , es decir, en la transición correspondiente al mecanismo de propagación de la fractura el incremento de energía con la temperatura, no tiene las mismas causas en la probeta Charpy V y en la KCU. La Fig. 4(b) muestra como para la probeta Charpy V la energía  $E_I$  crece a partir de 40°C mientras que se mantiene constante hasta los 100°C en la probeta KCU. En los dos tipos de ensayo, las energías  $E_{II}$  y  $E_{III}$  sólo son medibles a partir de los 100°C (no se realizaron ensayos a 60° y 80°C), por lo que el incremento de energía  $E_T$  en la probeta Charpy V a 40°C sólo es debido a la contribución de  $E_I$ . La Fig. 5 muestra que a esta temperatura tiene también lugar en el ensayo Charpy un aumento en  $P_{max}$ , este hecho ha sido explicado anteriormente como resultado de la generalización de la plastificación a la sección mayor de la probeta (7), lo que se refleja en un aumento de la energía  $E_I$ . Como ya se ha indicado anteriormente, la mayor profundidad de la entalla en el caso de la probeta KCU evita este fenómeno por lo que  $E_I$  se mantiene constante y, por tanto, también lo hace  $E_T$  hasta una temperatura entre 60° y 100°C en que realmente se inicia la propagación dúctil de la grieta y aparecen las energías  $E_{II}$  y  $E_{III}$ . Queda por tanto claro, que la temperatura  $T_w$  indicada en el ensayo Charpy V no es realmente la correspondiente a la transición de propagación de fractura, pero que ésta si queda bien marcada en el ensayo KCU.

El valor de  $\sigma_f$  obtenido en este trabajo guarda un excelente acuerdo con los encontrados por otros muchos anteriores (10,11,13) en los aceros eutectoides de perlita fina. Este acuerdo también se extiende a la invariancia de  $\sigma_f$  con la temperatura, o dicho de otra forma, a que la fractura por clivaje de estos aceros microaleados está controlada por la propagación de la grieta y no por su nucleación. Aunque no se ha podido determinar cual es el constituyente microestructural en el que se nuclea la grieta inicial, tampoco se ha encontrado en ninguna de estas probetas la presencia de inclusiones en la zona de inicio de fractura. Además el examen metalográfico de secciones transversales a la fractura no muestra la presencia de inclusiones

fracturadas, aunque si decohesionadas de la matriz. Al haberse hallado en estas secciones grietas no propagadas, tanto en granos de ferrita como en colonias de perlita no es posible determinar en cuál de ellas se ha nucleado la grieta inicial. La solución por elementos finitos a la distribución de esfuerzos en el fondo de una entalla muestra la existencia de un máximo a una cierta distancia del borde. Al aumentar el esfuerzo aplicado, este máximo aumenta y se aleja del borde.

Tal y como predice la teoría en las fracturas por clivaje controladas por la propagación, es decir, con  $\sigma_f$  constante al variar tanto  $T$  como  $\dot{\epsilon}$ , la iniciación de la fractura debiera tener lugar para  $\sigma_{max}$ . Posibles desviaciones de este punto debieran ser de tipo estadístico según que el constituyente más débil (weakest-link) en el que se inicie la fractura esté situado a derecha o izquierda, pero siempre cercano, de  $\sigma_{max}$ .

En nuestro trabajo se ha encontrado que en todos los casos el lugar de iniciación de la fractura se halla situado a la izquierda, o sea a distancias menores, de  $\sigma_{max}$ . Este hecho ha sido también detectado por otros autores (13), siempre que, como en nuestro caso, el lugar de nucleación de la fractura no coincida con una inclusión. Como la deformación aumenta con la proximidad al borde de la entalla, ello parece indicar que para que se nuclee y propague una grieta es necesario, además de haber alcanzado un cierto valor de intensificación de esfuerzos  $Q$ , la existencia de una deformación mínima  $\epsilon_c$ . Por tanto, la condición de nucleación y propagación de grietas frágiles parece ser doble: la consecución en un punto cercano al borde de dos valores críticos de  $\epsilon$  y  $\sigma$ . En zonas muy cercanas al borde, la deformación es muy elevada, pero las grietas que se pudiesen nuclear no se propagan pues el valor de  $\sigma$  existente en esa zona es inferior al necesario. A la derecha de  $\sigma_{max}$ , no es posible la nucleación de grietas por el escaso valor de  $\epsilon$ .

## 5. CONCLUSIONES

Del trabajo realizado se pueden sacar las siguientes conclusiones:

- 1.- El ensayo de impacto instrumentado proporciona información más completa y valiosa en los



ensayos Charpy V y KCU, permitiendo valorar mejor la participación de los distintos mecanismos de fractura y rotura final.

- 2.- El ensayo de impacto instrumentado es utilizable como un ensayo de flexión dinámica, permitiendo la determinación de parámetros como esfuerzo de fractura por clivaje  $\sigma_f$ .
- 3.- Los aceros microaleados para forja poseen una  $\sigma_f$  (1750 MPa) relativamente elevada y similar a la que presentan los aceros perlíticos.
- 4.- La nucleación y propagación de la rotura frágil en piezas entalladas, depende de la consecución en alguna zona cercana al borde de entalla de valores críticos de  $\epsilon$  y  $\sigma$  simultáneamente.

#### 6. AGRADECIMIENTOS.

Agradecemos a Babcock Wilcox y en particular a D. Santiago Gutierrez de Saez-Solabarria el facilitarnos la utilización de sus equipos de impacto instrumentado.

#### 7. REFERENCIAS

- (1) A. Herrero, J.M. Prado y S. Aresté. *Tratermat* 86. San Sebastián. 1986, pag, 81-108.
- (2) A. Herrero y J.M. Prado. 2º Congreso Nacional de Tecnología Siderúrgica. Bilbao 1989, pag. 107-119.
- (3) F. Zia-Ebrahimi y G. Krauss. *Met. Trans.*, 14A, 1109, 1983
- (4) J.H. Chen, Ho Ma y G.Z. Wang. *Met. Trans*, 21A 313, 1990
- (5) J.H. Chen, L. Zhu y H.Ma. *Acta Metall.* 38, 2527, 1990.
- (6) J.H. Chen, G. Z. Wang, L. Zhu y Y.Y. Gao. *Met. Trans.* 22A, 2287, 1991.
- (7) J.F. Knott. *Fundamentals of fracture Mechanics* Ed. Butterworths, London 1976.
- (8) A.P. Green y B.B. Hundy. *J. Mech. Phy. solids* 4,128, 1956.
- (9) J.R. Griffiths y D.R.J. Owen. *J. Mech. Phy. Solids*, 19,419, 1971.
- (10) J.J.Lewandowski y A.W. Thompson. *Met. Trans.* 17 A, 1769, 1986
- (11) F.P.L. Kavishe y T.J. Baker. *Mat. Sci. Tech.* 2, 583, 1986.
- (12) G.E. Dieter. *Mechanical Metallurgy*. 1ª Edic Mac Graw-Hill. Londres. 1961
- (13) D.J.Alexander y J.M. Bernstein. *Met. Trans.* 20A, 2321, 1989.

DETERMINATION DU FACTEUR D'INTENSITE DE CONTRAINTE A  
L'ARRET DE FISSURE DE PIECES FORGEES EN ACIER 16MND5 A  
PARTIR DE LA PROCEDURE ASTM.  
COMPARAISON AVEC LES VALEURS ISSUES D'ESSAIS DE CHOC  
THERMIQUE OU PREVUES PAR LE CODE RCC-M.

J.M. FRUND - M. BETHMONT

ELECTRICITE DE FRANCE  
DIRECTION DES ETUDES ET RECHERCHES  
Département Etude des Matériaux  
Les Renardières, Route de Sens  
77250 MORET-SUR-LOING; FRANCE

**Résumé :** Dans le cadre de l'analyse du risque de rupture brutale, en situations accidentelles, des cuves de centrales REP, une étude du concept d'arrêt de fissure est en cours. Le premier objectif, de cette étude, est l'évaluation des valeurs de ténacité  $K_{Ia}$  caractéristiques de l'arrêt de fissure à partir d'expériences sur des éprouvettes de taille réduite. Des essais, sur une pièce forgée en acier 16MND5, ont été effectués conformément à deux méthodes expérimentales, l'une préconisée par l'ASTM, l'autre mise au point à l'Ecole des Mines de Paris. La première méthode consiste à utiliser un chargement mécanique sur des éprouvettes maintenues à température homogène, la seconde est basée sur un chargement thermique. Les essais effectués ont montré les limitations de la procédure expérimentale ASTM. Les différentes valeurs de ténacité à l'arrêt obtenues ont ensuite été analysées et comparées, entre elles, et avec celles proposées dans le code RCC-M. Les valeurs obtenues par la méthode ASTM sont supérieures aux valeurs  $K_{Ia}$  déterminées à partir d'essais basés sur un chargement thermique. Ces dernières sont en bon accord avec les valeurs proposées dans le code RCC-M.

**Abstract:** As part of the analysis of the risk of fast fracture of PWR vessels, in emergency conditions, a crack arrest study is under way. The first objective of this study is to evaluate the toughness which characterizes crack arrest through tests on reduced-size specimens. Some tests on a forging steel (A508 cl.3) were conducted in conformity with two experimental methods, one is recommended by the ASTM, the other has been perfected by the Ecole des Mines de Paris. The first method consists in using a mechanical loading on specimens kept under a homogeneous temperature, the second one is based on a thermal loading. The conducted tests proved the limitation of the ASTM experimental procedure. The various arrest toughness values which were obtained were then analysed and compared, between each others, and with values proposed by RCC-M code. The values obtained from ASTM method are superior to  $K_{Ia}$  values determined from tests based on thermal loading. The latter correspond to the values given in RCC-M code.

## INTRODUCTION

Dans le cadre de l'analyse du risque de rupture brutale, en situations accidentelles, des cuves de centrales REP, une étude du concept d'arrêt de fissure est en cours à Electricité de France.

L'arrêt de fissure peut être étudié à partir de l'approche classique de la mécanique de la rupture. On doit évaluer un critère caractéristique du matériau appelé "facteur d'intensité de contrainte à l'arrêt de fissure" ( $K_{Ia}$ ). Ainsi, l'objectif de cette étude est l'évaluation des valeurs de ténacité  $K_{Ia}$  à partir d'expériences sur des éprouvettes de taille réduite.

La détermination de  $K_{Ia}$  fait l'objet d'une norme ASTM. La méthode préconisée consiste à utiliser un chargement mécanique à déplacements imposés sur des éprouvettes, de taille réduite, maintenues à une température homogène. Dans ce cas, le facteur d'intensité de contrainte appliqué par le chargement extérieur diminue au cours de la propagation de la fissure préalablement amorcée, ainsi, l'arrêt de la fissure peut être observé.

Un autre type d'essai est basé sur l'application d'un choc thermique sur une éprouvette; l'arrêt de la fissure est alors possible grâce à l'augmentation de la ténacité au fur et à mesure que la fissure se propage. Dans ce cadre, l'Ecole des Mines de Paris a développé une méthode d'essai originale et des résultats sont disponibles.

L'objet de cette étude est d'analyser et de comparer ces deux méthodes de détermination de  $K_{Ia}$ . La méthode de chocs thermiques ayant été largement décrite en [1-3], seuls les principes en seront rappelés.

Plus particulièrement, on comparera les résultats obtenus par les deux méthodes. De plus, on vérifiera la validité des valeurs de référence actuellement proposées dans le code RCC-M. Afin d'argumenter la discussion, la méthode d'essai, source de la détermination de la courbe du code RCC-M, sera présentée de façon sommaire.

### MATERIAU ETUDIE

Le matériau étudié est un acier faiblement allié de la nuance A508 classe 3 provenant d'une pièce forgée.

A l'exception des éprouvettes des essais de choc thermique, toutes les autres éprouvettes ont été prélevées en périphérie dans l'épaisseur de la pièce forgée.

La température  $RT_{NDT}$  a été déterminée selon la méthode décrite dans le RCC-M (procédure MC 1240). Cette détermination est basée sur des essais de résilience (éprouvettes KV) et des essais PELLINI (éprouvettes P3). On obtient:

$$RT_{NDT} = -40^{\circ}\text{C}$$

### LES ESSAIS ISOTHERMES

La procédure d'essai utilisée est celle préconisée par la norme A.S.T.M. 1221 (88) pour mesurer la ténacité à l'arrêt  $K_{Ia}$  d'aciers ferritiques [4]. Les essais ont été effectués, à notre demande, à l'IRSID à Saint-Germain en Laye.

Le chargement est effectué par enfoncement quasi-statique d'un coin entre deux contre-coins qui s'appuient sur une éprouvette C.C.A. (figure 1). L'ouverture des lèvres de l'entaille est augmentée jusqu'au déclenchement d'un saut de fissure (figure 2). Ce système rigide permet de limiter les échanges d'énergie entre l'échantillon et la machine durant la phase de propagation [2, 4-9]. La figure 2 représente un schéma du dispositif qui est constitué:

- du coin et du contre-coin,
- d'un système de refroidissement composé de deux plaques de cuivre, parcourues par une circulation d'azote liquide,
- d'une plaque de maintien qui facilite l'extraction du coin,
- d'une enclume sur laquelle repose l'éprouvette et les refroidisseurs.

L'ensemble de ce dispositif est placé sur une machine de traction électro-mécanique de 150 kN. Les frottements sont diminués au niveau des plaques du refroidisseur du coin et des contre-coins par un graissage des surfaces en contact.

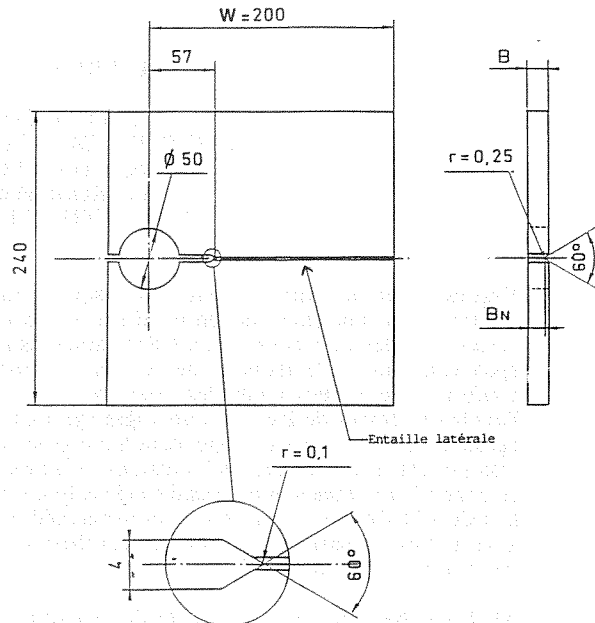


Figure 1: Géométrie de l'éprouvette C.C.A..

La géométrie des éprouvettes est proposée par l'A.S.T.M. (C.C.A.) (figure 1). La dimension caractéristique notée  $W$  a été fixée à 200 mm.

Afin d'obtenir des amorçages fragiles en clivage dans tout le domaine de température exploré et des propagations de fissure d'une longueur suffisante, la zone en pointe d'entaille est fragilisée par un point de soudure. On contrôle ainsi l'énergie élastique stockée dans l'éprouvette [4-6].

Les éprouvettes ont été réalisées à l'IRSID. La zone fragilisée obtenue a un diamètre d'environ 15 mm et présente une forme de diabolo. La dureté est comprise entre 320 et 460 HV dans toute l'épaisseur.

Chaque éprouvette présente une face plane où sont collées des jauges. L'autre comporte une entaille latérale afin de guider la fissure durant sa propagation (figure 1). La température de l'éprouvette est mesurée au niveau du point de soudure avec deux thermocouples.

Le dispositif de chargement ne permet pas d'avoir accès aux charges appliquées à l'éprouvette. Ceci est dû aux phénomènes de frottement non maîtrisés entre le coin et les contre-coins. Ainsi, pour dépouiller l'essai, nous devons utiliser le déplacement des lèvres de l'entaille de l'éprouvette. L'ouverture  $d$  de l'échantillon est mesurée à  $0,25 W$  de la ligne de chargement à l'aide d'un capteur à lames. Un second capteur à lames suit l'évolution de

l'écartement des contre-coins. Cette mesure est destinée à mettre en évidence d'éventuels phénomènes parasites lors du chargement.

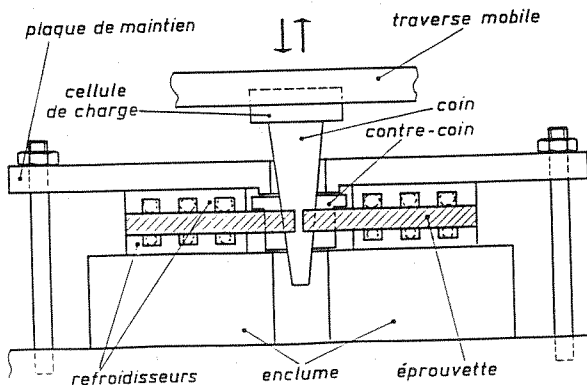
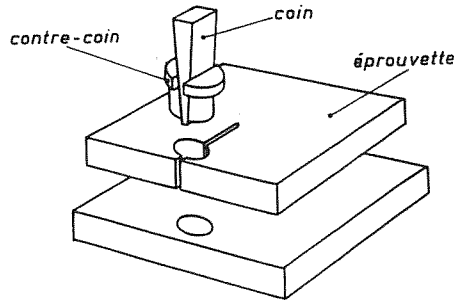


Figure 2: Principe et schéma d'ensemble du dispositif de chargement.

Les résultats des essais ont été interprétés selon la procédure décrite en [5]. L'A.S.T.M. préconise, pour le dépouillement des essais, une approche statique simplifiée introduite par CROSLY et RIPLING [10, 11]. Elle consiste à évaluer  $K_{Ia}$  à partir de la longueur de fissure à l'arrêt,  $a_f$ , et du chargement critique  $\delta$ . Ces grandeurs sont mesurées après la phase de propagation.

Les valeurs du facteur d'intensité de contrainte  $K$  sont obtenues d'après la formule :

$$K = \frac{E}{\sqrt{W}} (\delta) f(a/W) \sqrt{\frac{B}{B_n}} \quad (\text{en MPa}\sqrt{\text{m}})$$

où :

$\delta$  : déplacement des lèvres de l'entaille à 0,25W de la ligne de chargement  $\delta a_0$  à l'amorçage,  $\delta a_f$  à l'arrêt),  
 E : module d'Young; W est la dimension caractéristique et B est l'épaisseur de l'éprouvette,  
 a : longueur de la fissure initiale ( $a_0$ ) ou à l'arrêt ( $a_f$ ), ( $a_f$  est mesurée après rupture de l'éprouvette).

$B_n$  : l'épaisseur minimale de l'éprouvette dans le plan de la fissure.

15 éprouvettes ont été testées à des températures variant entre -60°C et 0°C. Les résultats des essais sont donnés dans le tableau 2. Tous les essais respectent les conditions de validité imposées par la norme A.S.T.M.

Plusieurs difficultés ont été rencontrées aux cours des expériences :

- aux plus basses températures (essais P8, T6, P2, P7 et P5), des bifurcations de fissures en deux branches se produisirent. Pour le dépouillement il a été considéré la branche la plus longue. Ce comportement semble inhérent à l'acier testé aux températures inférieures ou égales à -40°C.

Un approfondissement de l'entaille latérale a permis de remédier à cette difficulté;

- pour les premiers essais réalisés à 0°C ainsi que l'essai effectué sur l'éprouvette P4 à la température de -20°C, la fissure s'est arrêtée en atteignant le métal de base, juste à la sortie de la zone fragilisée. Ces essais ne peuvent donc pas être considérés comme valides. L'augmentation du rayon en fond d'entaille jusqu'à 1 mm, afin d'augmenter le chargement initial, a permis de résoudre ce problème (essai T1).

REPÈRE	T° (°C)	a <sub>0</sub> (mm)	a <sub>f</sub> (mm)	a <sub>f</sub> -a <sub>0</sub> (mm)	d a <sub>0</sub> (mm)	d a <sub>f</sub> (mm)	K <sub>0</sub> MPa√m	K <sub>a</sub> MPa√m
T2	-62	64,70	121,70	57	0,90	0,94	103,89	65,7
P8	-62	64,70	113,70	49	0,90	1,02	103,89	77,24
T7	-63	64,70	107,70	43	0,75	0,80	90,01	66,68
T6	-40	64,70	107,70	43	1,15	1,22	132,74	97,81
P2	-40	64,70	112,70	48	1,41	1,43	162,76	109,3
P7	-40	64,70	121,70	57	1,08	1,13	129,62	82,21
P3	-20	76,7	129,70	53	0,96	1,10	104,79	73,62
P5	-20	75,7	131,70	56	1,40	1,42	154,06	93,00
P1	-21	64,70	76,70	12	1,29	1,39	154,82	151,7
T4	-20	64,70	145,70	81	1,97	2,00	236,44	111,2
P4	-20	64,70	69,70	5	2,02	2,02	242,44	233,2
P6	0	64,70	75,70	11	2,50	2,50	300,05	275,1
T5	0	64,70	77	12,3	2,25	2,25	270,04	245,6
T3	0	64,70	75,70	11	2,14	2,16	256,84	237,7
T1	0	64,70	141,70	77	2,89	2,99	346,85	174,7

Tableau 2: Résultats des essais selon l'ASTM.

La figure 3 présente les variations du facteur d'intensité de contrainte à l'arrêt ( $K_{Ia}$ ) en fonction de la température.

**LES ESSAIS ANISOTHERMES**

Une installation d'essai a été développée à l'Ecole des Mines de Paris. Elle consiste à utiliser un disque ou un cylindre contenant une fissure initiale longitudinale en surface externe. On plonge cette éprouvette dans l'azote liquide et l'on chauffe à l'aide d'un inducteur sa surface interne (figure 4). Il s'établit alors un gradient de température dans l'épaisseur de l'éprouvette qui génère un champ de contrainte tendant à ouvrir la fissure [1- 3, 7].

Lorsque la valeur de la ténacité  $K_{Ic}$  est atteinte, l'amorçage de la fissure survient. Plusieurs effets viennent alors s'opposer à son avancée jusqu'à l'arrêt:

- la valeur de  $K$  après avoir augmenté se stabilise puis décroît (calculs statiques) (figure 5),
- le taux d'énergie dissipée par plasticité en pointe de fissure augmente car la fissure rencontre sur sa trajectoire des zones de plus en plus chaudes (figure 5).

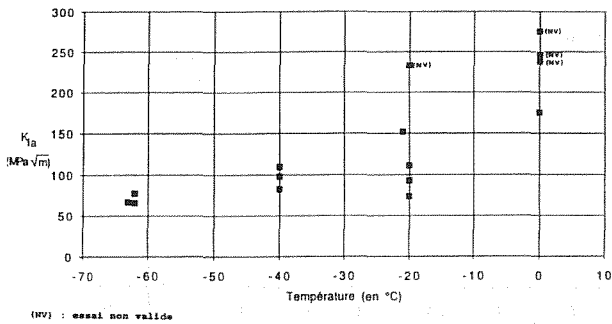


Figure 3: Variation du facteur d'intensité de contrainte à l'arrêt de fissure en fonction de la température (essais selon l'ASTM).

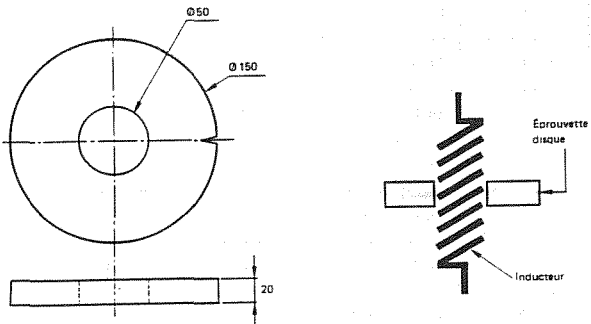


Figure 4 : Conditions expérimentales de l'essai de choc thermique à l'Ecole des Mines de Paris.

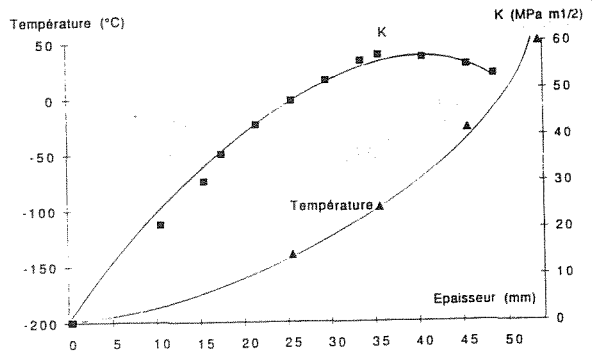


Figure 5: Variations du facteur d'intensité de contrainte et de la température en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette.

Trois essais sur cylindre (hauteur 220 mm) et deux essais sur disque (hauteur 20 mm) ont été effectués à l'Ecole des Mines. Le tableau 3 rassemble les résultats obtenus (les températures de référence sont mesurées en fond de fissure).

Les éprouvettes A1, A2 et D1 (cylindre) ont été prélevées dans le même plan que les éprouvettes C.C.A., mais, en revanche, les sens de sollicitation et de propagation sont quelconques. Le taux de corroyage étant identique pour le sens radial et circonférentiel, il nous est impossible de retrouver les axes de sollicitation et de propagation. L'identité inclusionnaire des sens radial et circonférentiel nous permet de considérer le plan constitué par ces deux axes comme isotrope.

n° de l'essai	Type d'éprouvette	Entaille ou fissure	Température à l'arrêt (en °C)	$K_{Ia}$ (en $MPa\sqrt{m}$ )
A1	Cylindre	Entaille	11	75
A2	Cylindre	Entaille	-13	54,6
D1	Cylindre	Entaille	-74	32,3
D2A	Disque	Entaille	-36	51,2
D2B	Disque	Fissure	-53	45,1

Tableau 3: Essai de choc thermique: valeur des facteurs d'intensité de contrainte à l'arrêt de fissure.

Les éprouvettes D2A et D2B (disque) ont été prélevées suivant des axes de sollicitation et de propagation identiques aux éprouvettes C.C.A..

Seule l'éprouvette D2B a été préalablement pré-fissurée par fatigue.

**LES DONNEES DU CODE RCCM**

Le code RCC-M (annexe ZG) a repris à son compte la courbe de référence du code A.S.M.E.. Il est important de noter que cette dernière a été déterminée à partir d'essais

de traction sur larges plaques dans lesquelles un gradient de température est imposé (figure 6). Avec cette configuration, la fissure s'amorce dans un matériau plus froid donc plus fragile et se propage vers une zone plus chaude de meilleure ténacité [7].

L'analyse effectuée afin de déterminer la courbe référence est une analyse statique.

**COMPARAISON DES VALEURS DE TENACITE A L'ARRET OBTENUES PAR LES DIFFERENTS TYPES D'ESSAI**

La figure 7 rassemble sous la forme de courbes "K<sub>Ia</sub>; T- RT<sub>NDT</sub>" (T : température) les différents résultats obtenus par les essais isothermes (norme A.S.T.M.) et chargement thermique, et les compare avec la courbe référence du code RCC-M.

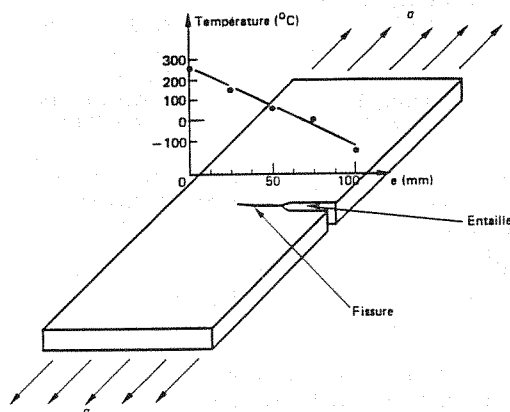


Figure 6: Description de l'essai d'arrêt de fissures sur larges plaques soumises à un gradient thermique [7].

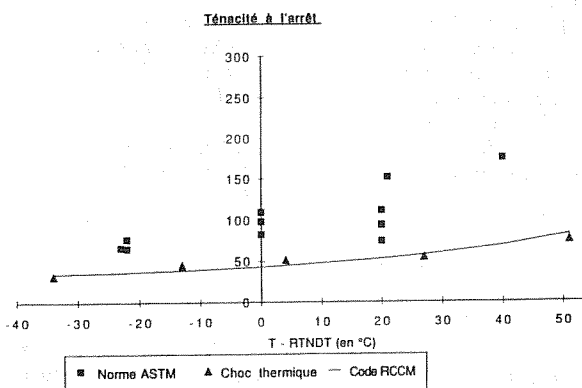


Figure 7

Deux populations de résultats apparaissent bien distinctes; une population composée des résultats d'essais isothermes, une autre, composée des résultats d'essais avec gradient de température. Plusieurs points peuvent expliquer cette dualité.

Différence de méthodologie ?

Les essais isothermes présentent deux limitations importantes. En effet, pour obtenir un amorçage par clivage une modification métallurgique locale de matériau est nécessaire. Le dépôt d'un point de soudure introduit des contraintes résiduelles dont l'influence ultérieure sur le comportement d'une fissure n'est pas connue. Par ailleurs, le chargement n'est pas correctement contrôlé. M. DI FANT [2] a mis en évidence un enfoncement supplémentaire du coin après l'amorçage. L'amplitude des perturbations qui en résultent n'est pas connue.

Dans l'expérience de choc thermique, les conditions de chargement sont maîtrisées pendant la phase de propagation. En effet, les gradients thermiques introduits dans l'éprouvette n'évoluent que très peu pendant les 100 ms que dure le saut de fissure.

Effet d'échelle ?

Un effet d'échelle (les éprouvettes A1, A2 et D1 ont une épaisseur de 220 mm) peut difficilement expliquer la différence entre les résultats des différentes méthodes, puisque les éprouvettes D2A et D2B ont une épaisseur de 20 mm (valeur identique aux éprouvettes C.C.A.).

Effet d'orientation des éprouvettes ?

La différence d'orientation des éprouvettes A1, A2 et D1 avec les éprouvettes C.C.A. n'explique pas la différence entre les deux types d'essais (les éprouvettes D2A et D2B ont la même orientation que les éprouvettes C.C.A.).

Raisons mécaniques ?

Le point, sans doute le plus important, est la différence des situations physiques correspondant aux différentes expériences. Les essais isothermes sont basés sur un chargement purement mécanique (à déplacements imposés) avec diminution du facteur d'intensité de contrainte au cours de la propagation d'une fissure préalablement amorcée, alors que les essais de type choc thermique sont basés sur un chargement thermique avec une ténacité croissante au cours de la propagation. Les essais type A.S.M.E. présentent, à la fois, un chargement mécanique (mais à effort imposé) et un chargement thermique.

Ainsi, nous pouvons remarquer la proximité des résultats obtenus par chargement thermique. D'autre part, il est important de noter que les valeurs du code RCC-M sont des valeurs réalistes; elles ne présentent pas de marge de sureté.

### Résultats de la littérature

Il est à noter qu'une comparaison identique sur un acier E36 [2] n'a pas permis de dissocier deux populations. Mais, cette étude ne comportait que deux résultats expérimentaux issus d'essais de choc thermique.

### Importance des effets dynamiques

Les expériences ont été interprétées à l'aide d'une approche statique négligeant les forces d'inertie dans l'analyse mécanique. Les vitesses de fissures mesurées aux températures de  $-60^{\circ}\text{C}$  et  $-40^{\circ}\text{C}$  (respectivement 762 et 670 m/s) sont loin d'être négligeables devant la célérité des ondes transversales (2600 m/s). A priori, une analyse dynamique serait justifiée mais des études ont montré que, d'une part il est possible de réduire cet effet dynamique en changeant la géométrie des éprouvettes C.C.A. [12], d'autre part, il apparaît que l'analyse statique se révèle toujours conservatrice [2].

Les différents aspects développés dans ce chapitre feront l'objet d'investigations ultérieures, en particulier, à partir d'une recherche bibliographique.

### CONCLUSIONS

Dans le cadre de l'analyse du risque de rupture brutale des cuves REP, une étude en terme d'arrêt de fissure est en cours.

Une première étape de cette étude est d'évaluer un critère caractéristique du matériau appelé "facteur d'intensité de contrainte à l'arrêt de fissure".

Dans le cas de l'acier A508 C13, des essais ont été effectués selon la méthode préconisée par l'ASTM. Les résultats ont été comparés avec ceux de l'Ecole des Mines de Paris obtenus à partir d'essais de type choc thermique.

Les essais ont été effectués et ont montré que le procédé expérimental, défini par la norme ASTM 1221, est relativement aisé de mise en oeuvre. L'analyse statique des expériences ne comporte pas de difficultés majeures.

Cependant, cette méthode expérimentale présente deux limitations importantes :

- le dépôt d'un point de soudure en fond d'entaille introduit des contraintes résiduelles,
- il apparaît que le chargement à déplacements imposés ne peut pas être correctement contrôlé.

Les valeurs obtenues par la méthode ASTM sont supérieures à celles qui ont été obtenues par choc thermique. Des hypothèses sont suggérées pour interpréter cette différence; la validité de ces hypothèses nécessitera des compléments d'études bibliographiques et expérimentales.

On constate, d'autre part, que les valeurs provenant des essais de chocs thermiques sont les seules qui soient en

accord avec celles que propose le code RCC-M: les valeurs déduites des essais ASTM apparaissent trop "optimistes".

**Remerciements:** Les auteurs remercient Monsieur le Professeur PINEAU (Ecole des mines de Paris), ainsi que Messieurs DI FANT (IRSID Saint-Germain en Laye) et GENTY pour leur précieuse collaboration à cette étude.

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] - A. GENTY - "Etude expérimentale et numérique de l'amorçage et de l'arrêt d'une fissure sous choc thermique dans un acier faiblement allié (16MND5)", Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, 1989.
- [2] - M. DI FANT - "Mécanique et mécanismes de la rupture dynamique dans un acier peu allié", Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, décembre 1990.
- [3] - M. DI FANT - A. GENTY - A. PINEAU - "Thermal shock induced crack arrest of two alloys steels", High temperature technology, Vol. N°8, p.105-114, mai 1990.
- [4] - Determining Plane-Strain Crack-Arrest Fracture Toughness, K<sub>Ia</sub>, of Ferritic Steel. Norme ASTM E1221 - 88.
- [5] - M. DI FANT - A. FONTAINE - A. PINEAU - C. ROUX - "Conditions d'arrêt de fissures de clivage dans un acier de construction métallique", Rapport IRSID PE 89317, juillet 1989.
- [6] - M. DI FANT - E. LESUEUR - "Compte rendu d'essais de mesure de ténacités à l'arrêt d'un acier forgé 16MND5", Rapport IRSID PE5780/MDF/LT, novembre 1991.
- [7] - D. BUISINE - M. BETHMONT - "Evaluation du risque de rupture brutale des cuves REP en situation accidentelle : des défauts dans les veines sombres à l'arrêt des fissures", Procès-Verbal EDF HT-46/COM 1189-A, février 1991.
- [8] - G. T. HAHN et Coll. - "A cooperative program for evaluating crack arrest testing methods", ASTM - STP 711, 1978.
- [9] - B. MUKHERJEE - D. M. Mc CLUSKEY - "Development of a proposed ASTM method for crack arrest fracture toughness of ferritic materials", Proceedings of the International Symposium on Fracture Mechanics - CIMM vol. 6, 1987.
- [10] - P. B. CROSLEY - E. J. RIPLING - "Crack arrest toughness of pressure vessel steels", Nuclear Engineering and Design, vol. 17, p. 32-45, 1977.
- [11] - P. B. CROSLEY - E. J. RIPLING - "Towards development of a standard test for measuring K<sub>Ia</sub>", Fast Fracture and Crack Arrest, ASTM STP 627, p.372-397, 1977.
- [12] - J. BEINERT - J.F. KALTHOFF - "The development of a crack arrest test specimen with reduced dynamic effects", Application of Fracture Mechanics to Materials and Structures, Martinus Nijhoff Publishers, 1983.

## EMISION ACUSTICA EN CORROSION BAJO TENSION

E. Santos Leal y R. López Sánchez

Departamento de Ciencia e Ingeniería de la Tierra, el Terreno y los Materiales  
E.P.S. de Ingeniería, C/ Sevilla 1, 39001, Santander

**Resumen.** En este trabajo describimos una instalación de medida de pulsos de emisión acústica basada en el registro de la forma de onda de los mismos, y presentamos los primeros resultados obtenidos con ella. Se ha estudiado el proceso de corrosión bajo tensión en probetas con roturas transgranular e intergranular. Tras descartar señales consideradas como ruido, se analiza la evolución del número de pulsos de EA frente al tiempo, lo que permite visualizar, entre otras cosas, los tiempos de incubación de algunos procesos. Se obtiene el espectro y la energía de los pulsos, su distribución estadística y temporal, y la correlación entre la energía de los pulsos y la velocidad de emisión.

**Abstract.** An acoustic emission set-up based on the burst wave form recording is described in this paper, and the first results obtained are showed. The stress corrosion cracking process is studied on probes with transgranular and intergranular cracking. Those signals which can be considered as noise have been removed, and then the number of AE burst versus time has been analyzed, which allows to show the initiation period in some processes. The spectrum and energy of bursts, their statistical and time distribution, and the correlation between burst energy and burst rate are obtained.

### 1. INTRODUCCION

La técnica de detección de los pulsos de Emisión Acústica (EA) se emplea de forma generalizada en el estudio de los diferentes procesos de fractura [1-3] y particularmente en el de corrosión bajo tensión [4-6].

Entre sus ventajas está el seguimiento en tiempo real de la evolución de las fisuras, aspecto especialmente interesante cuando aparecen tiempos de incubación en el inicio de la propagación y otros fenómenos que no permiten hacer la hipótesis de propagación a velocidad constante.

En este trabajo presentamos una instalación para la medida de los pulsos de EA y su

caracterización a través de un osciloscopio digital conectado a un ordenador. La elevada velocidad de muestreo posibilita un análisis detallado de la forma de onda, permitiendo medir parámetros como el espectro y la energía del pulso y su distribución temporal y estadística.

El conjunto de información así obtenido aporta datos complementarios a los proporcionados por otras técnicas para intentar caracterizar algunos mecanismos de fractura.

### 2. INSTALACION DE EA

En la figura 1 se muestra el esquema de



nuestra instalación, recientemente puesta en marcha.

Los pulsos de EA son detectados a través de los sensores de Physical Acoustics Corporation (P.A.C.), modelo R15 con frecuencia de resonancia de 150 kHz, y modelo S9208 de banda ancha en el rango 100 kHz a 1 MHz.

El sensor está conectado a un preamplificador P.A.C. modelo 1220A con una ganancia ajustable de 40 ó 60 dB y provisto de un filtro para eliminar frecuencias por debajo de 100 kHz.

Una característica relevante de esta instalación es el empleo de un osciloscopio digital, modelo H.P. 54502A, que captura la forma de onda de los pulsos de EA y los envía a un ordenador para su almacenamiento. Una vez finalizado el ensayo se procede al análisis de esta información, para lo cual se ha diseñado el software adecuado, así como para la adquisición de los datos.

Con objeto de aumentar el rango de amplitudes detectadas y mantener una resolución apropiada se utilizan los dos canales disponibles en el osciloscopio, con una relación de amplificación de 20 entre ambos. Al analizar la señal se toman los datos a partir del canal más amplificado mientras no esté saturado, y por el otro canal en caso contrario.

En una muestra típica la ventana de digitalización del osciloscopio comprende

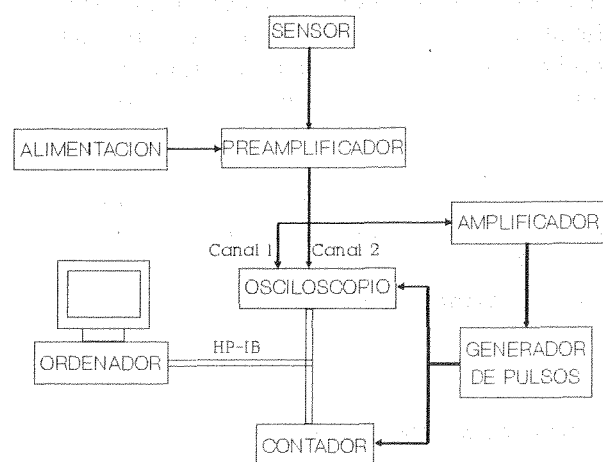


Fig. 1. Esquema de la instalación de EA.

400  $\mu$ s con 2000 puntos por canal. La transferencia de estos datos al ordenador requiere unos 0.3 s, por lo que si dos o más pulsos consecutivos son emitidos durante ese tiempo sólo podremos recoger la forma de onda del primero. Para contabilizar estos pulsos no detectados por el osciloscopio se emplea un contador universal H.P. 5316B también conectado al ordenador. Esta situación es poco frecuente, por lo que disponemos de una muestra estadística muy amplia de las formas de onda.

Para tener el mismo nivel de disparo de osciloscopio y contador y evitar que una diferencia en este nivel se traduzca en una detección de diferente número de pulsos, se utiliza un generador de pulsos HAMEG HM8035 que transforma los pulsos de EA que superan cierto voltaje en pulsos rectangulares de amplitud y anchura fijas, que actúan como señal de disparo en ambos medidores. Este acondicionamiento de señal, transformando el voltaje analógico en un pulso digital estandarizado, permite que el contador no se dispare varias veces por cada pulso de EA, dada la irregularidad de los mismos, ya que se elige para el pulso rectangular una anchura varias veces superior al tiempo de caída característico de los pulsos de EA.

Como el nivel de disparo del generador de pulsos es fijo, el control se realiza mediante la variación de la amplificación de la señal de entrada, para lo cual se utiliza un amplificador Princeton Applied Research modelo 113. Esta amplificación se ha elegido de forma que el disparo se produce cuando la señal de EA supera el doble del nivel medio de la envolvente del ruido de fondo.

### 3. MATERIAL Y ENSAYOS

Para comprobar las posibilidades de la técnica de EA con la implementación que se acaba de describir se han realizado ensayos de corrosión bajo tensión a deformación constante sobre dos probetas DCB (Double Cantilever Beam) de acero de baja aleación, AISI 4140, con la siguiente composición, expresada en porcentaje de peso:

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni
0.39	0.73	0.27	0.012	0.005	1.15	0.14

Mo	Cu	Sn	Al	Ti	As
0.23	0.25	0.028	0.015	0.002	0.024

Las dimensiones de la probeta en mm son 76.3 x 29.8 x 10.13, con una entalla longitudinal que reduce el espesor a 7.46 mm. El ambiente agresivo utilizado ha sido una disolución al 3.5% en peso de NaCl en agua destilada.

Una de las probetas, que llamaremos 1, sufrió un tratamiento térmico de temple en aceite, con lo que se obtuvo una microestructura de martensita, cuya rotura por CBT es intergranular, y el factor crítico de intensidad de tensiones medido en ella es  $K_{I\text{SCC}}=11 \text{ Mpa m}^{1/2}$ . La otra probeta, que llamaremos 2, fue normalizada, obteniéndose una microestructura de bainita, con rotura por CBT transgranular por semiclivage y  $K_{I\text{SCC}}=62 \text{ Mpa m}^{1/2}$ .

El factor de intensidad de tensiones aplicado a la probeta para la realización de los ensayos se controló midiendo con un extensómetro COD 2670-112 de Instron, el desplazamiento  $\delta$  producido por la carga, y utilizando [7] la relación:

$$K_I = B\delta / ((a+a_0)a^{1/2}) \quad (1)$$

$$B = 646 \text{ MPa m}$$

En ella  $a$  representa la longitud de fisura medida desde la línea de carga, y  $a_0$  la distancia entre la línea de carga y la línea en la que se mide  $\delta$ .

En los ensayos con la probeta 1 el valor inicial de  $K_I$  fue aproximadamente igual a 2.5  $K_{I\text{SCC}}$ , y con la probeta 2 fue 1.3  $K_{I\text{SCC}}$ .

Una vez aplicada la carga se sumerge la probeta en el ambiente agresivo, dejando al aire la cara normal a la dirección de propagación de la fisura que no está entallada. En esta cara se coloca el sensor de EA interponiendo un gel de acoplamiento de ultrasonidos. Inmediatamente después se ejecuta el programa diseñado para la recogida de datos.

#### 4. RESULTADOS

Entre los pulsos almacenados hay algunos que no han sido producidos por emisión acústica sino por interferencias electromagnéticas o por vibraciones. La mayoría de ellos son picos de voltaje aislados de duración muy corta, y suelen producirse en ráfagas. Son muy habituales en las medidas de EA y difícilmente evitables [1], pero fácilmente distinguibles al presentar un aspecto muy diferente del de los pulsos de EA. Por ello, el primer paso en el procesado de los datos ha sido visualizar uno por uno todos los pulsos almacenados y separar los que son considerados como ruido, así como descontarlos del número de pulsos acumulados por el contador.

Como el contador puede detectar varios pulsos por cada uno que digitaliza el osciloscopio no se conoce la forma de todos los pulsos contados. El criterio que se ha seguido ha sido descontar todos aquellos pulsos detectados por el contador durante la digitalización de un pulso falso por el osciloscopio. Así algunos pulsos falsos pueden ser contados como auténticos y viceversa, pero estadísticamente el procedimiento puede considerarse satisfactorio.

Un primer resultado es el número de pulsos contados en función del tiempo de ensayo,  $N(t)$ . En la figura 2 se representa para tres ensayos realizados con la probeta 2. Puede apreciarse que estas gráficas están formadas por rampas de pendiente grande alternadas con rampas más horizontales, lo cual indica que durante el ensayo hay fases alternadas de mayor y menor velocidad de propagación, hasta que la fisura se detiene definitivamente. La representación de  $N(t)$  nos aporta una idea cualitativa de la evolución de  $a$ , a pesar de que no está bien determinada la relación entre ambas magnitudes.

La propagación de la fisura en la probeta 1 (con rotura IG) resulta cualitativamente distinta que en la probeta 2, según la representación de  $N(t)$ . En primer lugar la duración total del proceso es mucho menor. La gráfica presenta una rampa inicial de pendiente pequeña que corresponde al período de incubación, durante el cual apenas avanza la fisura. A continuación aumenta

bruscamente la pendiente y va disminuyendo progresivamente hasta que se detiene el proceso. La última parte de la curva se ajusta bien a la función

$$N(t) = N^* (1 - e^{-(t-t')/\tau}) \quad (2)$$

siendo  $N^*$ ,  $\tau$  y  $t'$  parámetros de ajuste. Ello se puede apreciar en la figura 3, en la que se representa  $N^* - N(t)$  en escala logarítmica con un valor adecuado de  $N^*$ , y gran parte de la gráfica es una recta. También se observa claramente en esta representación que el proceso se detiene bruscamente (aproximadamente en  $t=10000$  s).

Como muestra de la resolución temporal alcanzada por la técnica de EA en el análisis de la propagación de una fisura, se representa en la figura 4 una ampliación de  $N(t)$  en el momento en que finaliza el período de incubación. Dicho período puede ser medido de forma precisa mediante esta técnica. Se aprecia la existencia de una zona de transición entre la incubación y la propagación, que tal vez esté relacionada con la rotura de la capa pasiva.

En la figura 5 se muestran a modo de ejemplo dos pulsos de EA digitalizados. El de la parte superior tiene la forma típica de la mayoría de ellos, aunque la amplitud varía mucho de unos a otros. La cola de su envolvente es aproximadamente exponencial, y el tiempo de caída es parecido en todos los pulsos. Esto podría deberse a que la caída de la amplitud de un pulso esté producida principalmente por la reverberación de la onda elástica en la probeta, lo cual depende de la geometría de la probeta y del coeficiente de absorción de sus paredes, que son parámetros casi constantes.

El pulso mostrado en la parte inferior de la figura 5 tiene una banda espectral estrecha centrada en torno a los 150 kHz, según se aprecia en su espectro de energía, representado en la figura 6, que se ha obtenido elevando al cuadrado el módulo de la transformada rápida de Fourier. Esto es otra ventaja de la digitalización de los pulsos de EA, ya que el análisis en frecuencia podría usarse para clasificarlos y quizá identificarlos con distintos procesos microscópicos.

Una magnitud importante en EA es la energía de los pulsos,  $u$ , puesto que proviene de la energía elástica liberada durante el avance de la fisura. La energía de la señal eléctrica originada en el sensor es

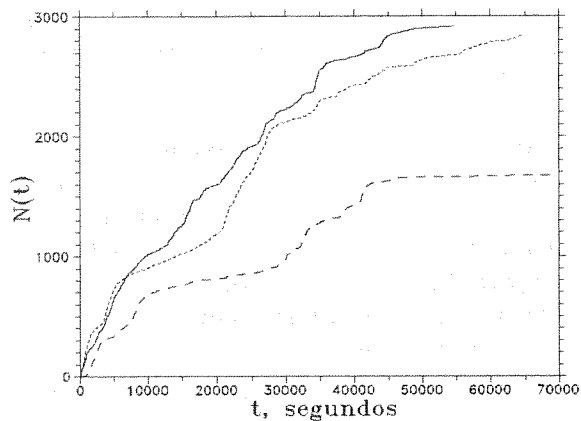


Fig. 2. Número de pulsos acumulados durante tres ensayos realizados con la probeta 2.

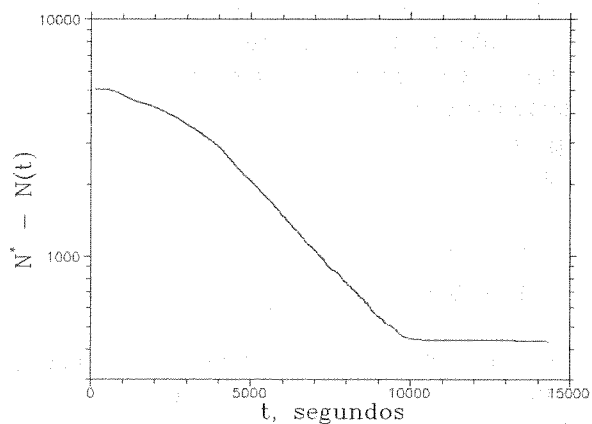


Fig. 3. Decaimiento exponencial de la actividad acústica.

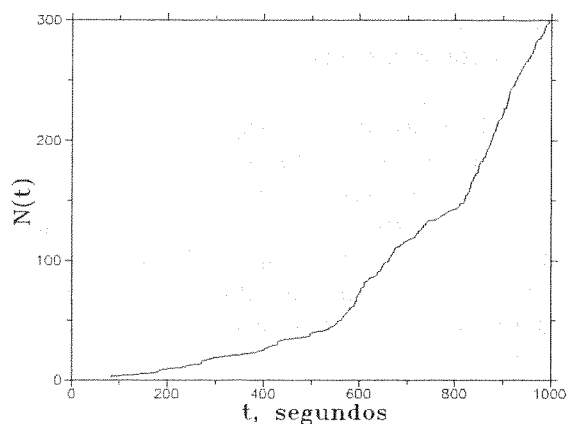


Fig. 4. Detalle de  $N(t)$  en donde se observa la transición entre incubación y propagación. Corresponde al mismo ensayo que la figura 3.

$$u = \int V^2 dt \quad (3)$$

siendo  $V$  el voltaje en cada instante. Esta energía eléctrica es un porcentaje desconocido de la energía total de la onda elástica, porque se desconoce la sección eficaz del sensor, así como la absorción en la probeta y el coeficiente de reflexión de sus paredes en contacto con el ambiente agresivo. Por ello el cálculo de la energía de un pulso se ha realizado en unidades arbitrarias, consistiendo simplemente en el sumatorio de  $V^2$  extendido a los 2000 puntos que digitaliza el osciloscopio, que siempre han correspondido a una ventana de tiempo de 400  $\mu$ s. A este valor se le resta la energía calculada para el ruido de fondo, que previamente fue digitalizado y que no proviene de emisión acústica.

La energía de los pulsos de EA detectados durante un ensayo varía enormemente de unos a otros. Por ello, para caracterizarla de alguna manera se ha calculado su función de distribución,  $F(u)$ , definida como el número relativo de pulsos cuya energía es mayor que  $u$ . En la figura 7 se representa para cuatro ensayos, con ambos ejes en escala logarítmica.

Puede observarse que en un rango amplio la distribución es potencial (línea recta en esta representación), es decir, proporcional a  $u^{-m}$ . Además, el exponente  $m$  es muy distinto para las probetas 1 y 2, pero muy próximo para los diferentes ensayos realizados con la misma probeta. Para la probeta 1, con rotura IG,  $m$  es aproximadamente igual a 3/4, y para la probeta con rotura TG por clivage,  $m$  resulta del orden de 1/4.

Hay que destacar que el rango de energías abarca varios órdenes de magnitud. En realidad este rango es mayor, pues está truncado por el sistema de detección y medida, tanto inferior como superiormente. Inferiormente porque algunos pulsos se confunden con el ruido de fondo y su amplitud no supera el nivel umbral de detección, y superiormente porque hay pulsos cuya amplitud satura la escala del osciloscopio, y por tanto, la energía calculada para ellos a partir de los datos digitalizados es menor que su energía real. La curvatura que se

observa en la gráficas de la figura 7 en la zona de energías elevadas es debida a esta saturación. De hecho, la razón de que la misma se produzca a energías mayores en los ensayos realizados con la probeta 2 es que en

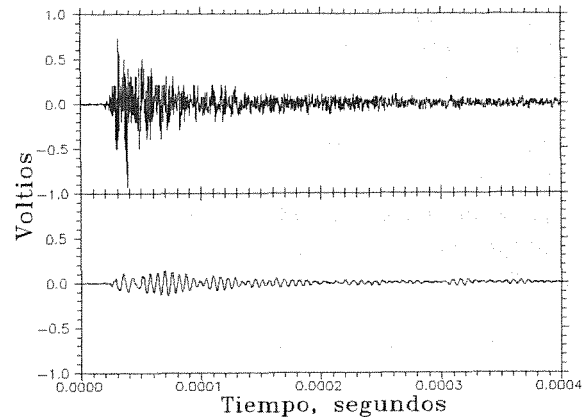


Fig. 5. Digitalización de dos tipos de pulsos de EA

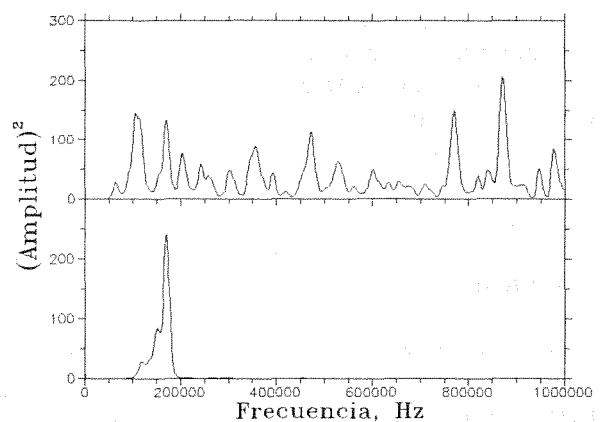


Fig. 6. Espectro de los pulsos representados en la figura 5.

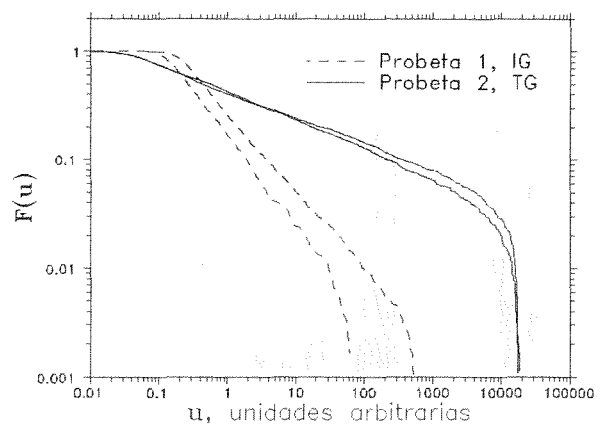


Fig. 7. Distribución de la energía de los pulsos. Se muestran dos ensayos de cada probeta.

ellos se utilizaron los dos canales del osciloscopio para aumentar el rango de amplitudes medidas, mientras que con la probeta 1 solo se utilizó un canal. Por este motivo es probable que la distribución potencial pueda extrapolarse tanto hacia energías mayores como menores, aunque no puede extenderse indefinidamente por impedimentos teóricos.

Dadas estas características de la distribución de energías resulta que la gran mayoría de los pulsos son de baja energía. Sin embargo su contribución a la energía total liberada en forma de EA es muy pequeña.

Se ha observado una relación entre el número de pulsos emitidos por unidad de tiempo,  $dN/dt$ , y la energía y espectro de los mismos, particularmente en la probeta 2 (TG). Como ya se ha dicho, durante el desarrollo de un ensayo con esta probeta hay períodos en que  $dN/dt$  es pequeño alternados con períodos en que es grande. En el inicio de un período con  $dN/dt$  grande siempre se emite un pulso (o más) de energía extremadamente alta y de frecuencia muy pura, aproximadamente de 100 kHz. A este tipo de pulsos lo siguen otros con energías en todo el rango y con espectros variados, hasta que  $dN/dt$  vuelve a disminuir.

Como ilustración parcial de estos hechos se muestra la figura 8, en la que se representa  $N(t)$  superpuesto a la energía de cada pulso en el instante en que se emitió. Se observa cómo los pulsos más energéticos coinciden con pendientes grandes de  $N(t)$ , mientras que

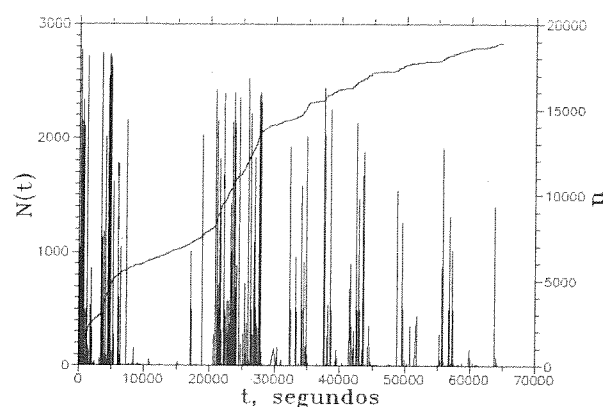


Fig. 8. Representación simultánea del número de pulsos acumulados,  $N(t)$ , y la energía de cada pulso,  $u$ .

los emitidos en períodos de pendiente pequeña apenas tienen energía.

Hasta aquí se han expuesto algunas posibilidades de la técnica de EA en el campo de la CBT. Queda como tarea, además del perfeccionamiento de la técnica, la explicación de los resultados obtenidos con el apoyo de los resultados de otras técnicas, en particular la fractografía, lo que contribuiría a la modelización de los procesos de CBT.

## 5. REFERENCIAS

- [1] Miller, R. K. y McIntire, P., "Acoustic emission testing", Nondestructive Testing Handbook (2nd ed.); v. 5, American Society for Nondestructive Testing, 1987.
- [2] Sachse, W., Roget, J. y Yamaguchi, K., "Acoustic emission: current practise and future directions", ASTM (1991).
- [3] Eisenblätter, J., "Acoustic Emission", Informationsgesellschaft-Verlag (1988)
- [4] Carpenter, S. H. y Smith, D. R., "The effects of cathodic charging on the acoustic emission generated by intergranular cracking in sensitized 304 stainless steel", Metall. Trans. A, **21 A**, 1933-1938 (1990).
- [5] Jones, R. H., Friesel, M. A. y Pathania, R., "Evaluation of stress corrosion crack initiation using acoustic emission", Corrosion, **47**, No. 2, 105-115 (1991).
- [6] Gerberich, W. W., Jones, R. H., Friesel, M. A. y Nozue, A., "Acoustic emission monitoring of stress corrosion cracking", Met. Sci. Eng., **A103**, 185-191 (1988).
- [7] González Martínez, J. J., tesis doctoral: "Influencia de la microestructura en el comportamiento de aceros de alta resistencia frente a fenómenos de corrosión bajo tensión", E. T. S. I. de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Cantabria (1987).

## EVALUACION DE LA FLEXIBILIDAD DEBIDA A UNA CARGA CASI-PUNTUAL

J. Planas, G.V. Guinea y M. Elices

Departamento de Ciencia de Materiales  
E. T. S. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid  
Ciudad Universitaria s/n, 28040-Madrid

**Resumen.** En la presente comunicación se analiza desde un modelo exclusivamente elástico-lineal el desplazamiento de los puntos bajo una carga casi-puntual y se calcula su dependencia respecto del tamaño de la zona cargada. El problema se aborda para el caso bidimensional en tensión plana. En el artículo se desarrolla una expresión general para el desplazamiento de puntos bajo una distribución de cargas en la superficie de un macizo semi-infinito y se aplica el resultado al estudio de una de las geometrías de ensayo más comunes: la probeta de flexión en tres puntos. El trabajo demuestra la influencia de la zona de reparto en el cálculo de la flexibilidad de la probeta y señala las implicaciones experimentales más importantes.

**Abstract.** Displacements due to quasi-point loads on the surface of linear elastic bodies are analyzed. Such displacements are relevant when work done by these forces needs to be evaluated. A general expression for the relative displacement due to a distributed load on the surface of a semi-infinite body was found. This result was applied to evaluate the relative displacement between characteristic points in the standard three point beam test. Results show that there is a strong dependence on the spread of the distributed load.

## 1. INTRODUCCION

Una de las formas más comunes de sollicitación en el ámbito de la experimentación mecánica de materiales es sin duda el apoyo puntual. Este nombre se utiliza tanto para el apoyo puntual propiamente dicho, que es una situación tridimensional, como para la carga en línea, que es su equivalente bidimensional. En ambos casos la realidad experimental es que el contacto con la probeta no se realiza de forma puntual (o lineal), si no que la carga se reparte en cierta zona, pequeña en comparación con las dimensiones de la probeta. A esta situación le denominamos apoyo casi-puntual.

Desde el punto de vista tensional la diferencia entre el apoyo puntual estricto y el apoyo casi-puntual es insignificante a distancias del apoyo superiores a algunas veces la anchura de la zona en la que se reparte la carga. La diferencia también es despreciable cuando se evalúan los desplazamientos en zonas alejadas al apoyo, pero no sucede lo mismo cuando se mide el desplazamiento de puntos bajo la carga, que están afectados de forma sustancial por el tamaño y forma del apoyo.

Sin embargo es frecuente utilizar para la interpretación de los ensayos expresiones teóricas basadas en el desplazamiento bajo el punto de carga, debido a que este desplazamiento es conjugado respecto de la fuerza aplicada y el producto de los dos nos proporciona el trabajo realizado.

Las dificultades aparecen cuando se quiere calcular el trabajo de las fuerzas exteriores porque, si son puntuales, los desplazamientos conjugados deben ser infinitamente grandes y si se supone que las cargas están repartidas, los desplazamientos son función de la anchura de la zona de reparto, dato que difícilmente se conoce.

En este artículo se estudia, bajo el punto de vista de la elasticidad lineal, la influencia del tamaño y forma del apoyo en el desplazamiento bajo el punto de carga. El problema que abordamos es un problema elástico plano que aparece con frecuencia en las disposiciones de ensayo: la carga en faja. Se estudia primero el desplazamiento en un sólido elástico semi-infinito, para aplicar luego este resultado a uno de los ensayos más extendidos como es el de flexión en tres puntos.

**2. DESPLAZAMIENTO BAJO UNA DISTRIBUCION ARBITRARIA EN UN MACIZO SEMI-INFINITO**

Sea un sólido elástico bidimensional semi-infinito sobre el que se aplica una carga puntual por unidad de espesor,  $P$ , figura 1. El desplazamiento vertical,  $u$ , de un punto situado en la posición definida por las coordenadas polares  $(r, \theta)$  viene dado, en tensión plana, por la expresión [1, 2]:

$$u = -\frac{2P}{\pi E} \ln r - \frac{P(1+\nu)}{\pi E} \sin^2\theta + \frac{2P}{\pi E} \ln d \quad (1)$$

en la que  $E$  y  $\nu$  son, respectivamente, el módulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson del material. La ecuación anterior supone nulo el desplazamiento vertical de un punto situado bajo la carga a distancia  $d$ .

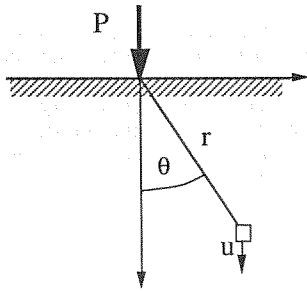


Fig. 1. Carga puntual en un sólido semi-infinito

A partir de la ecuación (1) se pueden determinar por integración los desplazamientos debidos a una distribución de carga,  $\sigma(s)$ , extendida una distancia,  $a$  que suponemos mucho menor que,  $d$ , figura 2.

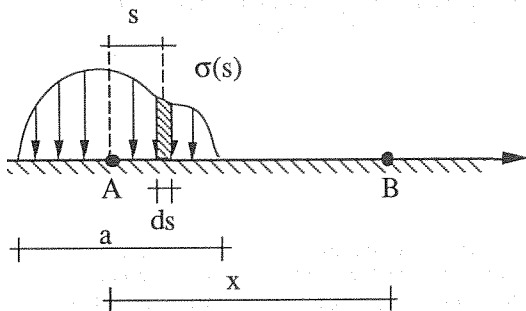


Fig.2. Cálculo del desplazamiento debido a una distribución de carga

El desplazamiento infinitesimal de un punto B de la superficie situado fuera de la distribución de carga en la posición  $x$  debido a la fuerza  $\sigma(s) ds$ , figura 2, será de acuerdo con (1):

$$du_B = \left[ \frac{2}{\pi E} \ln \frac{d}{|x-s|} - \frac{1+\nu}{\pi E} \right] \sigma(s) ds \quad (2)$$

y el desplazamiento relativo entre el punto B y el punto A, que está en el origen de la distribución, resultará igual a:

$$du_{AB} = du_A - du_B = \frac{2}{\pi E} \sigma(s) \ln \frac{|x-s|}{|s|} ds \quad (3)$$

El valor del desplazamiento relativo  $u_{AB}$  se calcula integrando la ecuación (3):

$$u_{AB} = \frac{2}{\pi E} \int_a^x \sigma(s) \ln \frac{|x-s|}{|s|} ds \quad (4)$$

La integral anterior es singular en el origen y no permite hacer un desarrollo en serie para  $x/a$ . Sin embargo este inconveniente se puede soslayar si postulamos para (4) la estructura siguiente:

$$u_{AB} = \frac{2}{\pi E} F\left(\frac{x}{a}\right) P \quad (5)$$

siendo  $P$  la carga total bajo la distribución y  $F$  una función adimensional que depende de la relación  $x/a$ . Derivando las ecuaciones (4) y (5) respecto a  $x^* = x/a$  igualando sus resultados, e introduciendo la variable adimensional  $s^* = s/a$  se obtiene:

$$F'(x^*) = \frac{a}{P} \int_{\text{carga}} \frac{1}{x^*-s^*} \sigma(s^*) ds^* \quad (6)$$

que permite un sencillo desarrollo en serie de la fracción bajo el signo integral dado por:

$$\frac{1}{x^*-s^*} = \frac{1}{x^*} + \frac{s^*}{(x^*)^2} + \dots + \frac{(s^*)^n}{(x^*)^{n+1}} + \dots \quad (7)$$

con lo que  $F'$  queda:

$$F'(x^*) = \frac{1}{x^*} + \frac{1}{(x^*)^2} \int_{\text{carga}} s^* \sigma(s^*) ds^* + \sum_{i=2}^{\infty} \frac{1}{(x^*)^{i+1}} \int_{\text{carga}} (s^*)^i \sigma(s^*) ds^* \quad (8)$$

en donde se puede anular el segundo sumando sin más que elegir el origen de  $s^*$  en el centro de gravedad de la distribución de carga. Integrando la ecuación (8) resulta:

$$F\left(\frac{x}{a}\right) = \ln \frac{|x|}{a} - \frac{1}{P} \sum_{i=2}^{\infty} \frac{M_i}{x^i} + C \quad (9)$$

en la que  $C$  es una constante de integración y  $M_i$  es el momento  $i$ -ésimo de la distribución de carga, dado por:

$$M_i = \int_{\text{carga}} s^i \sigma(s) ds \quad (10)$$

El desplazamiento  $u_{AB}$  queda finalmente como:

$$u_{AB} = \frac{2P}{\pi E} \left[ \ln \frac{|x|}{a} - \frac{1}{P} \sum_{i=2}^{\infty} \frac{M_i}{x^i} + C \right] \quad (11)$$

ecuación válida para calcular el desplazamiento del punto bajo el centro de la distribución de carga respecto de un punto en la superficie a distancia  $x$ . La ecuación (11) da la clave para el análisis de los desplazamientos bajo una carga casi-puntual y, como se aprecia, los desplazamientos divergen según una ley logarítmica cuando la anchura de la distribución tiende a cero.

La constante  $C$  que aparece en la ecuación (11) es una constante universal, igual para todas las distribuciones de carga. Este hecho se demuestra fácilmente si se consideran los desplazamientos debidos a dos distribuciones diferentes que tengan igual resultante  $P$ , igual extensión  $a$  e igual posición del centro de gravedad. Los desplazamientos debidos a ambas distribuciones serán :

$$u_{AB}^I = \frac{2P}{\pi E} \left[ \ln \frac{|x|}{a} - \frac{1}{P} \sum_{i=2}^{\infty} \frac{M_i^I}{x^i} + C_I \right] \quad (12)$$

$$u_{AB}^{II} = \frac{2P}{\pi E} \left[ \ln \frac{|x|}{a} - \frac{1}{P} \sum_{i=2}^{\infty} \frac{M_i^{II}}{x^i} + C_{II} \right] \quad (13)$$

Para una distribución que sea la resta de las dos anteriores el desplazamiento será:

$$u_{AB}^I - u_{AB}^{II} = -\frac{2}{\pi E} \sum_{i=2}^{\infty} \frac{M_i^I - M_i^{II}}{x^i} + \frac{2P}{\pi E} (C_I - C_{II}) \quad (14)$$

y como este desplazamiento no puede depender de  $P$  deberá ser  $C_I = C_{II}$ .

Hemos calculado de forma directa el valor de la constante  $C$  resolviendo exactamente la ecuación (4) para una distribución de carga uniforme. El resultado es:

$$C = 1 + \ln 2 = 1.693 \quad (15)$$

### 3. APLICACION A UNA PROBETA DE FLEXION EN TRES PUNTOS

Los resultados del apartado anterior se utilizan en este apartado para calcular los desplazamientos en una probeta de flexión en tres puntos. La geometría del problema se da en la figura 3, y coincide con la de la probeta tipo viga usada en distintas normas de ensayos de fractura.

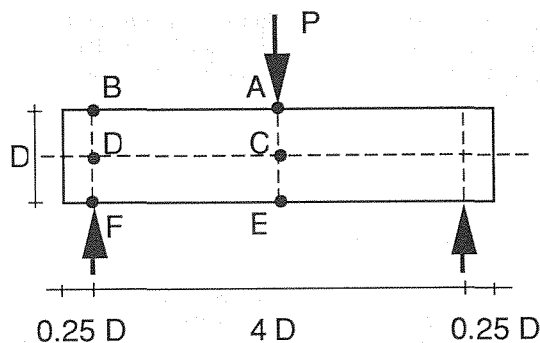


Fig.3. Geometría de flexión

Para el cálculo del desplazamiento  $u_{AB}$  procedemos a la descomposición indicada en la figura 4. Los problemas I y II corresponden a dos sólidos semi-infinitos solicitados en sus contornos por cargas casi-puntuales. El problema III asegura que las tensiones en el contorno de la probeta sean nulas. El desplazamiento total  $u_{AB}$  será la suma de los tres desplazamientos solución de cada problema.

El desplazamiento  $u_{AB}^I$  del problema I viene dado por la ecuación (11), que fue deducida en el apartado anterior. En la hipótesis de que la carga es casi-puntual, esto es, que la zona de reparto,  $a$ , es mucho menor que las dimensiones de la viga (por ejemplo  $D$ ) podemos despreciar en (11) el término debido a los momentos de segundo orden y superiores de la distribución de carga, ya que  $M_i$  tiende a cero como  $a^{i+1}$ . En consecuencia la expresión para  $u_{AB}^I$  queda como :

$$u_{AB}^I = \frac{2P}{\pi E} \left[ \ln \frac{2D}{a} + 1 + \ln 2 \right] \quad (16)$$

al ser en este caso  $x = 2D$ .

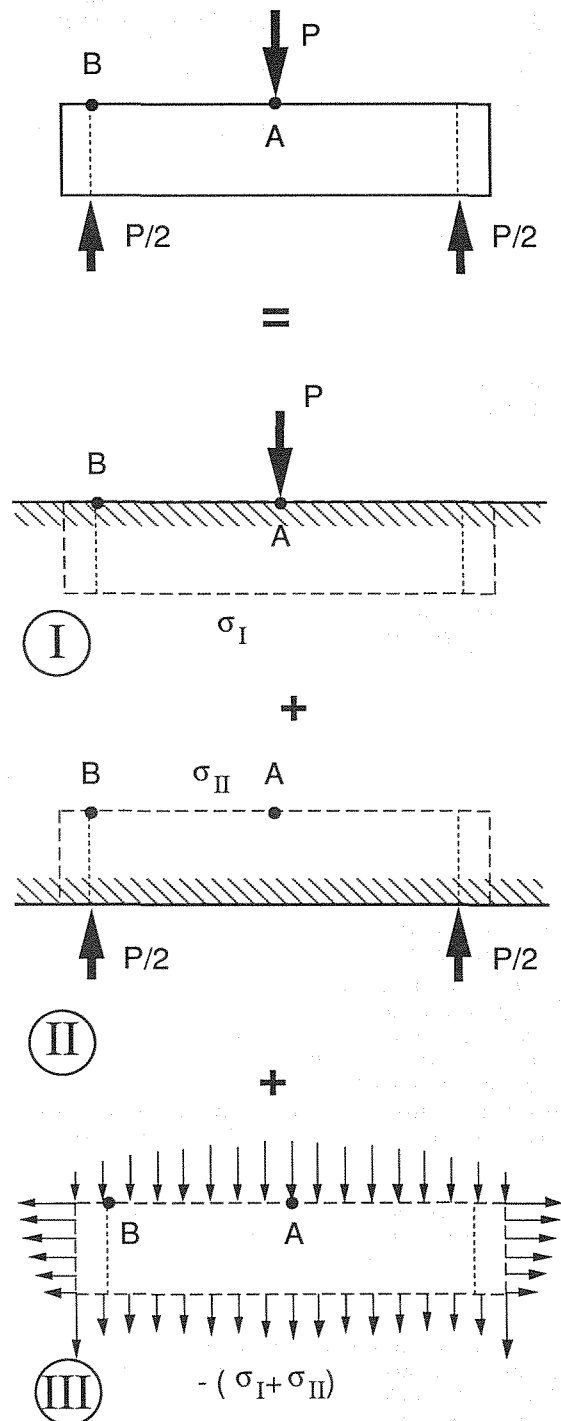


Fig.4. Descomposición del problema de una viga en flexión



Para resolver el problema II, y dado que los puntos A y B están muy lejos de los puntos donde actúan de las cargas, podemos calcular  $u_{AB}^{II}$  a partir de la ecuación (1) del desplazamiento vertical debido a una carga puntual. El cálculo lleva a:

$$u_{AB}^{II} = \frac{P}{\pi E} \left[ \ln \frac{5}{\sqrt{17}} + \frac{28}{85} (1+\nu) \right] \quad (17)$$

A diferencia de los otros dos problemas, el problema III no admite solución analítica. Para resolverlo debemos calcular las distribuciones de tensiones normales y tangenciales en el contorno de la viga correspondientes a los problemas I y II y aplicarlas con signo opuesto a la viga del problema III. El cálculo en este caso ha sido realizado de forma numérica modelizando la viga por elementos finitos. Por simetría sólo hemos discretizado la mitad de la viga, utilizando una malla totalmente regular de 20 x 45 elementos isoparamétricos de 8 nodos. Las tensiones  $\sigma_I$  y  $\sigma_{II}$  de cada problema se han calculado bajo la hipótesis de carga puntual, pues los contornos donde no se anulan están a gran distancia de los puntos de carga.

El resultado del cálculo numérico en tensión plana y  $\nu = 0.3$  da un valor para el desplazamiento,  $u_{AB}^{III}$  :

$$u_{AB}^{III} = \frac{P}{E} 16.543 \quad (18)$$

Sumando los resultados de las ecuaciones (16), (17) y (18), evaluamos el desplazamiento  $u_{AB}$  de la viga en flexión representada en la figura 3 como :

$$u_{AB} = \frac{P}{E} \left[ 18.260 + \frac{2}{\pi} \ln \left( \frac{D}{a} \right) \right] \quad (19)$$

expresión válida para tensión plana y  $\nu$  igual a 0.3.

Si seguimos un proceso similar al desarrollado en este apartado y calculamos los desplazamientos  $u_{CD}$ ,  $u_{EF}$  o  $u_{AF}$  (figura 3) el resultado es :

$$u_{CD} = \frac{P}{E} 18.512 \quad (20)$$

$$u_{EF} = \frac{P}{E} \left[ 18.301 + \frac{1}{\pi} \ln \left( \frac{D}{a} \right) \right] \quad (21)$$

$$u_{AF} = \frac{P}{E} \left[ 18.493 + \frac{3}{\pi} \ln \left( \frac{D}{a} \right) \right] \quad (22)$$

valores calculados en tensión plana para un material de coeficiente de Poisson igual a 0.3.

Como se desprende de las ecuaciones (19), (20), (21) y (22), para evaluar la flexibilidad de la probeta resulta sustancial la posición donde se miden los desplazamientos: bajo los apoyos o fuera de ellos. En el caso de desplazamientos medidos bajo los apoyos ( $u_{AB}$ ,  $u_{EF}$  y  $u_{AF}$ ) aparece el término  $\ln(D/a)$ , que depende drásticamente de la zona de reparto de la carga. La diferencia de coeficientes con que interviene este término en las ecuaciones (19), (21) y (22) se debe a la diferente intensidad y de la fuerza aplicada en el apoyo en cada situación ( $P$  para el punto A y  $P/2$  para el punto F), y a que en  $u_{AF}$  intervienen los desplazamientos tanto bajo el apoyo central como el lateral.

Si medimos, sin embargo, los desplazamientos a lo largo de la línea media de la probeta el término logarítmico desaparece, como corresponde a una situación de puntos alejados de los apoyos. Podemos comparar el resultado de (20) con el cálculo dado por Timoshenko [1] de la flecha del punto medio del eje de una viga prismática calculado con  $\nu = 0.3$  y tensión plana :

$$\delta = \frac{P_T L^3}{48EI} \left[ 1 + 2.85 \left( \frac{D}{L} \right)^2 - 0.84 \left( \frac{D}{L} \right)^3 \right] \quad (23)$$

siendo  $P_T$  la carga total aplicada,  $L$  la luz entre apoyos,  $D$  el canto e  $I$  la inercia de la sección. Si sustituimos nuestros datos  $L = 4D$ ,  $I = BD^3/12$  y  $P = P_T/B$  tendremos:

$$\delta = \frac{P}{E} 18.64 \quad (24)$$

que está muy próximo al calculado en (20).

De las ecuaciones de los desplazamientos (19), (21) y (22) deducimos que la medida de desplazamientos bajo los apoyos vendrá influida en mayor o menor medida por la anchura del apoyo. Esta influencia puede ser de importancia y por ejemplo para una viga de acero de 50 mm de canto y una anchura de apoyo de 0.04 mm, típica de un rodillo de 20 mm de diámetro, el término logarítmico de (19) es igual a 4.5, lo que supone el 20% del valor total de la flexibilidad. En consecuencia, los datos de desplazamientos de puntos bajo los apoyos han de manejarse con sumo cuidado, acotándolos en cada caso con ayuda de (19), (20), (21) ó (22).

#### 4. CONCLUSIONES

El trabajo que se presenta en este artículo ha permitido obtener las siguientes conclusiones:

- Hemos calculado la expresión general del desplazamiento bajo una carga repartida en un macizo semi-infinito, y se ha demostrado que siempre aparece una dependencia logarítmica con la extensión de la zona cargada (ecuación (11)).

- Como aplicación del resultado anterior hemos calculado la flecha de una viga normalizada en flexión en diversas posiciones, demostrando que la dependencia con la anchura de la zona de apoyo estará presente siempre que se midan los desplazamientos en los bordes superior e inferior de la viga (ecuaciones (19), (21) y (22)).

- La dependencia con la anchura de la zona de carga, en tanto que ésta es desconocida, invalida los resultados de los desplazamientos que se miden bajo los apoyos así como los cálculos que de ellos se deriven (como el módulo de elasticidad por ejemplo). Por ello es necesario tener esta dependencia presente a la hora de diseñar y realizar ensayos que involucren este tipo de medidas.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología y a la Universidad Politécnica de Madrid la ayuda recibida a través de los proyectos nº PB90-0276 y A91-00200231.

#### 6. REFERENCIAS

- [1] Timoshenko S. y Goodier J.N., "Teoría de la Elasticidad", Urmo, (1968).
- [2] Love A.E.H., "A Treatise on the Mathematical Theory of Elasticity", Dover Publications, (1944).

MODELIZACION NUMERICA DE LA FRACTURA POR IMPACTO  
EN UN BLINDAJE DE CERAMICA

C. Navarro, R. Cortés, M.A. Martínez, J. Rodríguez y V. Sánchez-Gálvez

Departamento de Ciencia de Materiales  
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,  
Universidad Politécnica de Madrid.  
Ciudad Universitaria s/n, 28040-Madrid

**Resumen.** Este trabajo aborda el estado actual de la modelización en general, y la numérica en particular, de los procesos de fractura causados por un proyectil cilíndrico que impacta sobre una placa mixta constituida por una de material cerámico sustentada por otra metálica o de composite. Los modelos que se consideran son los denominados analíticos, que abordan el problema haciendo varias hipótesis simplificadoras del mismo, y los puramente numéricos, que precisan de un programa de cálculo lagrangiano basado en el método de las diferencias finitas. Los resultados de la modelización se comparan con los que se obtienen experimentalmente, demostrándose el alto grado de acuerdo existente.

**Abstract.** In this paper, the latest models to study the fracture processes caused by a cylindrical projectile impacting a layered plate made up of a ceramic material on a metallic or composite backing plate are reviewed. The models are based on an analytical treatment of the problem, involving some simplifying hypotheses, or else they have a purely numeric character calling for implementation into a lagrangian computer code based on the finite differences method. The results achieved by the models used are compared with those obtained from experimental tests, showing the high degree of agreement between them.

## 1. INTRODUCCION

Desde el primer trabajo de Wilkins [1] sobre el problema de la fractura y comportamiento de un material cerámico sometido a la acción de cargas de impacto, han aparecido numerosos artículos científicos sobre el tema.

No se pretende aquí realizar una exhaustiva descripción de los principales trabajos realizados sino, más bien, mostrar y comentar aquellas herramientas que actualmente posee un ingeniero para abordar este tipo de problemas.

El comportamiento de una placa de material cerámico sometida a impacto es altamente dependiente de la sustentación de la misma. Así, por ejemplo, una placa cerámica de alúmina AD-85 de 11,4 mm de espesor detiene un proyectil que viaja a 95 m/s mientras que, una placa mixta formada por una de alúmina AD-85 de 6,35 mm de espesor sobre otra de aluminio, también del mismo espesor, y por tanto con la misma densidad areal que en el caso anterior, detiene al mismo proyectil viajando a 250 m/s [2]. Es decir, una configuración más económica, logra

aumentar a más del doble el grado de protección frente a una amenaza dada. Esta diferencia de comportamiento es debida a la fragilidad y poca resistencia a tracción de los materiales cerámicos.

Al impactar un proyectil sobre una placa cerámica se produce un pulso de compresión que se propaga a lo largo del espesor. Al alcanzar la cara posterior, el pulso se refleja, convirtiéndose en uno de tracción que comienza a fracturar el material cerámico. El frente de material fracturado se propaga a una velocidad ostensiblemente más pequeña, del orden de la quinta parte [3] en alúmina, que la velocidad de propagación de las ondas de compresión en la cerámica. Tomando un valor de esta última velocidad de unos 8500 m/s y un valor del espesor de alúmina de 10 mm, resulta ser que, transcurridos 7 microsegundos desde el momento del impacto, el material cerámico situado delante del proyectil se encuentra totalmente fracturado. La energía consumida en ese proceso de fractura es muy pequeña en comparación con la que transporta el proyectil [2], no siendo dicho proceso el más importante de entre los que aparecen en este problema. En otras palabras, como la duración del proceso de penetración es de, digamos, 80

microsegundos, la mayor parte del mismo se realiza a través de un material fracturado cuyas propiedades no tienen ya nada que ver con las del material intacto. Es aquí donde el material cerámico juega su papel más importante. En efecto, las partículas angulosas del material cerámico fracturado erosionan al proyectil, "arrancándole" partículas y disminuyendo su momento lineal. La fundamentación física de estos procesos de desgaste está por desarrollar, por lo que, en los modelos, suele suponerse que los procesos de erosión del proyectil y de la cerámica se encuentran gobernados por los flujos plásticos de dichos materiales.

Todo lo anterior explica que, cuando la placa cerámica se encuentra en contacto con otra sustentadora, que coacciona y limita su movimiento y normalmente fabricada de material metálico o compuesto, la eficiencia balística del blindaje mejore tremendamente en comparación con el caso de no existencia de esta última placa.

Tradicionalmente [4], la eficiencia de la cerámica frente a cargas de impacto ha sido relacionada con propiedades mecánicas (Módulo de Young y dureza) y másicas (densidad). Experimentación reciente [5] ha mostrado que dicha eficiencia se incrementa cuando lo hace un parámetro, denominado resistencia efectiva, y que se define como la semisuma del límite elástico Hugoniot y de la resistencia estática, en deformación uniaxial, del material cerámico.

Como es fácil comprender, la modelización del problema resulta bastante complicada, no ya por las lagunas de conocimiento sobre algunos de los procesos que aparecen, sino también por la necesidad de utilizar herramientas no convencionales más o menos sofisticadas. Básicamente existen tres maneras de abordarlo: numérica, analítica y empíricamente. En la primera de ellas, se modelizan los sólidos intervinientes (proyectil y blanco) bien utilizando la técnica de los elementos finitos o la de las diferencias finitas. En general, las herramientas numéricas resultan caras y lentas por el considerable tiempo de ordenador que precisan. Los métodos analíticos, mal llamados así puesto que amenudo precisan de un programa de cálculo implementado en un ordenador, resultan mucho más cómodos de utilizar que los primeros, siendo unas herramientas muy versátiles en las que se pueden incluir nuevos comportamientos de los materiales. La última forma de abordar el problema es la empírica que, como es fácil suponer, tiene un ámbito de aplicación mucho más reducido que las anteriores.

En la presente comunicación se abordan varios ejemplos del problema en cuestión: uno en el que la placa sustrato de la cerámica es metálica y otro en el que dicho sustrato es de material compuesto. Estas configuraciones, conocidas en la práctica como blindajes ligeros, son analizadas mediante diferentes metodologías lo que permitirá extraer una serie de conclusiones.

## 2. IMPACTO SOBRE CERAMICA/METAL

Uno de los primeros modelos analíticos para este tipo de configuración, y que data de 1969, es el debido a Florence [6]. Recientemente han aparecido en la literatura otros dos modelos debidos a Reijer [7] y Woodward [8]. Aunque estos autores se refieren a sus modelos como analíticos, práctica que es común en muchos de ellos, en realidad son, más bien, modelos ingenieriles puesto que se basan en la resolución numérica del sistema de ecuaciones diferenciales que gobiernan el problema. Estos modelos son fácilmente programables.

Ambos modelos, en los que el proyectil es considerado cilíndrico y la placa posterior es metálica, utilizan el

teorema del momento lineal y la ley de Newton aplicados tanto al proyectil como al blanco. Suponen que, transcurridos unos pocos microsegundos tras el impacto, un tronco de cono de material cerámico fracturado ha sido formado y consideran que su geometría es conocida. Más concretamente, establecen en unos 65 grados el ángulo que forma la generatriz con la dirección de impacto. Las ecuaciones del movimiento que se plantean se resuelven a lo largo del tiempo utilizando un esquema de diferencias finitas. La placa soporte de la cerámica se supone con una relación constitutiva determinada y su rotura se produce por inestabilidad plástica o por cortante.

A modo de ejemplo, sobre las predicciones de los modelos citados sobre el límite balístico, en la Figura 1 se incluyen los resultados experimentales junto a los obtenidos aplicando los modelos de Florence [6], Reijer [7] y Woodward [8], para una configuración de alúmina AD-85, de dos espesores: 7,9 y 8,6 mm, sustentada por una placa de aluminio 6061-T6, de espesor variable, sobre la que impacta un proyectil de 7,62 mm de calibre con incidencia normal al blanco. Para la utilización del modelo de Florence [6] se ha supuesto una resistencia máxima de 400 MPa y una deformación de rotura del 13%.

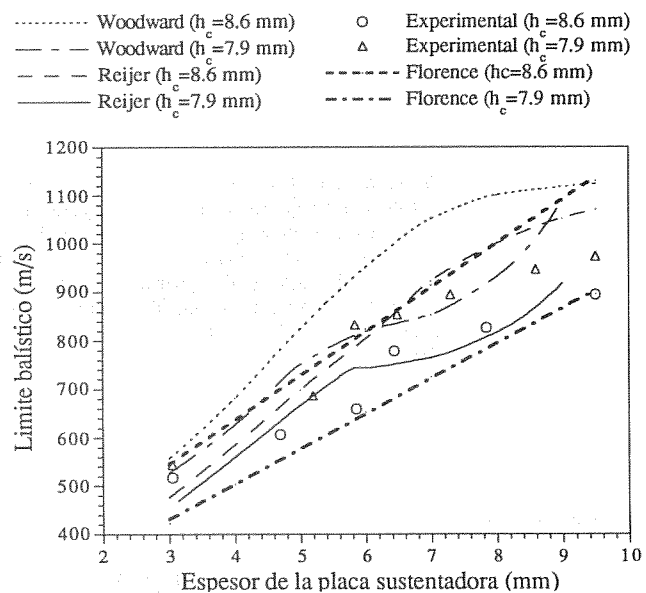


Fig. 1 Resultados de los modelos predictivos de impacto sobre cerámica/metal

La utilización de potentes herramientas numéricas, como es el programa DIMPAC [9], permite la modelización del problema, así como la identificación y seguimiento de los mecanismos de rotura en los materiales intervinientes. Aquí se muestra el caso de un proyectil cilíndrico de acero de 6 mm de diámetro, 31,8 mm de longitud, 7 gramos de masa y que posee un comportamiento similar al del 7,62 mm NATO, que impacta sobre un blanco formado por plaquetas de alúmina (Morgan Matroc Hilox 973) de 8,1 mm de espesor, sustentada por otra de aluminio 6061-T6 de 6 mm de espesor. Las características dinámicas de los materiales intervinientes han sido tomadas de la literatura. Las velocidades del proyectil fueron 815 y 916 m/s, justo por debajo y encima del límite balístico obtenido experimentalmente para ese proyectil y dicha configuración.

La elección de este caso se debe a que se dispone de evidencia experimental [10,11] en la que, mediante una sofisticada técnica de rayos X, se logró determinar las posiciones versus el tiempo, del extremo posterior de la placa de aluminio, de la intercara proyectil/alúmina y del extremo posterior del proyectil.

Tanto para el aluminio como para el acero se supuso un comportamiento elasto-plástico convencional. Para la cerámica se supuso un modelo resistente linealmente dependiente de la presión aplicada. Todos los comportamientos mecánicos anteriores se supusieron independientes de la velocidad de deformación. Un criterio simple de fractura, basado en un valor crítico de la deformación plástica efectiva fue considerado para todos los materiales. En el caso del material cerámico, se permitió que sufriera deformaciones plásticas muy pequeñas, una vez que la resistencia de la cerámica fuera alcanzada, para amortiguar las rápidas fluctuaciones del estado tensional del material que, frecuentemente, se encuentran en este tipo de problemas. Una vez que el material de un elemento está roto, sólo es capaz de sustentar tensiones hidrostáticas. Cuando este elemento se distorsiona excesivamente, el material es retirado (erosionado) y, consecuentemente, es sustituido por un conjunto de puntos máxicos capaces, a su vez, de impactar sobre otras zonas del material.

En la Figura 2 se muestra la configuración inicial del conjunto proyectil-blanco, del que sólo se ha representado la mitad por su carácter axisimétrico, y las configuraciones correspondientes a diferentes tiempos, para una velocidad de impacto de 916 m/s y que es superior al límite balístico. Como puede observarse, al cabo de 6µs el típico cono hertziano, que aparece en estos problemas, de material cerámico fracturado, se ha formado en su totalidad pero, previamente, la forma de dicho material pulverizado era cilíndrica.

En la Figura 3 se muestra la evolución temporal de la posición del extremo posterior del proyectil obtenida del análisis numérico anterior (línea continua) y los medidos experimentalmente (triángulos), para una velocidad de impacto de 916 m/s, que corresponde a un caso de perforación. En la Figura 4 se muestra, para este mismo caso, la evolución temporal de la posición de la intercara proyectil-blanco. Se observa que, dada la dificultad de la técnica de medida empleada, los valores experimentales aparecen muy dispersos, pero la tendencia de los resultados del análisis numérico parece ajustarse a la observada experimentalmente. Las Figuras 5 y 6 representan lo mismo que las Figuras 3 y 4, respectivamente, pero para una velocidad de impacto del proyectil de 815 m/s, velocidad que queda por debajo del límite balístico y que, por lo tanto, corresponde a un caso de detención del proyectil.

**3. IMPACTO SOBRE CERAMICA/COMPOSITE**

Esta configuración es mucho más difícil de analizar que la anterior, puesto que, si se aborda el problema utilizando modelos propiamente numéricos, éstos tienen que ser tridimensionales lo que obliga a un gran esfuerzo de cálculo.

Desde un punto de vista analítico tampoco se ha tratado el problema, por lo que su estudio constituye una línea de investigación muy novedosa. Recientemente, Hetherington y Rajagopalan [12] han extendido la aplicabilidad del modelo de Florence [6] a la configuración que aquí se trata y que, esquemáticamente se recoge en la figura 7. La expresión que proporciona el límite balístico resulta ser:

$$V_p = \left( \frac{\epsilon S}{0,91 f(a) M_p} \right)^{1/2}$$

donde  $M_p$  es la masa del proyectil,  $a_p$  su radio,  $a = a_p + 2h_1$ ,  $h_1$  el espesor de la placa cerámica,  $h_2$  el de la placa de composite,  $S$  la resistencia a la tracción del material compuesto multiplicada por su espesor,  $\epsilon$  la deformación de rotura a la tracción del composite,  $d_1$  y  $d_2$  las densidades de la cerámica y del composite, respectivamente y  $f(a) = M_p / (M_p + (h_1 d_1 + h_2 d_2) \pi a) \pi a$ .

La validez del modelo que Hetherington y Rajagopalan [12] proponen ha sido contrastada con resultados experimentales para un material compuesto a base de fibra de vidrio.

Con objeto de completar dicho contraste, se han considerado en esta comunicación otros dos tipos de materiales compuestos como sustratos para la cerámica: tejido Kevlar 29 con resina poliéster (43-47% del volumen total) y tejido multicapa de polietileno Dyneema SK66.

En la figura 8 se observa la predicción del modelo y los resultados experimentales [2] para el caso del impacto de un proyectil cilíndrico-cónico de calibre 12,7 mm y 30 gramos de masa. Como se observa, a partir de un espesor de la placa de composite de 6 mm, los resultados del modelo están bastante próximos a los experimentales, aunque son algo más optimistas.

En la tabla 1 pueden apreciarse para el caso de un proyectil 7,62 NATO que impacta sobre una placa cerámica de alúmina AD99 de distintos espesores, los valores de las densidades areales necesarias de composite a base de tejido de polietileno, para la detención de dicho proyectil viajando a las velocidades especificadas en dicha tabla.

**Tabla 1**

Velocidad del proyectil (m/s)	Espesor cerámica (mm)	Densidad superficial composite (kg/m <sup>2</sup> )	
		Experimental[13]	Modelo[12]
860	6	13,1	15,55
925	7	10,0	11,90
1000	8	9,2	9,2

Como se observa en esta tabla, las predicciones del modelo son, en este caso, más pesimistas que las obtenidas experimentalmente.

De los dos casos aquí estudiados, puede concluirse que el modelo propuesto por Hetherington y Rajagopalan [12] puede ser utilizado para diferentes tipos de composites, aunque es necesario considerar un coeficiente de seguridad que inicialmente podría estimarse en alrededor de 1,2.

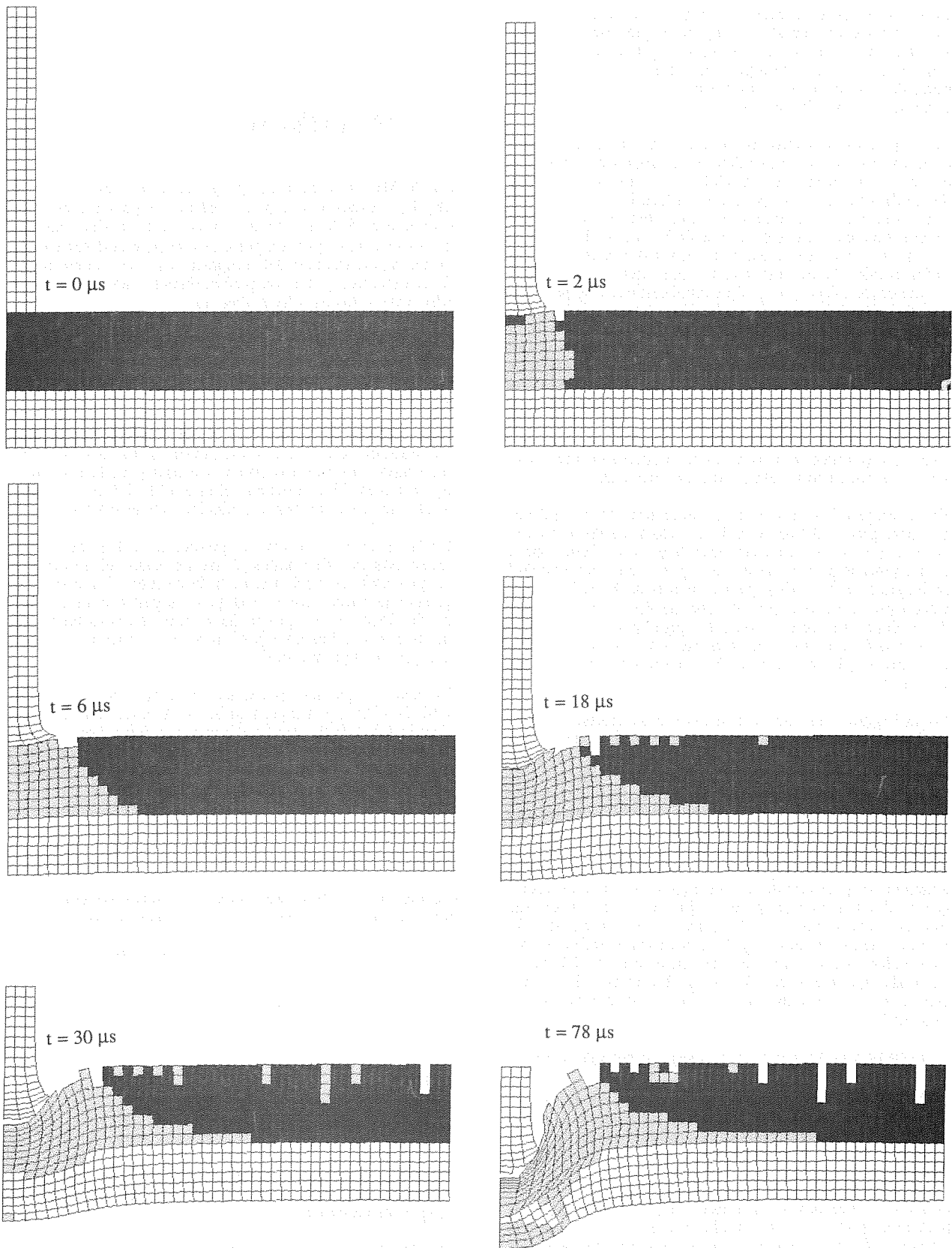


fig. 2 Diferentes configuraciones obtenidas del modelo numérico.

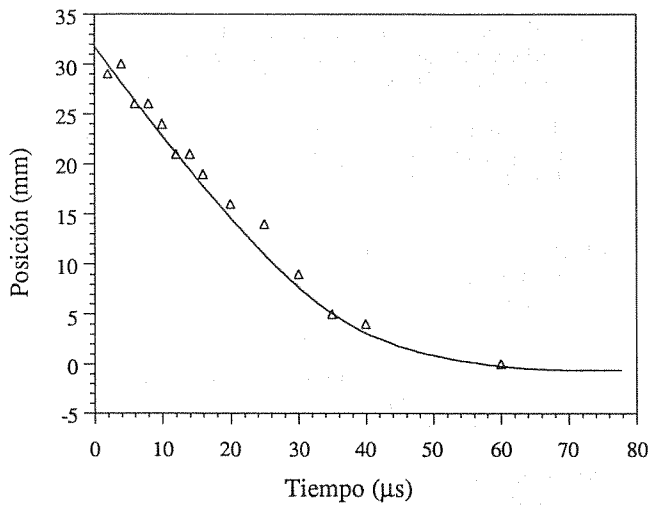


Fig. 3 Posición versus tiempo de la cara posterior del proyectil ( $v=916$  m/s)

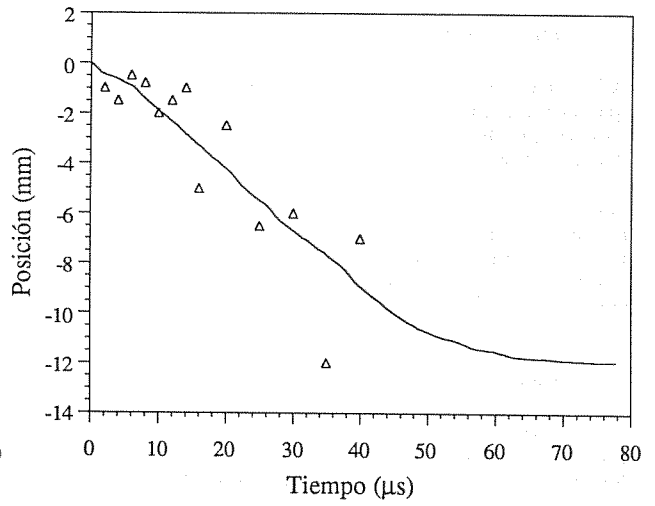


Fig. 4 Posición versus tiempo de la intercara proyectil/cerámica ( $v=916$  m/s)

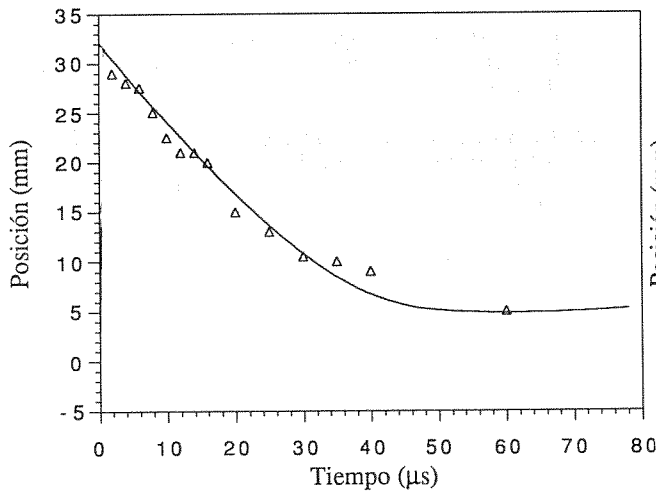


Fig. 5 Posición versus tiempo de la cara posterior del proyectil ( $v=815$  m/s)

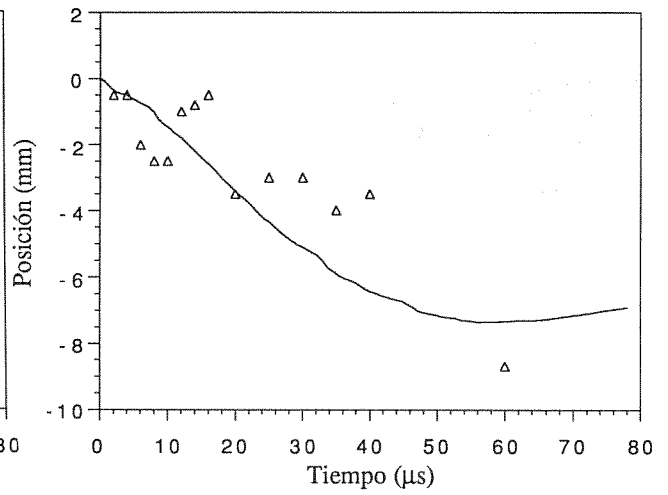


Fig. 6 Posición versus tiempo de la intercara proyectil/cerámica ( $v=916$  m/s)

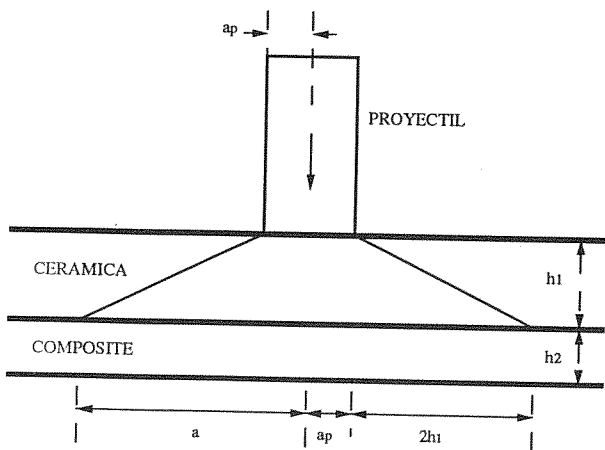


Fig. 7 Configuración inicial

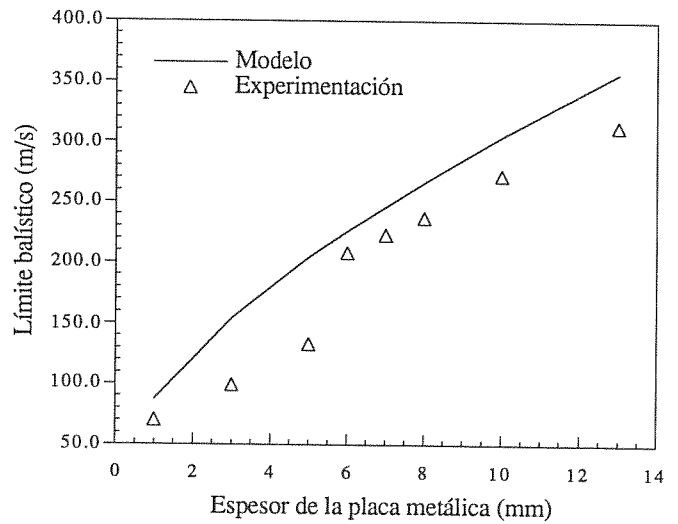


Fig. 8 Impacto proyectil 12.7 sobre placas de AD-85 sustentadas por Composit Kevlar-Poliester de diferentes espesores.

#### 4. CONCLUSIONES

A la vista de todos los análisis realizados puede concluirse que, hoy en día, el ingeniero posee varias herramientas de carácter predictivo para el diseño de blindajes capaces de detener un proyectil dado.

Los denominados modelos analíticos que, más bien debieran denominarse modelos simples ingenieriles, predicen, razonablemente bien, la respuesta de una configuración mixta cerámica/metal o cerámica/composite frente a proyectiles de bajo calibre como los considerados en este trabajo.

Las herramientas puramente numéricas, como el programa DIMPAC [9], utilizado en esta comunicación, predice muy aproximadamente los resultados experimentales observados, lo que ayuda a entender la fenomenología de los procesos de fractura y perforación que aparecen en este tipo de problemas.

#### 5. REFERENCIAS

- [1] Wilkins, M.L., Honodel, C. y Sawle, D., "An approach to the study of light armor", Lawrence Radiation Laboratory, University of California, Livermore, CA, USA, UCRL-50284 (1967).
- [2] Mayselless, M., Goldsmith, W., Virostek, S.P. y Finnegan, S.A., "Impact on Ceramic Targets", *J. Applied Mech.*, **54**, 373-378 (1987).
- [3] Kennedy, C.M., Ofstedahl, K.E. y Mayselless, M., "Analysis of impacts on alumina", FMC Ordnance Division, San José, CA, USA (1986).
- [4] Stiglich, J. J., US Army Rept., AD666766 (1968).
- [5] Rosenberg, Z. y Yeshurun, Y., "The relation between ballistic efficiency and compressive strength of ceramic tiles", *Int. J. Impact Engng.*, **7**, 357-362 (1988).
- [6] Florence, A.L., "Interaction of projectiles and composite armour part II", Stanford Research Institute, Menlo Park, AMMRG-CR-69-15, California, USA, (1969).
- [7] Reijer, P.C. den, "Further Development of the TNO analytic ceramic faced lightweight armour response model (ALARM)", PML 1990-C17, Prins Maurits Laboratory, Holanda, (1990).
- [8] Woodward, R.L., "A simple one-dimensional approach to modelling ceramic composite armour defeat", *Int. J. Impact Engng.*, **9**, 455-474 (1990).
- [9] Dpto. Ciencia de Materiales (UPM), "DIMPAC: A computer program for ballistic impact simulation", (1991).
- [10] Reijer, P.C. den, "On the penetration of rods into ceramic faced armours", *Proc. 12th Int. Symp. Ballistics*, San Antonio, Tejas (1990).
- [11] Reijer, P.C. den, "Impact on Ceramic Faced Armour", Tesis Doctoral, Universidad de Delft, Holanda, Noviembre (1991).
- [12] Hetherington, J.G. y Rajagopalan, "An investigation into the energy absorbed during ballistic perforation of composite armours", *Int. J. Impact Engng.*, **11**, 33-40 (1991).
- [13] Catálogo del fabricante (DSM): Dyneema: Lightweight and personal armour.

## FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSIONES EN PROBETAS DCB

Andrés Valiente\* y José María Varona\*\*

\*Departamento de Ciencia de Materiales

Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos  
Universidad Politécnica de Madrid

\*\*Departamento de Ciencia e Ingeniería de la Tierra, el Terreno y los Materiales

Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos  
Universidad de Cantabria

**Resumen.** En este trabajo se desarrolla un modelo de comportamiento mecánico para probetas DCB (Double Cantilever Beam) basado en la teoría elemental de vigas, que tiene en cuenta la deformabilidad del ligamento resistente. Aplicando principios generales de Mecánica de Fractura y de Resistencia de Materiales, se deducen a partir del modelo expresiones analíticas de la flexibilidad de la probeta y del factor de intensidad de tensiones para un sistema de carga cualquiera. Ambas expresiones se contrastan satisfactoriamente con las soluciones particulares disponibles obtenidas por otros métodos.

**Abstract.** A mechanical model, based on elementary beam theory, is used to obtain analytical expressions for the compliance and the stress intensity factor of DCB (Double Cantilever Beam) specimens. The solutions are derived for any kind of loading and take account of the influence of the uncracked ligament. The particular cases for which other solutions are available, are used to check the present one and it is confirmed that the obtained expression yields similar stress intensity factor values.

## 1. INTRODUCCION

Las probetas DCB tienen importantes aplicaciones en el campo experimental de la Mecánica de Fractura debido a las indudables ventajas que ofrecen: no plantean problemas especiales de fabricación, ni requieren dispositivos complejos de aplicación de las cargas; una misma probeta proporciona un amplio intervalo de tamaños de fisura, y si durante el ensayo de la probeta la fisura crece, las longitudes correspondientes pueden medirse por métodos directos a lo largo del experimento, incluso en el caso de que se desarrolle en medios no atmosféricos. Por ello, las probetas DCB se emplean para caracterizar el comportamiento de los materiales frente a los fenómenos causantes de la fisuración, determinando las condiciones en que se produce y midiendo la resistencia que opone el material a la formación y crecimiento de las fisuras. Prácticamente, se han empleado con todo tipo de materiales estructurales (metálicos [1], compuestos [2], cerámicos [3] y poliméricos [4]) y para todos los procesos de fisuración (fractura [5], fatiga [6], corrosión bajo tensión [7], corrosión-fatiga [8], delaminación [9], etc.).

Otra de las razones del éxito de estas probetas es la posibilidad de representar su comportamiento mecánico como sólido fisurado mediante modelos simplificados, los cuales

permiten aplicar la teoría de Resistencia de Materiales para calcular el factor de intensidad de tensiones. Sin embargo, la validez de aproximaciones tan sencillas está basada en restricciones geométricas que limitan las posibilidades de aplicación de las probetas DCB y reducen sensiblemente las ventajas de su uso, ya que en los casos restantes es necesario determinar el factor de intensidad de tensiones mediante complejos cálculos numéricos o laboriosas calibraciones empíricas que proporcionan resultados válidos únicamente para los casos analizados.

El modelo más simple empleado para representar una probeta DCB puede observarse en la figura 1 y consiste en considerar cada una de las dos partes de la probeta separadas por la fisura en una viga en voladizo empotrada a la altura del extremo de la fisura.

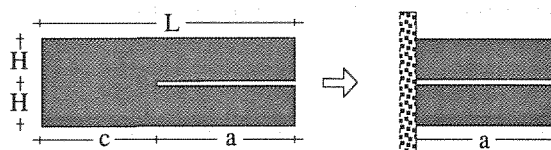


Fig.1. Modelo simplificado para probetas DCB.



El factor de intensidad de tensiones se determina por métodos energéticos, sustituyendo la energía elástica de la probeta DCB por la energía de flexión que las cargas aplicadas sobre los voladizos originarían en las dos vigas. La validez de esa hipótesis es la causa principal de las limitaciones del modelo, ya que sólo puede asumirse cuando las longitudes de la fisura y del ligamento son sensiblemente mayores que el semicanto de la probeta.

Las soluciones disponibles se refieren a casos particulares de carga [10], siendo el más estudiado el de dos fuerzas iguales y opuestas aplicadas sobre el extremo de los voladizos (figura 2). El problema ha sido abordado por procedimientos alternativos a los modelos basados en Resistencia de Materiales (elementos finitos [11], transformada de Fourier [12], métodos experimentales [13], etc.), y aunque la concordancia entre las soluciones obtenidas es notable, ninguna de ellas incorpora los efectos debidos de la finitud del ligamento. Sólo mediante un tratamiento del problema basado también en Resistencia de Materiales, consistente en considerar el ligamento de la probeta como un apoyo elástico continuo con un coeficiente de balasto igual a la rigidez a compresión de la probeta, se ha obtenido una solución que tiene en cuenta dicho efecto para el sistema de cargas de la figura 2 [14].

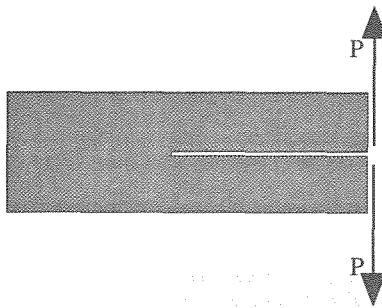


Fig.2. Probeta DCB con cargas puntuales en los voladizos.

El objetivo del presente trabajo es mejorar el modelo dentro del marco de la Resistencia de Materiales y obtener expresiones teóricas del factor de intensidad de tensiones que tengan en cuenta el efecto del ligamento y sean válidas para cualquier tipo de carga. La disponibilidad de estas soluciones analíticas eliminará parte de las dificultades añadidas que conlleva la utilización de las probetas DCB y ampliará sus posibilidades de aplicación.

2. DESARROLLO TEORICO

El modelo que se desarrolla en este trabajo es una extensión del indicado en la figura 1, en el cual cada una de las dos partes en que el plano de simetría divide a la probeta DCB se asimila a una viga (figura 3). El sistema de cargas considerado es un sistema cualquiera, sin más restricción que la de generar una sollicitación de la fisura en modo I.

En los tramos correspondientes a la zona no fisurada de la probeta las condiciones de sollicitación a que se encuentran sometidas las vigas es la de no experimentar desplazamiento transversal. Tales condiciones se han representado en la figura 3 mediante un apoyo continuo y reflejan el hecho de que el ligamento no puede salirse de su plano debido a la simetría existente. Las reacciones por unidad de espesor generadas en el apoyo continuo son las tensiones normales que se transmiten a través del ligamento de la probeta. Las tensiones cortantes en el ligamento son nulas, también a causa de la simetría.

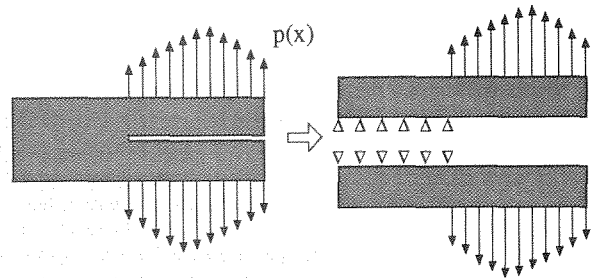


Fig.3. Modelo propuesto para probetas DCB.

Si únicamente se tiene en cuenta la deformación por flexión de las vigas, de acuerdo con la teoría de Resistencia de Materiales, la ausencia de desplazamientos transversales en el ligamento llevaría aparejada la de cargas, esfuerzos y deformaciones, y en consecuencia el tramo correspondiente a la zona no fisurada de la probeta no sufriría ninguna deformación y se comportaría como un empotramiento perfecto para los voladizos, es decir, se vuelve de nuevo al modelo de la figura 1. Sin embargo, esta conclusión es contradictoria porque de ser cierta, el ligamento estaría libre de tensiones y no generaría las reacciones necesarias para equilibrar las cargas aplicadas sobre los voladizos.

La causa de este anómalo resultado hay que buscarla en la excesiva simplicidad del análisis, concretamente en haber considerado que la deformación de las zonas no fisuradas de la probeta tiene un sólo origen. Una segunda fuente de desplazamientos transversales permitiría contrarrestar los originados por la flexión, de manera que el ligamento se mantuviera en su plano sin que el estado tensional de la zona no fisurada de la probeta fuese nulo.

Es posible encontrar esa segunda fuente de desplazamientos transversales e incorporarla al análisis sin salirse del marco de la Resistencia de Materiales. En efecto, la resultante de las tensiones transmitidas a través del ligamento ha de ser igual a la de las cargas aplicadas en los voladizos, pero repartida en un área bastante menor, con lo cual dará lugar a esfuerzos cortantes de intensidad suficiente como para no poder ignorar las deformaciones que originen. En consecuencia, es necesario tener en cuenta la deformación por esfuerzo cortante en el análisis de las vigas que sustituyen a la probeta DCB, y la teoría de Resistencia de Materiales permite hacerlo.

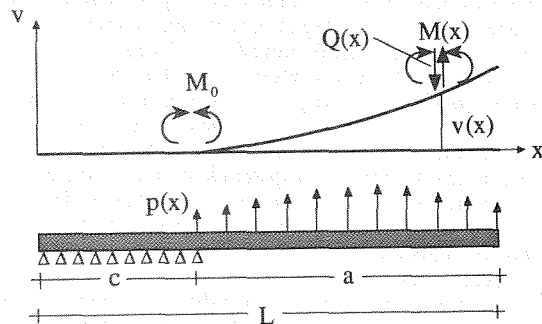


Fig.4. Variables y convenio de signos para el análisis de vigas.

La figura 4 representa la viga correspondiente a la mitad superior de la probeta DCB, con el sistema de referencia

y el criterio de signos adoptados. El desplazamiento transversal,  $v$ , de una sección de la viga es la suma de las contribuciones debidas a la flexión,  $v_M$ , y al deslizamiento por cortante,  $v_Q$ :

$$v = v_M + v_Q \tag{1}$$

Cada una de estas contribuciones está relacionada con el esfuerzo que la genera a través de la correspondiente constante de flexibilidad de la sección,  $C_M$  en el caso del momento flector  $M$  y  $C_Q$  en el caso del esfuerzo cortante  $Q$ :

$$\frac{d^2 v_M}{dx^2} = C_M M \tag{2}$$

$$\frac{dv_Q}{dx} = C_Q Q \tag{3}$$

Ambos esfuerzos están relacionados a su vez por la condición de equilibrio de la sección:

$$\frac{dM}{dx} = -Q \tag{4}$$

Eliminando las variables  $v_M$ ,  $v_Q$  y  $Q$  entre las ecuaciones (1) a (4), se obtiene la ecuación diferencial de la elástica, incluido el efecto del esfuerzo cortante:

$$\frac{d^2 v}{dx^2} = C_M M - C_Q \frac{d^2 M}{dx^2} \tag{5}$$

En el tramo de la viga correspondiente al ligamento de la probeta DCB el desplazamiento transversal es nulo:

$$v = 0 \quad 0 \leq x \leq c \tag{6}$$

y por tanto, la ley de momentos flectores ha de satisfacer la ecuación diferencial:

$$C_M M - C_Q \frac{d^2 M}{dx^2} = 0 \tag{7}$$

con las condiciones de contorno:

$$M(0) = 0 \quad M(c) = M_0 \tag{8}$$

siendo  $M_0$  el momento flector correspondiente al extremo de la fisura, cuyo valor está determinado por las cargas aplicadas sobre la probeta. Resolviendo la ecuación diferencial (7) con las condiciones de contorno (8) resulta:

$$M = M_0 \frac{\text{Sh} \frac{x}{D}}{\text{Sh} \frac{c}{D}} \quad 0 \leq x \leq c \tag{9}$$

donde se ha introducido la constante con dimensiones de longitud:

$$D \equiv \sqrt{\frac{C_Q}{C_M}} \tag{10}$$

Las acciones ejercidas a través del ligamento por la otra mitad de la probeta se obtienen derivando dos veces la ley de momentos flectores. Los valores resultantes se indican en la figura 5, donde  $Q_0$  representa la resultante de las fuerzas puntuales transmitidas en los límites del ligamento, de tracción en el extremo de la fisura y de compresión en el final de la probeta. Estas fuerzas reflejan la concentración de tensiones de distinto signo que se produce en ambas zonas.

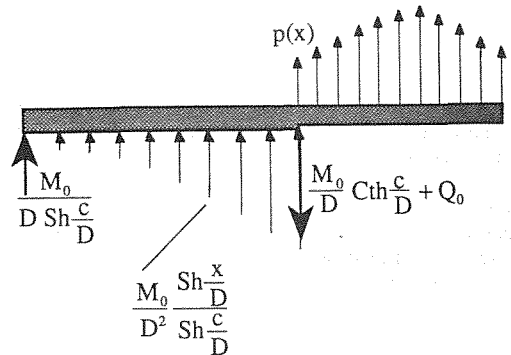


Fig.5. Fuerzas transmitidas a través del ligamento en una probeta DCB.

El efecto del ligamento sobre el factor de intensidad de tensiones es debido a la energía elástica que absorbe a través del giro  $\theta_0$  de la sección correspondiente al extremo de la fisura. Dicho giro puede calcularse teniendo en cuenta que la ley de giros es la derivada de la ley de desplazamientos debidos a la flexión. Haciendo uso de esa relación y de las ecuaciones (6), (3), (4), (9) y (10) se tiene:

$$\begin{aligned} \theta_0 &= \left[ \frac{dv_M}{dx} \right]_{x=c} = - \left[ \frac{dv_Q}{dx} \right]_{x=c} = -C_Q Q(c) = \\ &= C_Q \left[ \frac{dM}{dx} \right]_{x=c} = M_0 C_M D \text{Cth} \frac{c}{D} \end{aligned} \tag{11}$$

La energía elástica de la probeta es suma de las correspondientes a los voladizos y a los ligamentos. La primera puede calcularse mediante las leyes de momentos flectores y esfuerzos cortantes que generan las cargas aplicadas sobre la probeta, y la segunda a través del trabajo que realiza el momento flector  $M_0$  durante el giro  $\theta_0$ :

$$\begin{aligned} U &= 2 \left[ \frac{1}{2} \theta_0 M_0 + \frac{1}{2} \int_c^L (C_M M^2 + C_Q Q^2) dx \right] = \\ &= M_0^2 C_M D \text{Cth} \frac{c}{D} + \int_c^L (C_M M^2 + C_Q Q^2) dx \end{aligned} \tag{12}$$

El factor de intensidad de tensiones puede obtenerse mediante la derivada de la energía elástica respecto al área de fisura, suponiendo constante el sistema de cargas aplicadas:

$$K_I = e_1 \sqrt{\frac{E}{B} \left( \frac{\partial U}{\partial a} \right)_P} = e_1 \sqrt{-\frac{E}{B} \left( \frac{\partial U}{\partial c} \right)_P} \tag{13}$$

donde  $B$  es el espesor de la probeta en el plano de la fisura,  $E$  el módulo de elasticidad y  $e_1$  una constante que depende del coeficiente de Poisson  $\nu$ :

$$e_1 = \begin{cases} 1 & \text{(tensión plana)} \\ (1 - \nu^2)^{-1/2} & \text{(deformación plana)} \end{cases} \tag{14}$$

Haciendo uso de la ecuación (13), con la expresión de la energía elástica dada por (12), se llega al siguiente resultado:

$$K_I = \frac{M_0 e_1}{\sqrt{IB}} \sqrt{1 + \text{Sh}^{-2} \frac{c}{D} + 2 \frac{Q_0}{M_0} D \text{Cth} \frac{c}{D} + \left( \frac{Q_0}{M_0} D \right)^2} \tag{15}$$

donde se han tenido en cuenta la relación existente entre el momento flector y el esfuerzo cortante:

$$Q_0 = -\frac{dM_0}{dc} \tag{16}$$

y se ha introducido el valor de la constante de flexibilidad  $C_M$  expresado en función del módulo de elasticidad del material y del momento de inercia de la sección de la viga  $I$ :

$$C_M = \frac{1}{EI} \tag{17}$$

La expresión del factor de intensidad de tensiones obtenida en la ecuación (15) pone de manifiesto que se obtiene el mismo factor para todos los sistemas de cargas aplicados sobre cada voladizo que sean estáticamente equivalentes, por tener en común los mismos valores de  $M_0$  y  $Q_0$ . En consecuencia, al tratarse de sistemas planos, el sistema de cargas puede sustituirse por una sola fuerza, igual a su resultante  $Q_0$ , aplicada a la distancia  $b$  del extremo de la fisura dada por:

$$b = \frac{M_0}{Q_0} \tag{18}$$

y la ecuación (15) puede escribirse como:

$$K_I = \frac{M_0 e_1}{\sqrt{IB}} \sqrt{1 + \text{Sh}^{-2} \frac{c}{D} + 2 \frac{D}{b} \text{Cth} \frac{c}{D} + \left(\frac{D}{b}\right)^2} \tag{19}$$

Si en lugar de cargas, sobre los voladizos se imponen desplazamientos, para calcular el factor de intensidad de tensiones mediante la ecuación (19), es preciso determinar las cargas correspondientes a los desplazamientos impuestos. Los teoremas de Mohr aplicados a los voladizos resuelven el problema, si se añade como dato la relación momento-giro que establece la ecuación (11). Dicha relación determina la contribución de la zona no fisurada a la flexibilidad de la probeta DCB y pone de manifiesto que su comportamiento es equivalente al de un empotramiento elástico con una constante de flexibilidad igual al factor de proporcionalidad giro-momento definido por la ecuación (11):

$$C_0 = \frac{\theta_0}{M_0} = \frac{D}{EI} \text{Cth} \frac{c}{D} \tag{20}$$

Para ilustrar la aplicación de las ecuaciones (15) y (19) en un caso de estas características se resuelve seguidamente el ejemplo de la figura 6, en el cual es dato el giro  $\theta$  impuesto en los extremos de los voladizos mediante la aplicación de una pareja de momentos iguales y contrarios.

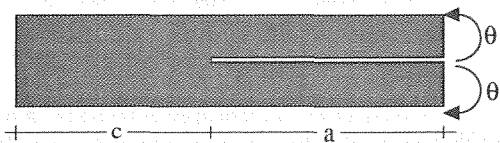


Fig.6. Probeta DCB con giros impuestos en los extremos de los voladizos.

Llamando  $M$  al valor de dichos momentos se tiene:

$$M_0 = M \quad Q_0 = 0 \tag{21}$$

y de acuerdo con el primer teorema de Mohr:

$$\theta = C_0 M_0 + \int_c^{a+c} \frac{M}{EI} dx = \frac{M}{EI} (D \text{Cth} \frac{c}{D} + a) \tag{22}$$

Los valores de  $M_0$  y  $Q_0$  que resultan de (21) y (22) se sustituyen en la ecuación (15) y se obtiene la expresión buscada del factor de intensidad de intensidad de tensiones:

$$K_I = \frac{\theta E e_1}{D} \sqrt{\frac{I}{B}} \sqrt{\frac{1 + \text{Sh}^{-2} \frac{c}{D}}{\frac{a}{D} + \text{Cth} \frac{c}{D}}} \tag{23}$$

3. ANALISIS DE RESULTADOS

Los sumandos que figuran en la raíz cuadrada del segundo miembro de la ecuación (19) representan diferentes contribuciones al factor de intensidad de tensiones: el primero y el cuarto son debidos a la deformación de los voladizos, por flexión y por esfuerzo cortante respectivamente, y los dos restantes al giro que se produce en la sección final de los mismos debido a la deformación de la zona no fisurada de la probeta. Respecto a esta última contribución, es interesante señalar que no se anula aunque la longitud del ligamento sea muy grande comparada con las dimensiones transversales de la probeta ( $c \gg D$ ). En efecto, en ese caso la ecuación (19) adopta la forma:

$$K_I = \frac{M_0 e_1}{\sqrt{IB}} \left(1 + \frac{D}{b}\right) \tag{24}$$

en la cual, el sumando que acompaña a la unidad en el segundo miembro incorpora el efecto de la deformación de la zona no fisurada así como el debido al esfuerzo cortante en los voladizos. Por consiguiente, dicho efecto será despreciable frente al de la flexión de los voladizos si además de la longitud del ligamento, también la distancia  $b$  es muy grande respecto a las dimensiones transversales de la probeta. Así pues, el modelo propuesto se reduce al de la figura 1 precisamente cuando se cumplen las condiciones de validez de este último ( $b, c \gg D$ ).

Como se indicó anteriormente, las soluciones del factor de intensidad de tensiones halladas por métodos alternativos al de los modelos de Resistencia de Materiales se refieren al caso de la figura 2, con probetas DCB de sección rectangular. Por consiguiente, será este caso el que se emplee para contrastar la validez de los resultados obtenidos.

Los factores de intensidad de tensiones que se derivan del modelo propuesto, tanto para ligamento finito como infinito, se determinan particularizando las expresiones generales (19) y (24). Para una probeta de sección rectangular, de canto  $2H$  y espesor  $B$ , tomando  $e_1 \cong 1$ , se tiene:

$$I = \frac{1}{12} B H^3 \tag{25}$$

$$D = \sqrt{\frac{C_Q}{C_M}} = \sqrt{\frac{\frac{1}{12} B H^3 E}{\frac{5}{6} B H \frac{E}{2(1+\nu)}}} = \sqrt{\frac{1+\nu}{5}} H \cong \frac{1}{2} H \tag{26}$$

y bajo la acción de las cargas indicadas en la figura 2:

$$M_0 = Pa \quad b = a \tag{27}$$

los factores de intensidad de tensiones dados por (19) y (24) resultan, respectivamente:

$$K_I = \frac{2\sqrt{3}P}{B\sqrt{H}} \sqrt{\left(\frac{a}{H}\right)^2 \left(1 + \text{Sh}^{-2} \frac{2c}{H}\right) + \frac{a}{H} \text{Cth} \frac{2c}{H} + \frac{1}{4}} \tag{28}$$

$$K_I = \frac{2\sqrt{3}P}{B\sqrt{H}} \left(\frac{1}{2} + \frac{a}{H}\right) \tag{29}$$

La ecuación (29) corresponde al caso de ligamento infinito y es directamente comparable con la obtenida por Fichter [12] aplicando la transformada de Fourier mediante la técnica de Wiener-Hopf. Si en esa misma ecuación se expresa la carga  $P$  en función de la apertura  $\delta$  de los extremos de los voladizos, el resultado a que finalmente se llega es directamente comparable con el obtenido por Mostovoy, Crosley y Ripling [13], mediante determinaciones experi-

mentales de la flexibilidad de la probeta. La relación entre  $P$  y  $\delta$  a introducir en la ecuación (29) se obtiene como en el ejemplo del apartado anterior, calculando el desplazamiento  $\delta/2$  de cada voladizo mediante los teoremas de Mohr, si bien la constante de flexibilidad del empotramiento (20) ha de particularizarse para el caso de ligamento infinito. La expresión que finalmente resulta es:

$$K_I = \frac{\delta E}{\sqrt{3}\sqrt{H}} \frac{\frac{1}{2} + \frac{a}{H}}{4\left(\frac{a}{H}\right)^3 + 2\left(\frac{a}{H}\right)^2 + \frac{a}{H}} \quad (30)$$

Los resultados que figuran en las referencias [12] y [13] coinciden sensiblemente con los correspondientes a las ecuaciones (29) y (30), como puede apreciarse en la figura 7, donde se han representado gráficamente.

Para probeta de ligamento finito con cargas puntuales en los extremos de los voladizos, Kanninen ha desarrollado un modelo en el cual considera el ligamento como un apoyo elástico continuo con un coeficiente de balasto igual a la rigidez a compresión de la probeta. Los resultados que se obtienen a partir de este modelo pueden compararse con los correspondientes a la ecuación (28) en la representación gráfica de la figura 8. La concordancia entre los resultados de ambos modelos es buena para longitudes del ligamento por encima del canto de la probeta. Para ligamentos menores, cuyo interés práctico es muy limitado, las diferencias son notorias, sin que pueda discernirse que modelo se aproxima más a la realidad por la carencia de resultados numéricos o experimentales con los cuales contrastarlos. No obstante, cabe señalar que el modelo desarrollado en este trabajo, a diferencia del propuesto por Kanninen, incorpora la singularidad de tensiones que se produce en el extremo de la fisura a través de la reacción puntual en dicho punto.

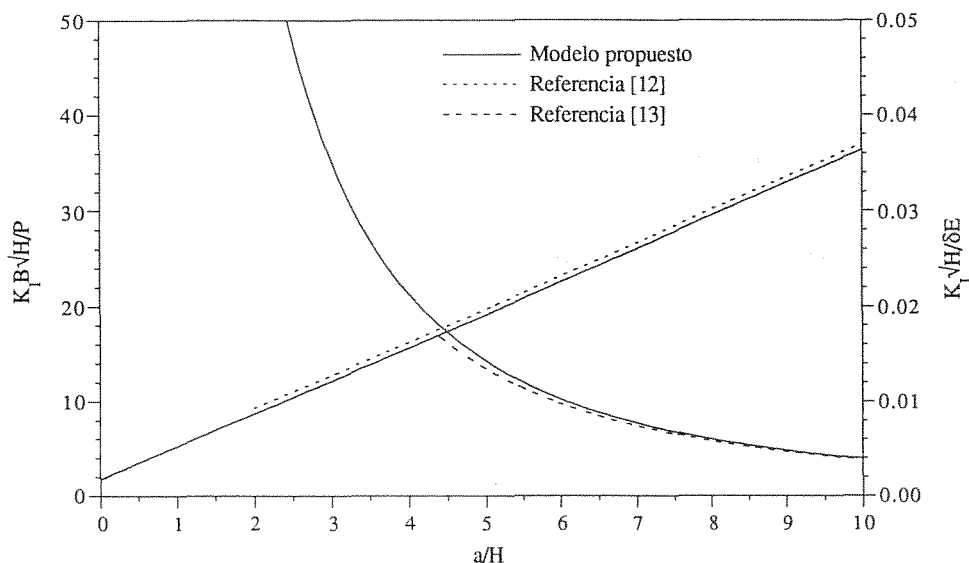


Fig.7. Comparación de resultados para ligamento infinito y cargas en los extremos de los voladizos.

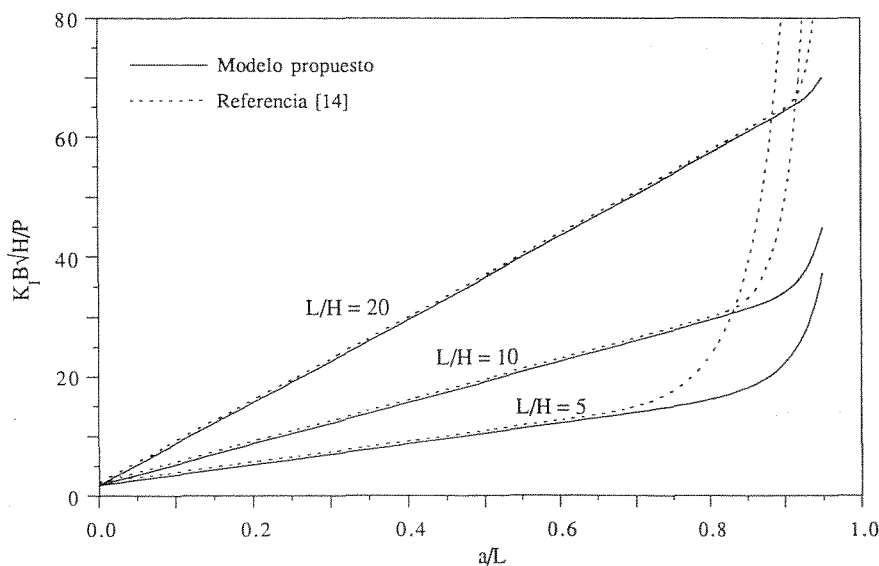


Fig.8. Comparación de resultados para ligamento finito y cargas en los extremos de los voladizos.

#### 4. CONCLUSIONES

El análisis de las probetas DCB basado en un modelo de Resistencia de Materiales que tiene en cuenta el ligamento resistente ha permitido obtener una expresión del factor de intensidad de tensiones que incorpora el efecto de dicho ligamento y es válida para cualquier sistema de carga. Asimismo, otro aspecto importante relacionado con las aplicaciones experimentales de las probetas DCB, como es la determinación de la flexibilidad teórica, se reduce a un sencillo ejercicio de cálculo aplicando el modelo.

La contrastación de los resultados obtenidos con las soluciones conocidas, de origen experimental, analítico y numérico, confirman su validez cuando el efecto del ligamento es despreciable y cuando su longitud es comparable a la de la fisura. Únicamente en el caso de que el ligamento sea sensiblemente más corto que la fisura se observan diferencias con la única solución disponible basada también en un modelo de Resistencia de Materiales.

#### 5. REFERENCIAS

- [1] Hahn, G.T., Hoagland, R.G., Lereim, J., Markworth, A.J. y Rosenfield, A.R. "Fast fracture toughness and crack arrest toughness of reactor pressure vessel steel", ASTM STP 711, pp. 289-320 (1980).
- [2] Ramkumar, R.L. y Whitcomb, J.D. "Characterization of mode I and mixed mode delamination growth in T300/5208 graphite/epoxy", ASTM STP 876, pp. 315-335, (1985).
- [3] Freiman, S.W. "Brittle fracture behaviour of ceramics", Ceramic Bulletin 67, 392-402 (1988).
- [4] Kanninen, M.F., Rosenfield, A.R. y Hoagland, R.G. "Fast fracture in PMMA", en Deformation and fracture of high polymers, pp 471-486, Plenum Press, Nueva York (1972).
- [5] Popelar, C.H. y Kanninen, M.F. "A dynamic viscoelastic analysis of crack propagation and crack arrest in a double cantilever beam test specimen", ASTM STP 711, pp. 5-23 (1980).
- [6] Ruiz, J., Caballero, L. y Elices, M. "Comportamiento en fatiga en aire y en alto vacío de la aleación 7017-T651", Anales de Mecánica de la Fractura 7, 164-169 (1990).
- [7] Gutiérrez-Solana, F., González, J. y Varona, J.M. "Micromecanismos de fisuración por corrosión bajo tensión en aceros de baja aleación", Anales de Mecánica de la Fractura 6, 225-230 (1989).
- [8] Chu, H.P. y Macco, J.G. "Corrosion fatigue of 5456-H117 aluminum alloy in salt water", ASTM STP 642, pp. 223-239 (1978).
- [9] Devitt, D.F., Schapery, R.A. y Bradley, W.L. "A method for determining the mode I delamination fracture toughness of elastic and viscoelastic composite materials", Journal of Composite Materials 14, 270-285 (1980).
- [10] Tada, H. "The stress analysis of cracks handbook", Del Research Corporation, St. Louis, Missouri, USA (1985).
- [11] Srawley, J.E. y Gross, B. "Stress intensity factors for crackline loaded edge crack specimens", Materials Research and Standards 7, 155-162 (1967).
- [12] Fichter, W.B., "The stress intensity factor for the double cantilever beam", International Journal of Fracture 22, 133-143 (1983).
- [13] Mostovoy, S., Crosley, P.B. y Ripling, E.J. "Use of crack line loaded specimens for measuring plane strain fracture toughness", Journal of Basic Engineering, 661-673 (1967).
- [14] Kanninen, M.F., "A dynamic analysis of unstable crack propagation and arrest in the DCB test specimen", International Journal of Fracture 10, 415-430 (1974).

## FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSIÓN EN TERMOELASTICIDAD ANISÓTROPA

J. M. Martínez-Esnaola y J. Pargada

Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT)  
P<sup>a</sup> Manuel de Lardizábal 15, 20009-San Sebastián.

**Resumen.** En esta comunicación, se analiza el problema de una grieta sometida a cargas termomecánicas en un medio semi-infinito para el caso más general de anisotropía elástica. El problema térmico se resuelve de forma precisa mediante un modelo de dislocaciones térmicas que tiene en cuenta la distorsión del campo de temperaturas originada por la presencia de la grieta. Las tensiones térmicas debidas a esta distribución de temperaturas se superponen a las tensiones aplicadas exteriormente, y las condiciones de contorno de grieta libre de tensiones en sus labios se imponen mediante una distribución continua de dislocaciones elásticas. Se presentan por último algunos ejemplos de aplicación del método.

**Abstract.** The problem of a crack subject to thermomechanical loading in a semi-infinite medium is analyzed in the case of general elastic anisotropy. The thermal problem is solved accurately using thermal dislocation models which take account of the disturbance in the temperature field produced by cracks. Thermal stresses due to this temperature distribution are added to the externally applied stresses and the traction free crack boundary conditions are modelled through continuous distributions of elastic dislocations. Finally, some example problems are considered to show the applicability of the model.

## 1. INTRODUCCIÓN

Aunque existen gran cantidad de métodos propuestos y soluciones para el cálculo de los factores de intensidad de tensión en Fractura, la mayoría de ellos consideran el caso isótropo o algún caso particular de anisotropía. El objetivo de este artículo es la determinación de factores de intensidad de tensión en un medio elástico con anisotropía general bajo condiciones de carga termomecánica.

El punto de partida es la solución obtenida en [1] para una dislocación térmica en un medio semi-infinito. El uso de esta solución fundamental para resolver el problema de una grieta que distorsione un flujo de calor impuesto exteriormente ya fue descrito en [1]. En la sección 2, se resumen las ideas básicas del método.

En la sección 3, se obtienen los campos de tensiones y desplazamientos asociados a una dislocación térmica en presencia de una superficie libre. En este análisis, se corrige la solución obtenida en [1] para un medio infinito mediante una solución imagen que garantiza las exigencias de continuidad y las condiciones de contorno en la superficie libre. Esta solución puede utilizarse en combinación con la

distribución de dislocaciones resultante del análisis térmico para calcular las tracciones sobre el plano de la grieta. En la sección 4, se describe la modelización de la grieta para anular las tracciones sobre los labios.

Finalmente, en la sección 5, se presentan algunos ejemplos de aplicación del método. Resulta de especial interés práctico la posibilidad de determinar, como caso particular, funciones de Green para la evaluación de factores de intensidad de tensión en un medio con anisotropía general.

## 2. PROBLEMA TÉRMICO

El problema considerado es el de una grieta sometida a un flujo de calor en un medio anisótropo semi-infinito en el plano  $x_1x_2$ .

Considérese una grieta como la representada en la Fig. 1 que forma un ángulo  $\theta$  con la superficie libre,  $x_2=0$ , y se extiende entre  $x=\alpha_0$  y  $x=\beta_0$ . Sea  $h(x)$  el flujo de calor aplicado exteriormente a través del plano  $y=0$  en ausencia de la grieta.

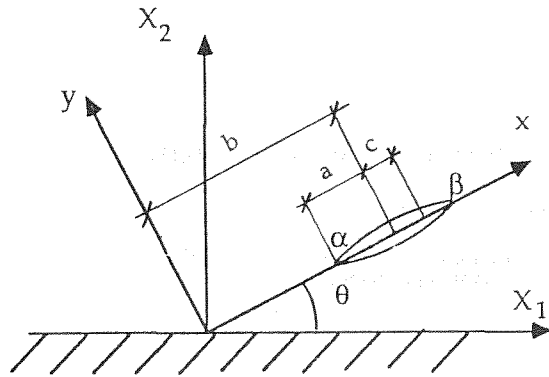


Fig. 1 Grieta próxima a una superficie libre.

La perturbación originada en el campo de temperaturas por la presencia de la grieta puede representarse mediante un modelo de dislocaciones, sustituyendo la grieta por una distribución continua de dislocaciones térmicas de densidad  $T_0(\xi)$  en la posición  $x=\xi, y=0$ , con  $\alpha_0 < \xi < \beta_0$ . Para determinar esta densidad de dislocaciones, se impone la condición de que la grieta presente una impedancia térmica infinita o que solamente una determinada fracción del flujo exterior atraviese la grieta. Los detalles de este análisis pueden encontrarse en la referencia [1] y conducen a una ecuación integral singular que puede invertirse y resolverse numéricamente para la obtención de la función de densidad  $T_0(\xi)$ .

3. DESPLAZAMIENTOS Y TENSIONES INDUCIDOS TÉRMICAMENTE POR UNA GRIETA

El análisis se iniciará estudiando el efecto de una dislocación térmica aislada.

Se considera un medio anisótropo semi-infinito en el plano  $x_1x_2$ , limitado inferiormente por la superficie  $x_2=0$  y libre de cargas externas, y en el que se encuentra situada una dislocación térmica en el punto  $\zeta=\xi_1+i\xi_2$ , como se muestra en la Fig. 2.

Las tensiones,  $\sigma_{ij}$ , se encuentran relacionadas con los desplazamientos,  $u_k$ , y la temperatura,  $T$ , según la ley constitutiva:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} - \beta_{ij} T \tag{1}$$

donde  $C_{ijkl}$  es el tensor de constantes elásticas y  $\beta_{ij}$  son los coeficientes de relación tensión - temperatura. Por otra parte, las ecuaciones de equilibrio se expresan

$$C_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_l \partial x_l} - \beta_{ij} \frac{\partial T}{\partial x_l} = 0 \tag{2}$$

Siguiendo el análisis de Sturla y Barber [2], se ha obtenido [1] que una solución del sistema de ecuaciones (1)-(2) resulta ser de la forma:

$$u_k^{(0)} = C_k \psi(z_1) + \bar{C}_k \bar{\psi}(\bar{z}_1) \tag{3}$$

donde (véase referencia [1])

$$\psi(z_1) = \frac{T_0}{2\pi i} (z_1 - \zeta_1) [\ln(z_1 - \zeta_1) - 1] + A(z_1 - \bar{\zeta}_1) [\ln(z_1 - \bar{\zeta}_1) - 1] \tag{4}$$

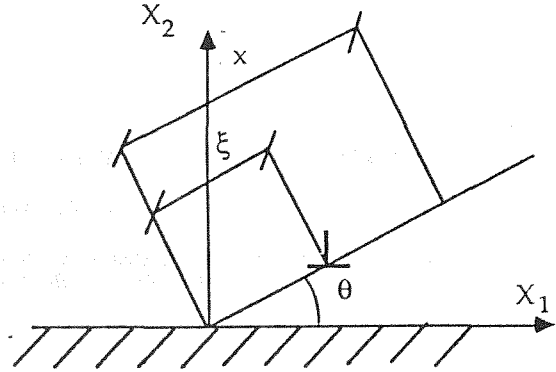


Fig. 2 Dislocación térmica en las proximidades de una superficie.

siendo  $A=1$  para el caso  $T=0$  en la superficie y  $A=-1$  para el caso de superficie aislada térmicamente. Los coeficientes  $C_k$  pueden encontrarse en [1] y  $z_1=x_1+qx_2$ , donde  $q$  es la raíz de la ecuación  $k_{11}+2k_{12}q+k_{22}q^2=0$  ( $k_{ij}$  son los coeficientes de conductividad térmica).

Sustituyendo (4) en (1), y escribiendo  $\varphi(z_1)=d\Psi(z_1)/dz_1$ , se obtiene la siguiente expresión de las tensiones  $\sigma_{ij}^{(0)}$ :

$$\sigma_{ij}^{(0)} = R_{ij} \varphi(z_1) + \bar{R}_{ij} \bar{\varphi}(\bar{z}_1) \tag{5}$$

donde

$$R_{ij} = (C_{ijk1} + qC_{ijk2})C_k - \beta_{ij} \tag{6}$$

A partir de (5), pueden obtenerse las tracciones  $t_k^{(0)}$  sobre el plano  $\mu$ , (Fig. 2)

$$t_k^{(0)} = Q_k \varphi(z_1) + \bar{Q}_k \bar{\varphi}(\bar{z}_1) \tag{7}$$

donde

$$\begin{aligned} Q_1 &= (R_{21} - R_{11}) \text{sen}\theta \cos\theta + R_{12} (\cos^2\theta - \text{sen}^2\theta) \\ Q_2 &= R_{11} \text{sen}^2\theta + R_{22} \cos^2\theta - 2R_{12} \text{sen}\theta \cos\theta \\ Q_3 &= -R_{13} \text{sen}\theta + R_{23} \cos\theta \end{aligned} \tag{8}$$

A las soluciones correspondientes a los desplazamientos  $u_k^{(0)}$  - (3) - y a las tracciones sobre el plano  $\mu$ ,  $t_k^{(0)}$  - (7) - deben añadirse unos términos isotermos adicionales  $u_k^{(1)}$ ,  $t_k^{(1)}$  y  $u_k^{(2)}$ ,  $t_k^{(2)}$  de forma que los campos

$$\begin{aligned} u_k &= u_k^{(0)} + u_k^{(1)} + u_k^{(2)} \\ t_k &= t_k^{(0)} + t_k^{(1)} + t_k^{(2)} \end{aligned} \tag{9}$$

cumplan las ecuaciones constitutivas del medio, las ecuaciones de equilibrio, y además, las siguientes condiciones:

- Los desplazamientos no están producidos por el efecto elástico de la dislocación, sino por derivación del efecto térmico, por lo que las tensiones y los desplazamientos deben ser continuos alrededor del punto  $z=\zeta$ .

- La superficie limitante del medio,  $x_2=0$ , se presenta libre de cargas externas, por lo que las tracciones  $\sigma_{12}$  sobre la misma son nulas.

Las discontinuidades de desplazamientos y de tracciones sobre el plano  $\mu$  creadas en torno al punto  $z_1 = \zeta_1$  por las soluciones (3) y (7), resultan ser:

$$\begin{aligned} [u_k^{(0)}] &= T_{\alpha} \{C_k(z_1 - \zeta_1) + \bar{C}_k(\bar{z}_1 - \bar{\zeta}_1)\} \\ [t_k^{(0)}] &= T_{\alpha} (Q_k + \bar{Q}_k) \end{aligned} \quad (10)$$

y deberán ser anuladas mediante la adición de las discontinuidades de desplazamientos y de tracciones sobre el plano  $\mu$  creadas en torno a dicho punto  $z_1 = \zeta_1$  por otros desplazamientos  $u_k^{(1)}$  y otras tracciones  $t_k^{(1)}$ . Para ello, siguiendo el análisis de Stroh [3], se definen unos desplazamientos isoterms de la forma

$$u_k^{(1)} = \sum_{\alpha} (A_{\alpha k} f_{\alpha}^{(1)}(z_{\alpha}) + \bar{A}_{\alpha k} \bar{f}_{\alpha}^{(1)}(\bar{z}_{\alpha})) \quad (11)$$

donde  $z_{\alpha} = x_1 + p_{\alpha} x_2$ . El significado de  $p_{\alpha}$  y las constantes  $A_{k\alpha}$  puede encontrarse en la referencia [1].

Las tensiones  $\sigma_{ij}^{(1)}$  y  $\sigma_{i2}^{(1)}$  resultan ser, consecuentemente con las ecuaciones constitutivas del medio (1) y con el mencionado carácter isotermo de esta solución,

$$\begin{aligned} \sigma_{ij}^{(1)} &= -\sum_{\alpha} (L_{\alpha j} P_{\alpha} f_{\alpha}^{(1)}(z_{\alpha}) + \bar{L}_{\alpha j} \bar{P}_{\alpha} \bar{f}_{\alpha}^{(1)}(\bar{z}_{\alpha})) \\ \sigma_{i2}^{(1)} &= \sum_{\alpha} (L_{\alpha i} f_{\alpha}^{(1)}(z_{\alpha}) + \bar{L}_{\alpha i} \bar{f}_{\alpha}^{(1)}(\bar{z}_{\alpha})) \end{aligned} \quad (12)$$

Las expresiones de los vectores  $L_{i\alpha}$  pueden encontrarse en la referencia [1].

Con el objetivo de obtener unos campos elásticos que eliminen las discontinuidades de los campos originales, resulta adecuada la elección de funciones  $f_{\alpha}^{(1)}$  ( $z_{\alpha}$ ) de la forma:

$$f_{\alpha}^{(1)} = D_{\alpha} (z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) - 1\} \quad (13)$$

La obtención de las constantes  $D_{\alpha}$  está desarrollada en las referencias [1, 4]. Finalmente, los campos de desplazamientos,  $u_k^{(1)}$ , y de tracciones sobre el plano  $\mu$ ,  $t_k^{(1)}$ , resultan

$$\begin{aligned} u_k^{(1)} &= \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \sum_{\alpha} A_{\alpha k} B_{\alpha} (z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) - 1\} - \bar{A}_{\alpha k} \bar{B}_{\alpha} (\bar{z}_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \{\ln(\bar{z}_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) - 1\} \\ t_k^{(1)} &= \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \sum_{\alpha} \{S_{\alpha k} B_{\alpha} \ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) - \bar{S}_{\alpha k} \bar{B}_{\alpha} \ln(\bar{z}_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha})\} \end{aligned} \quad (14)$$

y las tensiones

$$\begin{aligned} \sigma_{ij}^{(1)} &= -\frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \sum_{\alpha} \{L_{\alpha j} P_{\alpha} B_{\alpha} \ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) - \bar{L}_{\alpha j} \bar{P}_{\alpha} \bar{B}_{\alpha} \ln(\bar{z}_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha})\} \\ \sigma_{i2}^{(1)} &= \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \sum_{\alpha} \{L_{\alpha i} B_{\alpha} \ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) - \bar{L}_{\alpha i} \bar{B}_{\alpha} \ln(\bar{z}_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha})\} \end{aligned} \quad (15)$$

La siguiente condición -la nulidad de tensiones sobre la superficie limitante del medio- se satisface mediante la adición a los campos elásticos ( $u_k^{(0)} + u_k^{(1)}$ ) y ( $t_k^{(0)} + t_k^{(1)}$ ) de otros desplazamientos,  $u_k^{(2)}$ , y otras tracciones sobre el plano  $\mu$ ,  $t_k^{(2)}$ . Además, estos campos elásticos,  $u_k^{(2)}$  y  $t_k^{(2)}$ , no deberán introducir nuevas discontinuidades en el semiplano  $x_2 > 0$  y deberán cumplir las ecuaciones de equilibrio (2) y las ecuaciones constitutivas del medio (1). Esta última condición se ve satisfecha si se consideran unos campos elásticos idénticos a los expresados en (11) y (12), con la única excepción del cambio de los superíndices (1) por (2).

Con los requisitos mencionados, la condición  $-\sigma_{i2} = 0$  cuando  $x_2 = 0$  puede expresarse como

$$\frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \{ \sum_{\alpha} [R_{\alpha} \{ \ln(x_1 - \zeta_{\alpha}) + A \ln(x_1 - \bar{\zeta}_{\alpha}) \} + \sum_{\alpha} L_{\alpha i} B_{\alpha} \ln(x_1 - \zeta_{\alpha}) ] + \sum_{\alpha} \bar{L}_{\alpha i} \bar{f}_{\alpha}^{(2)}(x_1) + C.C. = 0 \quad (16)$$

Para evitar la introducción de nuevas discontinuidades en el semiplano correspondiente al medio,  $x_2 > 0$ , es conveniente la elección de funciones  $f_{\alpha}^{(2)}$  tal que:

$$\sum_{\alpha} L_{\alpha i} f_{\alpha}^{(2)}(x_1) = \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \{ \bar{R}_{\alpha} \ln(x_1 - \bar{\zeta}_{\alpha}) - R_{\alpha} A \ln(x_1 - \bar{\zeta}_{\alpha}) + \sum_{\alpha} \bar{L}_{\alpha i} \bar{B}_{\alpha} \ln(x_1 - \bar{\zeta}_{\alpha}) \} \quad (17)$$

Premultiplicando ambos miembros de la igualdad por  $M_{\beta i}$  (siendo  $M_{\beta i} L_{i\alpha} = \delta_{\beta\alpha}$ ), se obtiene

$$f_{\alpha}^{(2)}(x_1) = \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \{ M_{\beta i} \bar{R}_{\alpha} \ln(x_1 - \bar{\zeta}_{\alpha}) - M_{\beta i} R_{\alpha} A \ln(x_1 - \bar{\zeta}_{\alpha}) + \sum_{\alpha} M_{\beta i} \bar{L}_{\alpha i} \bar{B}_{\alpha} \ln(x_1 - \bar{\zeta}_{\alpha}) \} \quad (18)$$

Generalizando las funciones  $f_{\beta}^{(2)}$  para todo punto  $z_{\beta}$  correspondiente al semiplano  $x_2 > 0$  y reemplazando los subíndices  $i, \alpha, \beta$  por  $l, \gamma, \alpha$ , respectivamente, se obtiene

$$\begin{aligned} f_{\alpha}^{(2)}(z_{\alpha}) &= \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \{ M_{\alpha l} (\bar{R}_{\alpha} - A R_{\alpha}) \ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) - 1\} + \\ &+ \sum_{\gamma} M_{\alpha l} \bar{L}_{\gamma} \bar{B}_{\gamma} (z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) - 1\} \} \end{aligned} \quad (19)$$

Los campos elásticos  $u_k^{(2)}$  y  $t_k^{(2)}$  son consecuentemente:

$$\begin{aligned} u_k^{(2)} &= \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \sum_{\alpha} A_{\alpha k} M_{\alpha l} (\bar{R}_{\alpha} - A R_{\alpha}) \ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) - 1\} + \\ &+ \sum_{\gamma} M_{\alpha l} \bar{L}_{\gamma} \bar{B}_{\gamma} (z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) - 1\} + C.C. \end{aligned} \quad (20)$$

$$t_k^{(2)} = \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \sum_{\alpha} S_{\alpha k} \{ M_{\alpha l} (\bar{R}_{\alpha} - A R_{\alpha}) \ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) + \sum_{\gamma} M_{\alpha l} \bar{L}_{\gamma} \bar{B}_{\gamma} \ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \} + C.C.$$

Finalmente, a partir de las ecuaciones (3), (4), (7), (9), (14) y (20) se obtienen los campos de desplazamientos y de tracciones inducidos térmicamente sobre el plano  $\mu$ , por una dislocación en un medio semi-infinito

$$\begin{aligned} u_k &= \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \{ C_k (z_1 - \zeta_1) \{\ln(z_1 - \zeta_1) - 1\} + A (z_1 - \bar{\zeta}_1) \{\ln(z_1 - \bar{\zeta}_1) - 1\} \} + \\ &+ \sum_{\alpha} A_{\alpha k} \{ B_{\alpha} (z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) - 1\} + M_{\alpha l} (\bar{R}_{\alpha} - A R_{\alpha}) \ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) - 1\} + \\ &+ \sum_{\gamma} M_{\alpha l} \bar{L}_{\gamma} \bar{B}_{\gamma} (z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \{\ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) - 1\} \} \} + C.C. \end{aligned} \quad (21)$$

$$\begin{aligned} t_k &= \frac{T_{\alpha}}{2\pi i} \{ Q_k \{\ln(z_1 - \zeta_1) + A \ln(z_1 - \bar{\zeta}_1)\} + \sum_{\alpha} S_{\alpha k} \{ B_{\alpha} \ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) + \\ &+ M_{\alpha l} (\bar{R}_{\alpha} - A R_{\alpha}) \ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) + \sum_{\gamma} M_{\alpha l} \bar{L}_{\gamma} \bar{B}_{\gamma} \ln(z_{\alpha} - \bar{\zeta}_{\alpha}) \} \} + C.C. \end{aligned}$$

La solución fundamental (21) puede utilizarse ahora para estudiar el efecto de una grieta situada en el plano  $\mu$  que se extiende entre  $x = \alpha_0$  y  $x = \beta_0$ , según se muestra en la Fig. 1.

La perturbación en los campos de desplazamientos y de tensiones inducida térmicamente por la grieta se analizará modelizando la grieta como una distribución continua de dislocaciones térmicas de densidad  $T_0(\xi)$  en  $x = \xi, y = 0$  con  $\alpha_0 < \xi < \beta_0$  -recuérdese que  $T_0(\xi)$  ha sido hallada anteriormente en la resolución del problema térmico.

Para obtener las tracciones sobre el plano  $\mu$  debidas a la distribución de dislocaciones, se integra la expresión (21) respecto a  $\xi$  de  $\xi = \alpha_0$  a  $\xi = \beta_0$ , reemplazando  $T_0$  por  $T_0(\xi)d\xi$ ,  $\alpha_0 < \xi < \beta_0$ , obteniéndose así:



$$t_k = \frac{1}{2\pi i} \left[ Q_k \left[ \int_{\beta_0}^{\alpha_0} T_0(\xi) \ln(z_1 - \bar{\zeta}_1) d\xi + A \int_{\beta_0}^{\alpha_0} T_0(\xi) \ln(z_1 - \bar{\zeta}_1) d\xi \right] + \right. \\ \left. + \sum_{\alpha} S_{\alpha} \left[ B_{\alpha} \int_{\beta_0}^{\alpha_0} T_0(\xi) \ln(z_0 - \bar{\zeta}_0) d\xi + M_{\alpha} (\bar{R}_{12} - AR_{12}) \int_{\beta_0}^{\alpha_0} T_0(\xi) \ln(z_0 - \bar{\zeta}_1) d\xi + \right. \right. \\ \left. \left. + \sum_{\gamma} M_{\alpha} \bar{L}_{\gamma} \bar{B}_{\gamma} \int_{\beta_0}^{\alpha_0} T_0(\xi) \ln(z_0 - \bar{\zeta}_1) d\xi \right] \right] + C.C. \quad (22)$$

Para toda dislocación simple  $\zeta$  y para todo punto  $z$  situado en el eje  $x$  se cumple :

$$z_0 - \bar{\zeta}_0 = (x - \xi)(\cos\theta + p_0 \sin\theta) \\ z_0 - \bar{\zeta}_1 = \cos\theta(x - \xi) + \sin\theta(p_0 x - \bar{q}\xi) \\ z_0 - \bar{\zeta}_2 = \cos\theta(x - \xi) + \sin\theta(p_0 x - \bar{p}_1 \xi) \quad (23) \\ z_1 - \bar{\zeta}_1 = (x - \xi)(\cos\theta + q \sin\theta) \\ z_1 - \bar{\zeta}_2 = \cos\theta(x - \xi) + \sin\theta(qx - \bar{q}\xi)$$

La resolución es más sencilla si se efectúa el siguiente cambio de variables, que limita  $x$  al intervalo  $\alpha_0 < x < \beta_0$ :

$$x = \frac{\alpha_0 + \beta_0}{2} + \frac{\beta_0 - \alpha_0}{2} \cos\Omega \quad (24) \\ \xi = \frac{\alpha_0 + \beta_0}{2} + \frac{\beta_0 - \alpha_0}{2} \cos\phi$$

Consecuentemente se definen las funciones  $t''_k(\cos\Omega)$  y  $T'_0(\cos\phi)$  de la forma :

$$t''_k(\cos\Omega) = t'_k(z_1, \bar{z}_1, z_0, \bar{z}_0) \quad (25) \\ T'_0(\cos\phi) = T_0(\xi)$$

Puesto que  $T'_0(\cos\phi)$  es singular en  $\cos\phi = \pm 1$ , se efectúa también el cambio:

$$T'_0(\cos\phi) = \frac{B(\cos\phi)}{\text{seno}} \quad (26)$$

A partir de las ecuaciones (22)-(26) y la condición de grieta cerrada se llega, tras algunas manipulaciones matemáticas [4] a la siguiente expresión de las tracciones sobre los labios de la grieta:

$$t''_k(\cos\Omega) = \frac{1}{\pi} \text{Im} \left[ Q_k \left\{ I_1(\cos\Omega) + A I_2(\cos\Omega, q, \bar{q}) \right\} + \sum_{\alpha} S_{\alpha} \left\{ B_{\alpha} I_1(\cos\Omega) + \right. \right. \\ \left. \left. + M_{\alpha} (\bar{R}_{12} - AR_{12}) I_2(\cos\Omega, p_0, \bar{q}) + \sum_{\gamma} M_{\alpha} \bar{L}_{\gamma} \bar{B}_{\gamma} I_2(\cos\Omega, p_0, \bar{p}_1) \right\} \right] \quad (27)$$

donde

$$I_1(\cos\Omega) = \frac{\beta_0 - \alpha_0}{2} \int_0^{\Omega} B(\cos\phi) \ln(\cos\phi - \cos\Omega) d\phi \\ I_2(\cos\Omega, u, v) = \frac{\beta_0 - \alpha_0}{2} \int_0^{\Omega} B(\cos\phi) \ln \left[ \cos\theta \frac{\beta_0 - \alpha_0}{2} (\cos\Omega - \cos\phi) + \right. \\ \left. + \sin\theta \left\{ \frac{\alpha_0 + \beta_0}{2} (u - v) + \frac{\beta_0 - \alpha_0}{2} (u \cos\Omega - v \cos\phi) \right\} \right] d\phi \quad (28)$$

En relación a las ecuaciones (28) es importante señalar que la función  $B(\cos\phi)$  -o su forma equivalente  $T'_0(\cos\phi)$  según la ecuación (26)- se conocen de forma aproximada, mediante su valor en un número prefijado de puntos, como resultado de la resolución numérica del problema térmico. Por ello, para evaluar las ecuaciones (28), la función  $B(\cos\phi)$  se ha desarrollado en serie de polinomios de Chebyshev. Este método simplifica notablemente el cálculo de las integrales  $I_1$  e  $I_2$  [4].

#### 4. MODELIZACIÓN ELÁSTICA DE LA GRIETA

Las condiciones de contorno de grieta descargada en sus labios exigen la cancelación de las tracciones  $t''_k$  inducidas térmicamente sobre su plano (véase ecuación (27)). Para ello, la grieta se ha vuelto a modelizar como una distribución continua de dislocaciones (elásticas, en este caso). La solución fundamental para una dislocación aislada en las proximidades de una superficie libre es la obtenida por Atkinson y Eftaxiopoulos [5]. La densidad de dislocaciones resultante se ha calculado imponiendo la condición de labios descargados. Este método conduce, al igual que en el caso térmico, a una ecuación integral singular que puede invertirse y resolverse numéricamente. A partir de este resultado, el cálculo de los factores de intensidad de tensión es inmediato. Los detalles de esta formulación pueden encontrarse en la referencia [4].

#### 5. RESULTADOS

Para demostrar la aplicabilidad de la formulación presentada en las secciones anteriores, se presentan a continuación algunos ejemplos. Obsérvese que el método es también válido para problemas isotermos, sin más que sustituir las tracciones  $t''_k$  obtenidas en la ecuación (27) por la carga exterior aplicada en ausencia de grieta, que puede calcularse mediante cualquier método estándar de análisis.

La nomenclatura que se utilizará en los ejemplos que siguen se muestra en la Fig. 1, donde  $a$  es la semilongitud de grieta,  $b$  es la distancia desde el centro de la grieta a la superficie libre medida sobre el plano de la grieta,  $c$  es la distancia desde el centro de la grieta a un punto arbitrario de la misma, y  $\theta$  es el ángulo formado por el plano de la grieta y la superficie libre.

Las constantes termoelásticas utilizadas en todos los cálculos se detallan en el Apéndice 1.

El primer ejemplo es el de una carga puntual de apertura de valor  $P$  aplicada sobre los labios de la grieta. Este caso, de solución conocida, ha servido para comprobar la precisión del método. La Fig. 3 muestra la variación de los factores de intensidad de tensión normalizados respecto a  $K_0 = P/\sqrt{\pi a}$  en función de la posición del punto de aplicación de la carga. La diferencia con respecto a la solución exacta ha sido en todos los casos inferior al 1%.

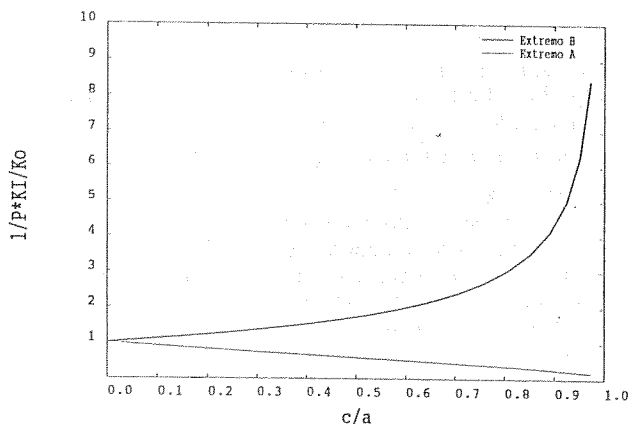


Fig. 3 Factores de intensidad de tensión para una carga puntual.

El siguiente ejemplo es el de una grieta, con  $\theta=45^\circ$ , sobre la que se aplica un flujo de calor constante  $h$ . En la Fig. 4 se ha representado la variación de los factores de intensidad de tensión a medida que la grieta se acerca a la superficie libre. Los valores de  $K$  están normalizados con respecto a  $K_0$ , que corresponde al valor de  $K_{II}$  para  $\theta=90^\circ$  y medio infinito.

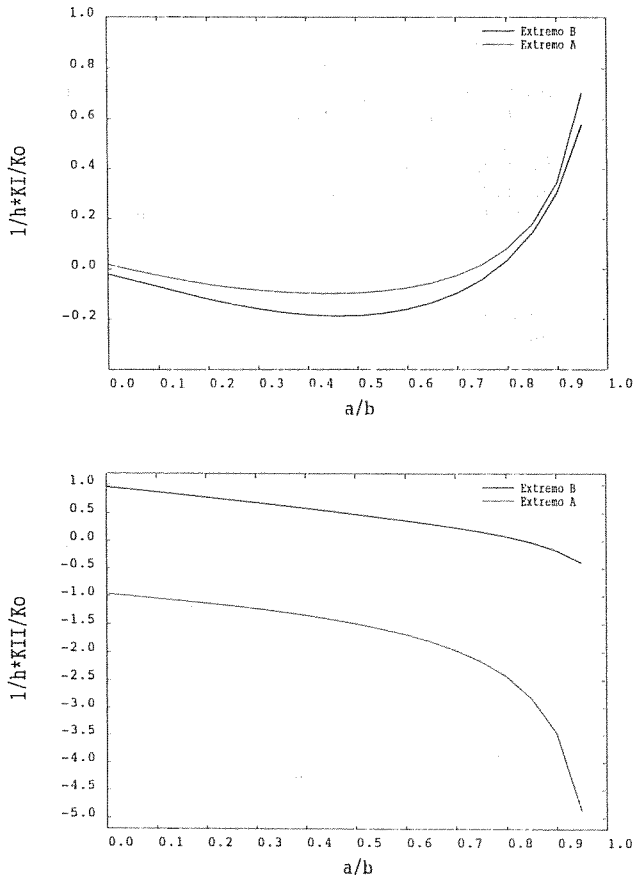


Fig. 4 Variación de  $K$  con la distancia ( $\theta=45^\circ$ ).

El tercer ejemplo corresponde a una grieta con  $a/b=0.8$ , sometida a un flujo de calor constante  $h$ . La Fig. 5 muestra los resultados obtenidos para los factores de intensidad de tensión en función del ángulo de la grieta.

Se puede observar que las posibilidades de variación de las constantes elásticas,  $C_{ijkl}$ , y las conductividades térmicas,  $k_{ij}$ , hacen muy difícil cualquier intento de normalización de los resultados. Sin embargo, la técnica descrita en este artículo permite obtener estimaciones muy aproximadas de los factores de intensidad de tensión, para un determinado material, que requieren tiempos de cálculo muy cortos en comparación con otras técnicas numéricas (tipo elementos finitos). Para demostrar la potencialidad del presente método, se ha considerado el problema de una grieta con  $a/b=0.5$  y  $\theta=45^\circ$  sobre la que se aplica un flujo puntual  $h$ . Los resultados obtenidos se muestran en la Fig. 6, donde se representan los factores de intensidad de tensión en función del punto de aplicación de la carga térmica. El significado de  $K_0$  es el mismo que en el caso anterior para un flujo puntual aplicado en el centro de la grieta. Esta solución puede interpretarse como una función de Green  $f(x)$  para el problema termoelástico. Para un problema concreto, bastaría calcular el flujo de calor,  $h(x)$ , en ausencia de la grieta

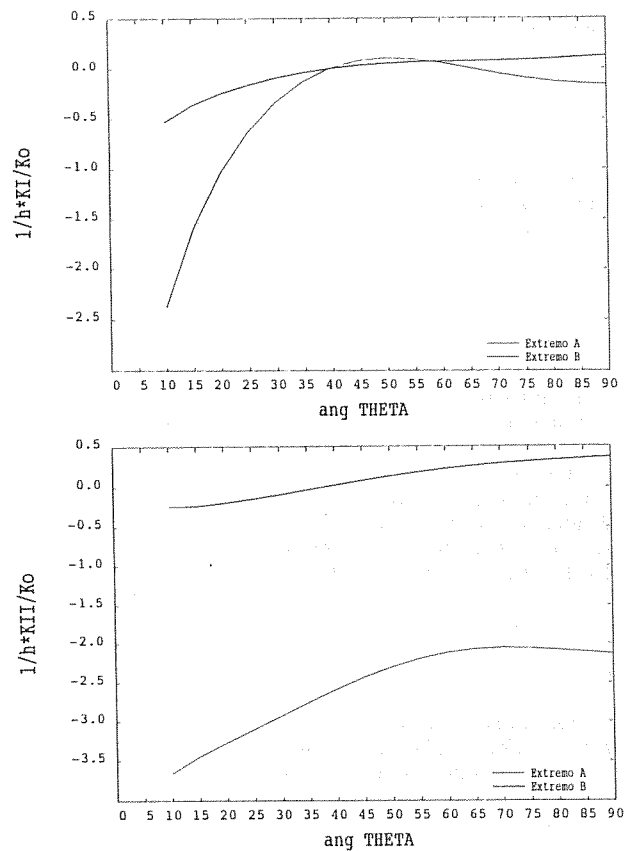


Fig. 5 Variación de  $K$  con el ángulo  $\theta$  ( $a/b=0.8$ ).

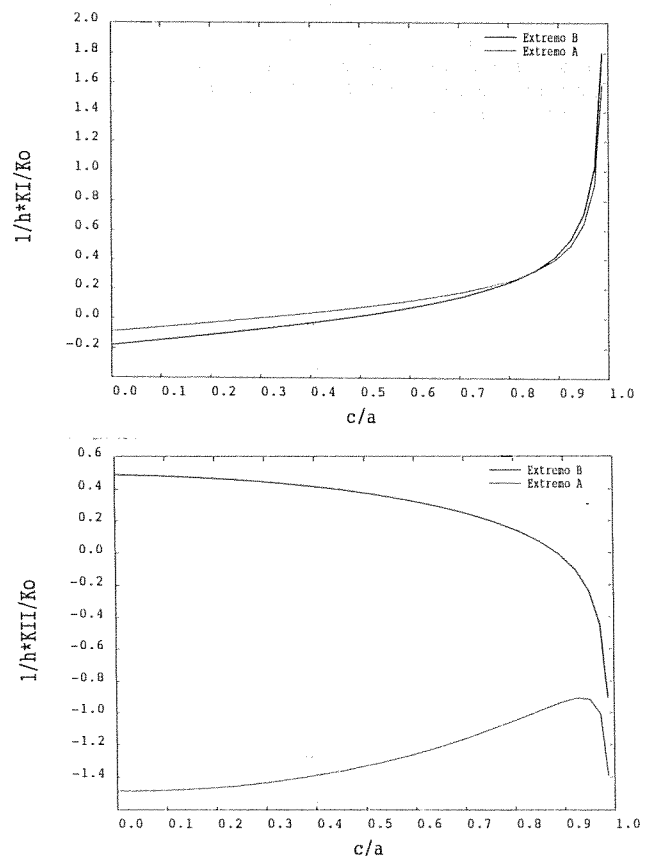


Fig. 6 Factores de intensidad de tensión para un flujo puntual ( $a/b=0.5$ ,  $\theta=45^\circ$ ).

mediante cualquier técnica estándar, y utilizar la función de la Fig. 6 como función de peso para determinar los factores de intensidad de tensión

$$K = \int_{\theta}^{\theta_0} f(x)h(x)dx \quad (29)$$

La técnica descrita en este artículo permite generar de forma rápida las funciones de Green para un determinado material (constantes  $C_{ijkl}$ ,  $k_{ij}$  y  $\beta_{ij}$ ) y una determinada configuración geométrica ( $a/b$  y  $\theta$ ).

## 6. CONCLUSIONES

Se ha desarrollado un modelo de dislocaciones para analizar el problema de una grieta sometida a cargas termomecánicas en un medio semi-infinito para el caso más general de anisotropía elástica. Para ello, ha sido necesario corregir la solución de desplazamientos y tensiones asociados a una dislocación térmica en un medio infinito mediante una solución imagen que garantiza el cumplimiento de las condiciones de contorno en la superficie libre.

Se ha encontrado que un tratamiento numérico adecuado de las ecuaciones resultantes conduce a estimaciones rápidas y precisas de los factores de intensidad de tensión.

Se han presentado diversos ejemplos de aplicación del método. Como aplicación de evidente interés práctico, hay que señalar la posibilidad de generar de forma muy rápida funciones de Green que permiten la evaluación de los factores de intensidad de tensión para un material y geometría dados sin más que evaluar numéricamente una integral.

**Agradecimientos.** Los autores desean expresar su agradecimiento al Departamento de Industria y Comercio del Gobierno Vasco y a la CICYT (proyecto MAT90-0105), por la financiación del presente trabajo.

## REFERENCIAS

- [1] Martínez-Esnaola, J.M., Bastero, J.M. y Arana, M., "Cargas térmicas sobre una grieta en elasticidad anisótropa", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 8, pp. 203-208 (1991).
- [2] Sturla, F.A. and Barber, J.R., "Thermoelastic Green's functions for plane problems in general anisotropy", *J. Appl. Mech.*, 55, pp. 245-247 (1988).
- [3] Stroh, A.N., "Dislocations and cracks in anisotropic elasticity", *Phil. Mag.*, 3, pp. 625-646 (1958).
- [4] Pargada, J., "Modelos de dislocaciones para grietas en termoelasticidad anisótropa", Proyecto Fin de Carrera, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián (1992).
- [5] Atkinson, C. and Eftaxiopoulos, D., "Interaction between a crack and a free or welded boundary in media with arbitrary anisotropy", *Int. J. Fract.*, 50, pp. 159-182 (1991).

## Apéndice I

$$(C) = \begin{bmatrix} 100. & 40. & 15. & 0. & 0. & 0. \\ 40. & 50. & 8. & 0. & 0. & 0. \\ 15. & 8. & 10. & 0. & 0. & 0. \\ 0. & 0. & 0. & 30. & 0. & 0. \\ 0. & 0. & 0. & 0. & 12. & 0. \\ 0. & 0. & 0. & 0. & 0. & 5. \end{bmatrix}$$

$$(\alpha) = \begin{bmatrix} .00001 & 0. & 0. \\ 0. & .00001 & 0. \\ 0. & 0. & .00001 \end{bmatrix}$$

$$(k) = \begin{bmatrix} 10. & 1. & x \\ 1. & 5. & x \\ x & x & x \end{bmatrix}$$

## SOME RESULTS ON THE USE OF P-SINGULAR FINITE ELEMENTS

J. Herranz, L. Gavete, J. Alonso and F. de las Heras

Department of Applied Mathematics and Computer Science  
School of Mines Polytechnic University of Madrid  
C/ Rios Rosas, 21 28003-Madrid Spain

**Resumen.** El presente trabajo, resume, los resultados obtenidos mediante el uso de elementos finitos singulares y de transición de alto orden que modelizan la singularidad  $r^{-1/2}$ , aplicados a la mecánica de la fractura elástica lineal, a través del cálculo del factor de intensificación de tensiones, en un caso de fractura en modo I. Se muestra en primer lugar el la obtención, por medio del método de correlación de desplazamientos, de las expresiones de  $K_I$  para los diferentes elementos p-singulares utilizados. Se muestra como estos elementos pueden utilizarse de modo similar a como se venían utilizando otros elementos singulares hasta ahora, pero empleando un menor número de nodos con exactitud igual e incluso superior.

**Abstract.** This work contains the results obtained with p-singular finite elements in the case of linear elastic fracture. The stress intensification factors are calculated in the case of mode I fracture. We show how we can calculate the S.I.F.  $K_I$  by using the correlation displacements method in all the p-singular finite elements used. All it can be used similarly to others singular elements but increasing the accuracy of the results with a model less refineate.

## 1. INTRODUCTION

It is well know that the presence of a crack in a linear elastic solid induces singular strain fields near the crack tip. For a two-dimensional linear elastic fracture problem in terms of polar coordinates  $(r, \theta)$  local to the crack tip, the near tip strain have the  $r^{-1/2}$  form. This can be used in order to generate singular finite elements [2-5].

The singular elements of Barsoum [6] and Henshell and Shaw [7] have been used in elastic fracture problem with a mesh of quadratic finite elements. The singular elements of Pu, Hussain and Lorensen [8] have been used in elastic fracture problems with a mesh of cubic finite elements. We can thus increase the order of the singular element whilst at the same time increase the order of the order finite elements of the mesh. According to Babuska and Dorr [9] the finite element method does

converge when we increase the order of the polynomial used even if we have singularities. The local error also decrease when one moves away from the singular point, Schatz and Wahlbin [10].

It is of interest to develop singular elements which are compatible with standard linear triangular and bilinear quadrilateral finite elements, and which at the same time have the possibility of allowing higher order polynomials to be used. We define some new singular finite elements having these special properties. It is shown that the strain approach in the singular element is appropriate [15].

For any problem containing a singularity ( $r^{-1/2}$ ) the accuracy of the calculated solution will depend on the size of the singular elements which surround the singularity. According to Harrop [12]

if the size of a singular element is reduced, the error in that element in representing the gradient is also reduced. However, in this case the region in which the singular gradient is represented effectively is itself reduced. This has motivated the use of so-called transition elements of the type proposed by Lynn and Ingraffea [13]. It is shown that the strain approach in the transition elements [15] (with some geometrical restrictions), is appropriate to the singularity involved.

2. STRESS INTENSIFICATION FACTORS

The presence of cracks in a material generally reduces the static strength of the material because the stresses and strain are highly magnified at the crack tip. It has been established that parameters deduced from linear elastic fracture mechanics can be used to determine the stress and strain magnification at the crack tip. These parameters, stress intensity factor (SIF), incorporate applied stress levels, geometry and crack size in a systematic manner and may be evaluated from the elastic stress analysis of cracked materials.

The stress intensity factors are computed using the displacements correlation technique. Considering a crack problem in an infinite domain the displacements relative for the traction-free crack may be written in terms of an infinite series with respect to the polar coordinates  $r$  and  $\theta$ .

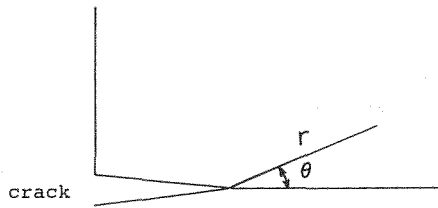


Figure 1

$$U = \frac{K_I}{4\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left[ (2\kappa - 1) \cos \frac{\theta}{2} - \cos \frac{3\theta}{2} \right] + \dots \tag{1}$$

$$V = \frac{K_I}{4\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left[ (2\kappa + 1) \sin \frac{\theta}{2} - \sin \frac{3\theta}{2} \right] - \dots$$

in wich

$$\mu = \text{shear modulus} = \frac{E}{2(1+\nu)}$$

$E$  = Young's modulus;  $\nu$  = Poisson's ratio

$$\kappa = (3-4\nu) \text{ for plane strain;}$$

$$\kappa = \frac{(3-\nu)}{(1-\nu)} \text{ for plane stress.}$$

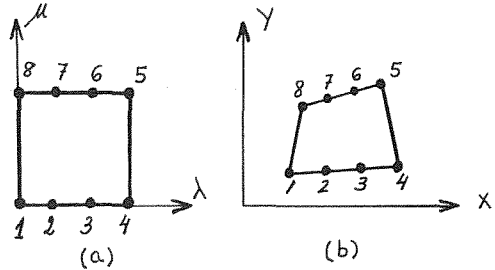


Figure 2

The general 2x4 Lagrange element in  $(x,y)$  space is as shown in fig.2(b). This is the image of the standar eight-node square element,  $0 \leq \lambda, \mu \leq 2$ , in local  $(\lambda, \mu)$  space under the transformation

$$x(\lambda, \mu) = \sum_{k=1}^8 N_k(\lambda, \mu) x_k \tag{2}$$

$$y(\lambda, \mu) = \sum_{k=1}^8 N_k(\lambda, \mu) y_k$$

where  $(x_k, y_k)$  are nodal points and  $N_k$ ,  $(k=1, \dots, 8)$  the basis functions.

$$N_1 = \frac{9}{32} \lambda^3 \mu - \frac{9}{16} \lambda^3 - \frac{9}{8} \lambda^2 \mu + \frac{9}{4} \lambda^2 + \frac{11}{8} \lambda \mu - \frac{11}{4} \lambda - \frac{\mu}{2} + 1$$

$$N_2 = -\frac{27}{32} \lambda^3 \mu + \frac{27}{16} \lambda^3 + \frac{45}{16} \lambda^2 \mu - \frac{45}{8} \lambda^2 - \frac{9}{4} \lambda \mu + \frac{9}{2} \lambda$$

$$N_3 = \frac{27}{32} \lambda^3 \mu - \frac{27}{16} \lambda^3 - \frac{9}{4} \lambda^2 \mu + \frac{9}{2} \lambda^2 + \frac{9}{8} \lambda \mu - \frac{9}{4} \lambda$$

$$N_4 = -\frac{9}{32} \lambda^3 \mu + \frac{9}{16} \lambda^3 + \frac{9}{16} \lambda^2 \mu - \frac{9}{8} \lambda^2 - \frac{1}{4} \lambda \mu + \frac{1}{2} \lambda$$

$$N_5 = \frac{9}{32} \lambda^3 \mu - \frac{9}{16} \lambda^2 \mu + \frac{1}{2} \lambda \mu$$

$$N_6 = -\frac{27}{32} \lambda^3 \mu + \frac{9}{4} \lambda^2 \mu - \frac{9}{8} \lambda \mu$$

$$N_7 = \frac{27}{32} \lambda^3 \mu - \frac{45}{16} \lambda^2 \mu + \frac{9}{4} \lambda \mu$$

$$N_8 = -\frac{9}{32} \lambda^3 \mu + \frac{9}{8} \lambda^2 \mu - \frac{11}{8} \lambda \mu + \frac{1}{2} \mu \tag{3}$$

The displacement components in the standard element are approximated by:

$$U(\lambda, \mu) = \sum_{k=1}^8 N_k(\lambda, \mu) U_k \tag{4}$$

$$V(\lambda, \mu) = \sum_{k=1}^8 N_k(\lambda, \mu) V_k$$

where  $(U_k, V_k)$  are nodal values. Rearranging (2) and (4) we have that:

$$x(\lambda, \mu) = \alpha_1 + \alpha_2 \lambda + \alpha_3 \mu + \alpha_4 \lambda^2 + \alpha_5 \lambda \mu + \alpha_6 \lambda^3 + \alpha_7 \lambda^2 \mu + \alpha_8 \lambda^3 \mu$$

$$y(\lambda, \mu) = \gamma_1 + \gamma_2 \lambda + \gamma_3 \mu + \gamma_4 \lambda^2 + \gamma_5 \lambda \mu + \gamma_6 \lambda^3 + \gamma_7 \lambda^2 \mu + \gamma_8 \lambda^3 \mu \tag{5}$$

$$U(\lambda, \mu) = \beta_1 + \beta_2 \lambda + \beta_3 \mu + \beta_4 \lambda^2 + \beta_5 \lambda \mu + \beta_6 \lambda^3 + \beta_7 \lambda^2 \mu + \beta_8 \lambda^3 \mu$$

$$V(\lambda, \mu) = \delta_1 + \delta_2 \lambda + \delta_3 \mu + \delta_4 \lambda^2 + \delta_5 \lambda \mu + \delta_6 \lambda^3 + \delta_7 \lambda^2 \mu + \delta_8 \lambda^3 \mu$$

where  $\alpha_k, \beta_k, \gamma_k, \delta_k$ ,  $k=1, \dots, 8$ , can be easily obtained.

If we apply all it to the side corresponding to  $\mu=0$ , see figure 2(a) and taking account the mapping functions (3), we obtain for the vertical displacement  $V$ :

$$V = \left(-\frac{9}{16}\lambda^3 + \frac{9}{4}\lambda^2 - \frac{11}{4}\lambda + 1\right) \cdot V_1 + \left(\frac{27}{16}\lambda^3 - \frac{45}{8}\lambda^2 + \frac{9}{2}\lambda\right) \cdot V_2 + \left(-\frac{27}{16}\lambda^3 + \frac{9}{2}\lambda^2 - \frac{9}{4}\lambda\right) \cdot V_3 + \left(\frac{9}{16}\lambda^3 - \frac{9}{8}\lambda^2 + \frac{1}{2}\lambda\right) \cdot V_4 \quad (6)$$

being  $V_1, V_2, V_3$  and  $V_4$  the vertical displacements at nodes 1,2,3 and 4.

We can obtain a similar expression for  $U_1, U_2, U_3$  and  $U_4$ .

And considering (2) for  $\mu=0$ , we have

$$x = \left(-\frac{9}{16}\lambda^3 + \frac{9}{4}\lambda^2 - \frac{11}{4}\lambda + 1\right) \cdot x_1 + \left(\frac{27}{16}\lambda^3 - \frac{45}{8}\lambda^2 + \frac{9}{2}\lambda\right) \cdot x_2 + \left(-\frac{27}{16}\lambda^3 + \frac{9}{2}\lambda^2 - \frac{9}{4}\lambda\right) \cdot x_3 + \left(\frac{9}{16}\lambda^3 - \frac{9}{8}\lambda^2 + \frac{1}{2}\lambda\right) \cdot x_4 \quad (7)$$

The geometrical restrictions that are necessary in order to obtain the appropriate singularity are:

$$x_1 = 0, \quad x_2 = \frac{1}{9}l, \quad x_3 = \frac{4}{9}l, \quad x_4 = l$$

$l$  length of the element.

Making the substitution in (7) we have

$$x = \frac{1}{4}\lambda^2 l \quad \text{and then} \quad \lambda = 2\sqrt{\frac{x}{l}}$$

and taking account of (6)

$$V = V_1 + \frac{x}{l}\sqrt{\frac{x}{l}}\left(-\frac{9}{2}V_1 + \frac{27}{2}V_2 + \frac{27}{2}V_3 + \frac{9}{2}V_4\right) + \frac{x}{l}\left(9V_1 - \frac{45}{2}V_2 + 18V_3 - \frac{9}{4}V_4\right) + \sqrt{\frac{x}{l}}\left(-\frac{11}{2}V_1 + 9V_2 - \frac{9}{2}V_3 + V_4\right) \quad (8)$$

For the case of mode I fracture, see figure 3

$$x = r, \quad V_1 = 0 \quad (A), \quad V_2 = V_B, \quad V_3 = V_C, \quad V_4 = V_D$$

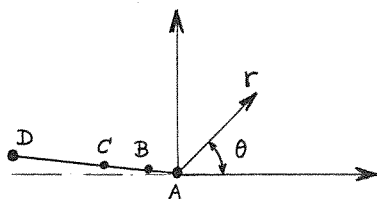


Figure 3

$$V = \frac{r}{l}\sqrt{\frac{r}{l}}\left(\frac{27}{2}V_B - \frac{27}{2}V_C + \frac{9}{2}V_D\right) + \frac{r}{l}\left(-\frac{45}{2}V_B + 18V_C - \frac{9}{4}V_D\right) + \sqrt{\frac{r}{l}}\left(9V_B - \frac{9}{2}V_C + V_D\right) \quad (9)$$

being  $V_B, V_C$  and  $V_D$  the displacements ortogonal to the crack.

Considering the crack lenght along  $\theta=180^\circ$ , we have for (1)

$$V = \frac{K_I}{2\mu}\sqrt{\frac{r}{2\pi}}(\kappa+1) \quad (10)$$

and if we compare (9) and (10) for the terms containing  $\sqrt{r}$ ,

$$(9V_B - 4.5V_C + V_D)\sqrt{\frac{r}{l}} = \frac{K_I}{2\mu}\sqrt{\frac{r}{2\pi}}(\kappa+1)$$

and then

$$K_I = 2\sqrt{\frac{2\pi}{l}}\mu \frac{9V_B - 4.5V_C + V_D}{\kappa + 1} \quad (11)$$

Following the same analysis we obtain  $K_I$  for Lagrange elements of the 2x3 and 2x5 types.

Lagrange element type 2x3:

$$K_I = 2\sqrt{\frac{2\pi}{l}}\mu \frac{4V_B - V_C}{\kappa + 1}$$

Lagrange element type 2x5:

$$K_I = 2\sqrt{\frac{2\pi}{l}}\mu \frac{16V_B - 12V_C + \frac{16}{3}V_D - V_E}{\kappa + 1}$$

### 3. NUMERICAL RESULTS

We considerer a case that has been studied by Hussain, vasilakis and Pu [14] and by Lynn and Ingraffea [13], corresponding to a double-edge-cracked plate plane stress, figure 4.

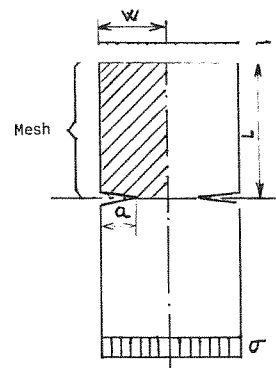


Figure 4

The plate of figure 4 is homogeneous with  $E = 5250$  and  $\nu=0.2$ . The thickness = 1.

The plate is subjected to a uniform tension of magnitude  $\sigma=1$ .

In this model (see figure 5) we employ first only singular elements with different numbers (2x3, 2x4 and 2x5) of nodes. We also employ the singular Serendipity elements of Barsoum [6] and Henshell and Shaw [7]. The calculations have been made for different values of the ratio  $a/c$ , and different integration order in the singular elements (See table 1). The accepted value of the stress intensity factor taken as a reference for this analysis was 2.815 (See Tada, Paris and Irwin [15]).

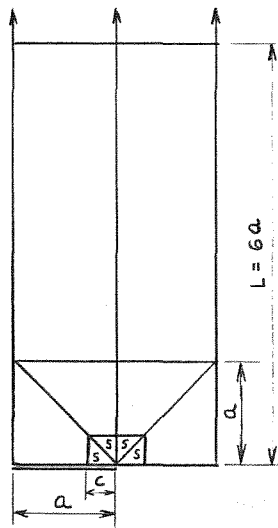


Figure 5

Mesh	P-singular Elements		Standard Finite Elements		Number of nodes of the Mesh
	Type	Integration order	Type	Integration order	
A	2 x 5	2 x 4 and 2 x 3	2 x 2	2 x 2	29
B	2 x 4	2 x 3 and 2 x 2	2 x 2	2 x 2	24
C	2 x 3	2 x 3 and 2 x 2	2 x 2	2 x 2	19
D	Serendipity 8 nodes	3 x 3 and 2 x 2	Serendipity 8 nodes	3 x 3 and 2 x 2	37

Table 1

These results are given in figures 6,7 and 8.

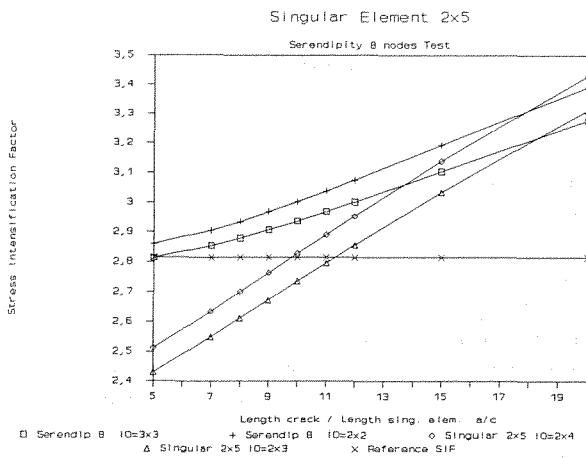


Figure 6

We can see the accuracy of the new approach as compared with the singular (Serendipity) elements.

The new approach has a bigger slope as compared with the singular (Serendipity) elements.

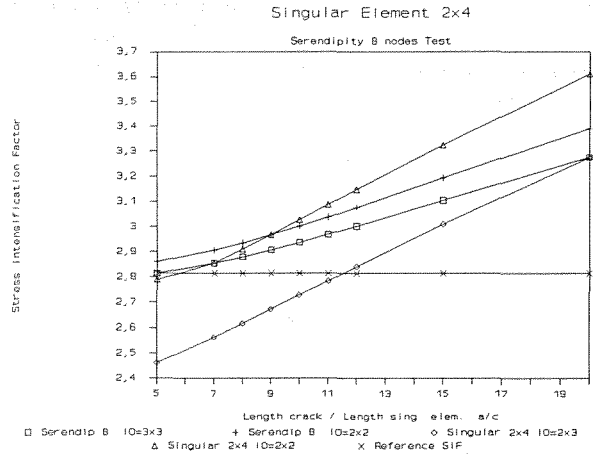


Figure 7

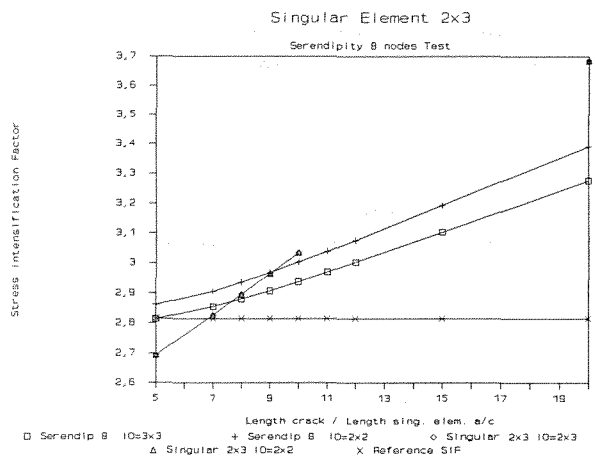


Figure 8

We considerer now, the same problem of figure 4 with 14 elements and introducing p-transition finite elements.

In the figure 9 we can see the mesh used with p-singular (S), p-transition (T) and standard finite elements.

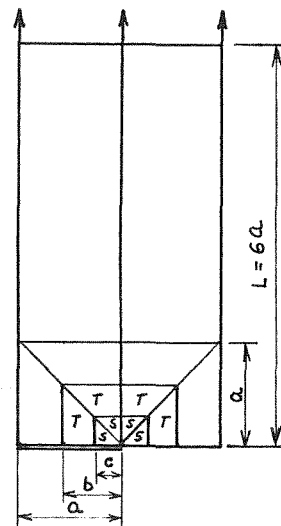


Figure 9

The p-singular (S) elements are 2x5, p-transition elements (T) are 2x3 and the standard elements are bilinear finite elements 2x2.

We can compare with other mesh using S,T, and N as Serendipity 8 nodes finite elements and with S and T appropriate (moving the intermediate nodes of some sides in order to incorporate the appropriate singularity).

In the following table 2 we can see the information about the elements we did use in the models.

Mesh	P-singular Elements		Transition Elements		Number of nodes of the Mesh
	Type	Integration order	Type	Integration order	
E	2 x 5	2 x 4 and 2 x 3	2 x 3	2 x 2	39
F	Serendipity 8 nodes	3 x 3 and 2 x 2	Serendipity 8 nodes	3 x 3 and 2 x 2	51

Table 2

In standard elements type 2x2 the integration order is 2x2 and in standard Serendipity 8 nodes finite elements are 3x3 and 2x2.

For all the cases we considerer the ratios a/c (a = length of the crack, c = length of the singular elements) and b/c ( b = total length of the elements incorporating the singularity).

The results obtained for fixed a = 1.8 are show in figures 10, 11 and 12.

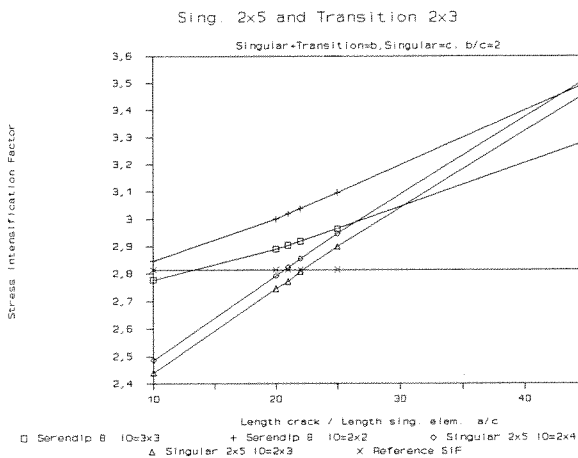


Figure 10

For a given ratio b/c we need decrease the length of the singular elements in order to obtain better results. Also it is shown that it is not necessary to increase the integration order in order to obtain the best results.

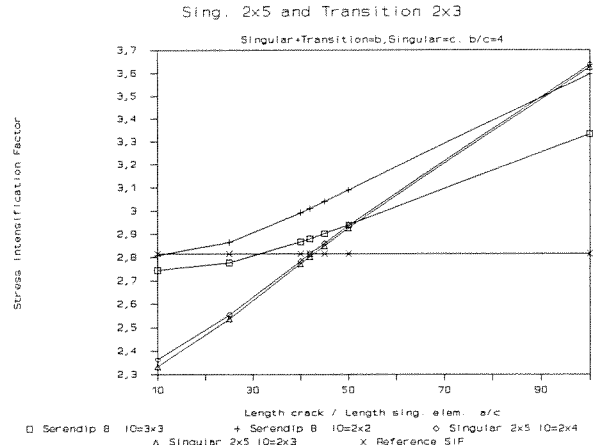


Figure 11

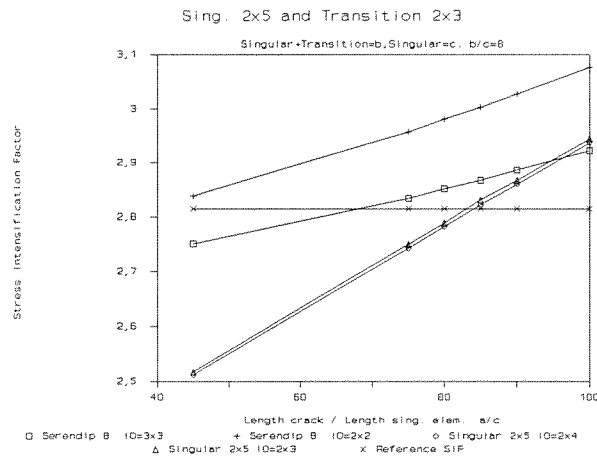


Figure 12

4. CONCLUSIONS

The 2xp, p≥3, p∈N, singular (r<sup>-1/2</sup>) elements can be used to solve linear elastic fracture problems, exactly as for other singular elements, but with a smaller number of nodes and greater accuracy. This will become more important for three dimensional problems.

The principal advantage of the 2xp, p≥3, p∈N, singular (r<sup>-1/2</sup>) elements is the possibility of increasing p in the radial direction and at the same time employing bilinear elements in the rest of the mesh. Obviously the same idea can be extended to 3xp, p≥3, p∈N singular (r<sup>-1/2</sup>) elements in association with quadratic standard elements in the remainder of the mesh.

5. ACKNOWLEDGEMENTS

This Work was supported by the Consejería de Industria y Energia del Gobierno Autónomo de Canarias. This support is gratefull acknowledged.



## 6. REFERENCES

- [1] WHITEMAN, J.R. and AKIN, J.E.: "Finite element, singularities and fracture". pp. 35-54 of J.R. Whiteman (ed.), *The Mathematics of Finite Elements and Applications III*, MAFELAP 1978. Academic Press. London 1979.
- [2] AALTO, J.: "Singularity elements for seepage problems". *Int. J. Num. Anal. Meth. Geomech.* Vol. 9, pp. 185-196, 1985.
- [3] MICHAVILA, F.; GAVETE, L. and DIEZ, F.: "Two different approaches for the treatment of boundary singularities". *Numerical Methods for Partial Differential Equations 4*, pp. 255-283, 1988.
- [4] GAVETE, L.; MICHAVILA, F. and DIEZ, F.: "A new singular finite element in linear elasticity". *Computational Mechanics 4*, pp. 361-371, 1989.
- [5] GAVETE, L.; MICHAVILA, F.; DIEZ, F. and WHITEMAN, J.R.: "Generalization of the mapping technique of Aalto to produce finite elements for treating singularities". pp. 541-553 of J.R. Whiteman (ed.). *The Mathematics of Finite Elements and Applications VI*, MAFELAP, 1987. Academic Press, London, 1987.
- [6] BARSOUM, R.S.: "On the use of isoparametric finite elements in linear elastic fracture mechanics". *Int. J. Num. Meth. Eng.*, Vol. 10, pp. 25-37, 1976.
- [7] HENSHELL, R.D. and SHAW, K.G.: "Crack tip finite elements are unnecessary". *Int. J. Num. Meth. Eng.*, Vol. 9, pp. 495-507, 1975.
- [8] PU, S.L.; HUSSAIN, M.A. and LORENSEN, W.E.: "The collapsed cubic isoparametric element as a singular element for crack problems". *Int. J. Num. Meth. Eng.*, Vol. 12, pp. 1727-1742, 1978.
- [9] BABUSKA, I. and DORR, M.: "Error estimates for the combined h and p versions of the finite element method". *Num. Math.*, 25, pp. 257-277, 1981.
- [10] SCHATZ, A.H. and L.B. WAHLBIN,: "Maximum norm estimates in the finite element method on polygonal domains, parts 1 and 2". *Math. comput.* 32, 141, pp. 73-109, 1978 and 33, 146, pp. 465-492, 1979.
- [11] Gavete, L., Michavila, F. and Herranz, J.: "Elementos Singulares de Alto Orden en Mecanica de Fractura". *Actas VI Encuentro del Grupo Español de Fractura*, pp. 170-177 Sevilla 1989.
- [12] HARROP, L.P.: "The optimum size of quarter point crack tip elements". *Int. J. Numer. Meth. Eng.* 18, pp. 1101-1103, 1982.
- [13] LYNN, P.D. and INGRAFFEA, A.R.: "Transition elements to be used with quarter-point crack-tip elements". *Int. J. Num. Meth. Eng.* Vol., 6, pp. 1031-1036, 1978.
- [14] HUSSAIN, M.A.; VASILAKIS, J.D. and PU, S.L.: "Quadratic and cubic transition elements". *Int. J. Numer. Meth. Eng.* 17, pp. 1397-1406, 1981.
- [15] TADA, H.; PARIS, P. and IRWING, G.: "The Stress Analysis of Cracks Handbook". Del Research Corporation, 226 Woodbourne Drive St. Louis, Missouri 63105.
- [16] THOMPSON, G.M. and WHITEMAN, J.R.: "Analysis of strain representation in linear elasticity by both singular and nonsingular finite elements". *Numerical Methods for Partial Differential Equations*, 2, pp. 85-104, 1985.

## A NEW APPROACH TO THE TREATMENT OF SINGULARITIES WITH APPLICATION TO 3D CRACK PROBLEMS.

J. Alonso, L. Gavete, J. Herranz and J.C. Bellido

Department of Applied Mathematics  
and Computer Science  
E.T.S. Ingenieros de Minas. Polytechnic University of  
Madrid  
C/ Ríos Rosas 21, 28003 Madrid-SPAIN

**Resumen.** Cuando tratamos mediante técnicas de Análisis Numérico un problema que presenta un comportamiento singular, es muy ventajoso tener en cuenta la propia forma de la singularidad, si ésta es conocida. En esta comunicación se hace una generalización de la técnica de transformación cuadrática de Aalto al tratamiento de singularidades en un problema de elasticidad en tres dimensiones. Se desarrollan los elementos necesarios para poder tratar un caso de línea singular en tres dimensiones y se comparan los resultados con el caso correspondiente a una placa con una grieta circunferencial. Mediante esta técnica se pueden resolver problemas complejos de mecánica de fractura con mallados muy simples de elementos finitos. Se demuestra que el elemento finito singular al que se llega, reproduce correctamente la forma del campo de deformaciones singular en tres dimensiones en el caso de línea singular curva.

**Abstract.-** In any adaptation of a numerical technique for treating a singular situation, it is advantageous to have the knowledge of the form of the singularity. In this paper we extend the quadratic mapping technique to the treatment of singularities in three dimensional problems. Element types are developed for a three dimensional situation and comparison of results is made for a plate with circumferential crack. With the quadratic mapping technique we can perform fracture mechanics computations with rather simple finite element meshes. The element is shown to be able to reproduce a singular strain field in three dimensions for a curved singularity line.

## 1. INTRODUCTION

The analysis of the finite element method usually relies on the assumption that the solution of the given problem is regular enough. However, the implementation of the method is very often done on problems with polygonal domains which prevent the solution from being smooth in some points or lines. According Grisvard [1] the presence of corners lead to the singular behaviour of the solution only near the corners. This singular behaviour occurs even when the data of the problem are very smooth. It strongly affects the accuracy of the finite element method throughout the whole domain. A considerable body of analysis now exists showing that singularities can occur at such boundary points and lines, with the

effect that the regularity of the solution is reduced from what is expected for such problems when the regions have smooth boundaries. However, many problems in potential theory and linear elasticity occur in regions which contain sharp corners and edges.

In any adaptation of a numerical technique for treating a singular situation, it is advantageous to have the knowledge of the form of the singularity. The form of the singularity is determined by the combination of geometry and boundary conditions. If we know the form of a singularity in general non convex domain in two dimensions, we can use the technique of Aalto [2] for locating the nodal points of standard isoparametric quadrilateral elements, properly around the singularity. The

use of this quadratic mapped element for treating singularities has been shown by Michavila, Gavete, Díez and Whiteman [3,4,5]. Also, it has been demonstrated by Gavete, Michavila and Díez [6,7] that the Serendipity and Lagrange quadratic mapped elements can be applied in linear elastic fracture, because their strains and displacements in the vicinity of the crack tip, are appropriate to the form of the singularity.

In this paper we extend the quadratic mapping technique to the three dimensional problems. Element types are developed for a three dimensional situation and comparison of the results is made for a plate with circumferential crack. With the quadratic mapping technique we can perform fracture mechanics

computations with rather simple finite element meshes. The element is shown to be able to reproduce a singular strain field in three dimensions for a circumferential singularity line. Other forms of singularity lines could be possible.

**2.A NEW APPROACH TO THE TREATMENT OF 3-D CRACK PROBLEMS.**

A new formulation for the treatment of singularities in seepage problems was established by Aalto [2]. It is based on the analytical solution of the problem in an infinite medium and gives simple formulae for locating the nodal points of standard quadrilateral elements properly around the singular point. The mapping is as follows:

$$x(\lambda, \mu) = \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) \tag{1}$$

$$y(\lambda, \mu) = \frac{a}{2} \lambda \mu$$

being  $a > 0$  and  $\lambda, \mu \in [0, 2]$

The differences and advantages of the use of this mapping over the quarter point elements are:

- (1) We need less singular elements to model the singularity.
- (2) These singular elements can be used not only when the singular solution for strains near the crack tip is of the form  $r^{-1/2}$ , but in more general problems (with the appropriate mapping instead of (1)).

In the three-dimensional context our interest is in the finite element representation of line singularities, so that strain forms in the elements in orthogonal planes to the lines of singularity are considered.

The 20-node isoparametric brick element in physical (x,y,z) space (Fig. 1a) is obtained from the standard 20-node element (Fig. 1b) in local ( $\lambda, \mu, \nu$ ) space by mapping defined in (2) as follows, for this case

$$\begin{aligned} x &= \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) \\ y &= \frac{a}{2} \lambda \mu \\ z &= b \nu \end{aligned} \tag{2}$$

being  $\lambda, \mu, \nu \in [0, 2]$

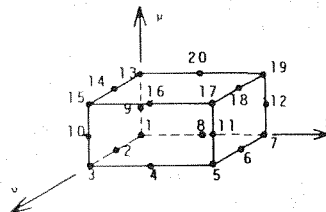


Fig.1a.

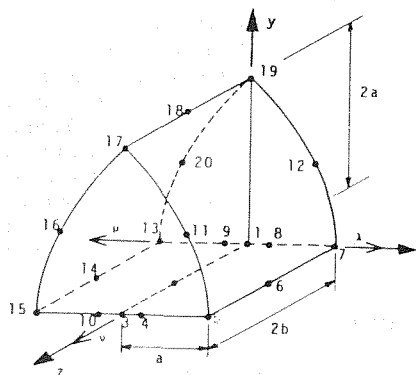


Fig.1b.

However we are interested in the case of a circumferential crack problem. So we need to develop a different and more complicate mapping.

In order to do it, our starting point is the work of Aalto, Gavete, Michavila and Díez [2-7], and in this paper we calculate a new mapping, giving a special singular finite element, which is used to approach a 3-D circumferential crack problem. The strain form approach for this new singular element is appropriate to the singularities involved, as it is demonstrated in this paper. The

mapping is as follows:

$$\begin{aligned} x &= \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) + \left[ (r+a) - \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) \right] (1 - \cos \frac{v\alpha}{2}) \\ y &= \frac{a}{2} \lambda \mu \\ z &= \left[ (r+a) - \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) \right] \sin \frac{v\alpha}{2} \end{aligned} \quad (3)$$

being  $\lambda, \mu, v \in [0, 2]$

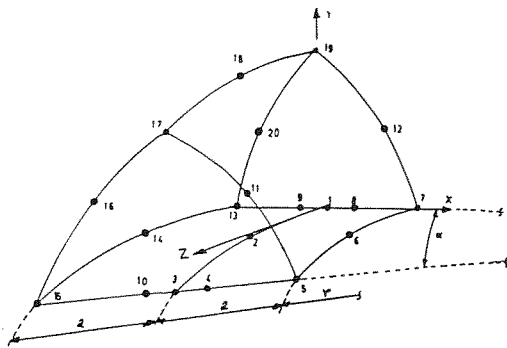


Fig.2.

This mapping is applied to the standard 20-nodes brick finite element giving the element of the fig. 2 in physical space. The singularity line (crack line) is placed along 1 - 2 - 3.

The approximations of the strains  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  and  $\epsilon_{12}$  in planes orthogonal to the crack line are

$$\begin{aligned} E_{11} &= \frac{\partial U(\lambda, \mu, v)}{\partial x} = \frac{\partial U}{\partial \lambda} \frac{\partial \lambda}{\partial x} + \frac{\partial U}{\partial \mu} \frac{\partial \mu}{\partial x} + \frac{\partial U}{\partial v} \frac{\partial v}{\partial x} \\ E_{22} &= \frac{\partial V(\lambda, \mu, v)}{\partial y} = \frac{\partial V}{\partial \lambda} \frac{\partial \lambda}{\partial y} + \frac{\partial V}{\partial \mu} \frac{\partial \mu}{\partial y} + \frac{\partial V}{\partial v} \frac{\partial v}{\partial y} \\ E_{12} &= \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial U(\lambda, \mu, v)}{\partial y} + \frac{\partial V(\lambda, \mu, v)}{\partial x} \right] \end{aligned} \quad (4)$$

For the mapping (3) we have

$$J \equiv \left| \frac{\partial(x, y, z)}{\partial(\lambda, \mu, v)} \right| \equiv \frac{\alpha a^2}{8} \left[ (r+a) - \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) \right] (\lambda^2 + \mu^2) \quad (5)$$

The forms of  $U(\lambda, \mu, v)$ ,  $V(\lambda, \mu, v)$  are

$$\begin{aligned} U(\lambda, \mu, v) &= \alpha_1 + \alpha_2 \lambda + \alpha_3 \mu + \alpha_4 v + \alpha_5 \lambda^2 + \alpha_6 \mu^2 + \alpha_7 v^2 \\ &+ \alpha_8 \lambda \mu + \alpha_9 \lambda v + \alpha_{10} \mu v + \alpha_{11} \lambda^2 \mu + \alpha_{12} \lambda \mu^2 + \alpha_{13} \mu^2 v + \alpha_{14} \lambda v^2 + \\ &+ \alpha_{15} \lambda^2 v + \alpha_{16} \lambda v^2 + \alpha_{17} \lambda \mu v + \alpha_{18} \lambda^2 \mu v + \alpha_{19} \lambda \mu^2 v + \alpha_{20} \lambda \mu v^2 \end{aligned} \quad (6)$$

and similarly for  $V(\lambda, \mu, v)$  changing,  $\alpha_i$  by  $\beta_i$  ( $i=1, \dots, 20$ )

$$\begin{aligned} E_{11} &= \left[ \frac{\partial U}{\partial \lambda} \frac{a \lambda \alpha}{4} \cos \frac{v\alpha}{2} - \frac{\partial U}{\partial \mu} \frac{a \alpha \mu}{4} \left[ (r+a) - \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) \right] \right. \\ &- \left. \frac{\partial U}{\partial v} \left[ (r+a) - \frac{a}{4}(\lambda^2 - \mu^2) \right] \right] \frac{\left[ \frac{a \alpha \lambda}{4} \sin \frac{v\alpha}{2} \right]}{|J|} \end{aligned} \quad (7)$$

and for  $\lambda = 0$

$$E_{11} = \frac{\alpha_3 + 2\alpha_6 \mu + \alpha_{10} v + 2\alpha_{13} \mu v + \alpha_{14} v^2}{\frac{a}{2} \mu} \quad (8)$$

and hence for  $v = cte$ , i.e. in a plane orthogonal to the crack line

$$E_{11} = \tilde{A}_1 + \frac{\tilde{A}_2}{\mu} = A_1 + \frac{A_2}{\sqrt{r}} \quad (9)$$

where,  $\tilde{A}_i$  and  $A_i$  ( $i=1, 2$ ) are constants.

Similar results we obtain for ( $\mu=0, v=constant$ ) and for ( $\lambda=K\mu, v=constant$ ), radial lines emanating from the singularity in a plane orthogonal to the crack line (1 - 2 - 3 of fig. 1), where  $K > 0$  is a constant. Also we obtain similar results for  $E_{22}$  and  $E_{12}$  ( $v = constant$ ).

Thus for small  $r$  the  $r^{-1/2}$  term dominates in all directions emanating from the line of singularity in planes orthogonal to this line, giving the approximations to the gradients the correct " $r^{-1/2}$ " singular form as required by the true solution. Similar results to those obtained in the case of mapping the 20-nodes brick element, can be obtained by mapping the 27-nodes quadratic isoparametric Lagrange brick element in a similar way.

3. AN EXAMPLE CONTAINING A SINGULARITY LINE.

The 3-Dimension crack models represent a very important problem nowadays in mechanical engineering, considering that pipe and pressure vessel cracks can be detected, before the broken pressure arrives. Width and length intervene very directly in this models, and even the crack shape is important.

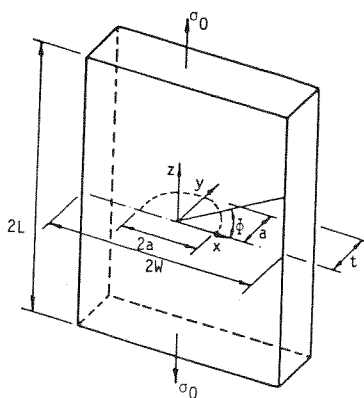


Fig. 3

As an example we have studied the problem of a plate with a circumferential crack which is under an uniform stress field.

Figure 3 shows plate, subject to an uniform stress field and having a circular center crack. Data are  $a/t = 0.4$ ,  $L/t = 2.5$  and  $a/w = 0.2$ .

In order to use the new mapping defined in (3) for the case of circumferential crack line, fig.4 model, has been carried out. After the displacements have been obtained we use the Manu's formula [8], to calculate the SIF.

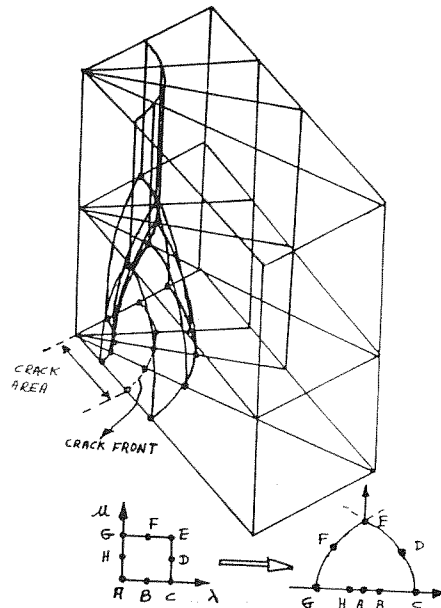


Fig. 4

As a difference with the quarter point elements, here we don't have negative pivots during the factorization which is carried out in the equations system solution or other numerical difficulties as reported by Peano and Pasini in [9]. The results obtained for S.I.F. versus the orientation ( $\Phi$  angle of figure 2) are shown in figure 5.

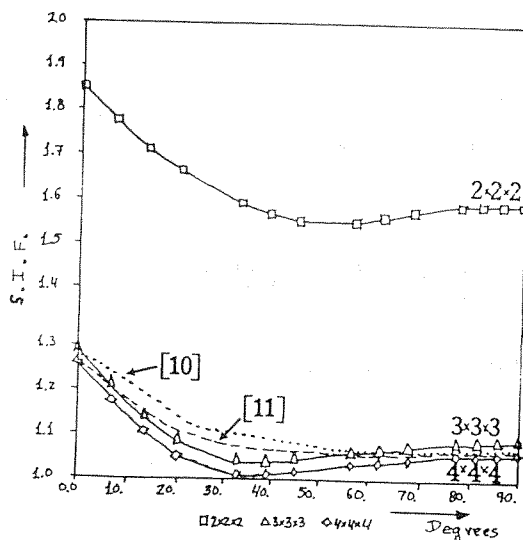


Fig. 5

The performed errors when compared with references [10] and [11] can reach up to 5% and even lower, which represents an acceptable error level, if we consider that reference models of Miyazaki, Watanabe and Yagawa [10] and Yagawa, Ichimiya and Ando [11] have more finite elements. In general, these errors depend on the numerical integration order, on the diameter and on the elements aspect ratio of the model.

Also a very good agreement has been obtained with the accurate results of Schnack and Karaosmanoglu [12].

#### 4. CONCLUSIONS.

We have compared ours curves of the SIF values versus the angle  $\varnothing$ , with those obtained by Miyazaki, Watanabe, Ichimiya, Ando and Yagawa [10-11], when they solve a similar example with different strategies. Their results are very much the same than ours (integration orders 3 and 4), but our grid is much less refinate. This method has the advantage of its simplicity, it is possible to solve problems with much less refinate grids. We have demonstrated that a new singular element can approach the behaviour of curved cracks in 3-D, calculating with high precission the stress intensity factor. Others forms of singularity lines could be possible. It would be convenient also to study the influence of the geometric shape of the crack.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

This work has been supported by The Canary Islands Research Proyect ("Modelización de singularidades mediante elementos finitos Hostern. Aplicaciones al caso de materiales compuestos 1991-92"). The writers gratefully acknowledge this support.

#### REFERENCES

- 1 Grisvard, P.: Elliptic problems in nonsmooth domains. (Monographs and Studies in Mathematics, 24). Ed. Pitman, (1985).
- 2 Aalto, J.: Singularity elements for seepage problems. Int. J. Anal. Meth. Geomech. Vol. 9, 185-196, (1985).
- 3 Gavete, L., Michavila, F., Díez, F., and Whiteman, J. R.: Generalization of the mapping technique of Aalto for producing finite elements with singularities. MAFELAP 1987. (Ed. J.R. Whiteman) pp. 541-553. London. Academic Press (1988).
- 4 Díez, F., Gavete, L. and Michavila, F. Nuevas Técnicas de tratamiento de singularidades en campos escalares y vectoriales. III Encuentro del Grupo Español de Fractura. Sigüenza (1986) (in spanish).
- 5 Michavila, F., Gavete, L. and Díez, F. Two different approaches for the treatment of boundary singularities, Numerical Methods for partial differential equations, 255-282, (1988).
- 6 Gavete, L., Michavila, F. and Díez, F. A new singular finite element in linear elasticity. Computational Mechanics 4, 361-367 (1989).
- 7 Gavete, L., Michavila, F., and Díez, F. Análisis de gradientes en elementos singulares cuadráticos de Serendepity y de Lagrange. Revista Internacional de Métodos Numéricos para cálculo y diseño en Ingeniería. Vol. 3, 2, 153-171, (1987) (in spanish).
- 8 Manu, C. Pure opening mode stress-intensity factor computation for elliptical crack fronts. Int. J. for Num.Meth. Eng. Vol. 21, 1547-1553, (1985).
- 9 Peano, A. and Pasini, A. A warning against misuse of quarter point elements. Int. J. Num. Meth. Eng., 314-319 (1982)
- 10 Miyazaki, N., Watanabe, T. Yagawa, G. Calculation of stress intensity factors of surface cracks in complex structures: application of efficient computer program EPAS-J1. Nuclear Engineering and Design 68, pág. 71-85 (1981).
- 11 Yagawa, G., Ichimiya, M. and Ando, Y. Two and three dimensional analysis of stress intensity factors based on discretization error in finite elements. Numerical Methods in fracture mechanics, 249-267. Ed. Luxmoore and Owen. Pineridge Press (1978).
- 12 Schnack E. and Karaosmanoglu.: Unpublished paper. Institute of Solid Mechanics. Karlsruhe University, (1989).

The performed errors when compared with references [10] and [11] can reach up to 5% and even lower, which represents an acceptable error level, if we consider that reference models of Miyazaki, Watanabe and Yagawa [10] and Yagawa, Ichimiya and Ando [11] have more finite elements. In general, these errors depend on the numerical integration order, on the diameter and on the elements aspect ratio of the model.

Also a very good agreement has been obtained with the accurate results of Schnack and Karaosmanoglu [12].

#### 4. CONCLUSIONS.

We have compared ours curves of the SIF values versus the angle  $\varnothing$ , with those obtained by Miyazaki, Watanabe, Ichimiya, Ando and Yagawa [10-11], when they solve a similar example with different strategies. Their results are very much the same than ours (integration orders 3 and 4), but our grid is much less refinate. This method has the advantage of its simplicity, it is possible to solve problems with much less refinate grids. We have demonstrated that a new singular element can approach the behaviour of curved cracks in 3-D, calculating with high precission the stress intensity factor. Others forms of singularity lines could be possible. It would be convenient also to study the influence of the geometric shape of the crack.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

This work has been supported by The Canary Islands Research Proyect ("Modelización de singularidades mediante elementos finitos Hostern. Aplicaciones al caso de materiales compuestos 1991-92"). The writers gratefully acknowledge this support.

#### REFERENCES

- 1 Grisvard, P.: Elliptic problems in nonsmooth domains. (Monographs and Studies in Mathematics, 24). Ed. Pitman, (1985).
- 2 Aalto, J.: Singularity elements for seepage problems. Int. J. Anal. Meth. Geomech. Vol. 9, 185-196, (1985).
- 3 Gavete, L., Michavila, F., Díez, F., and Whiteman, J. R.: Generalization of the mapping technique of Aalto for producing finite elements with singularities. MAFELAP 1987. (Ed. J.R. Whiteman) pp. 541-553. London. Academic Press (1988).
- 4 Díez, F., Gavete, L. and Michavila, F. Nuevas Técnicas de tratamiento de singularidades en campos escalares y vectoriales. III Encuentro del Grupo Español de Fractura. Sigüenza (1986) (in spanish).
- 5 Michavila, F., Gavete, L. and Díez, F. Two different approaches for the treatment of boundary singularities, Numerical Methods for partial differential equations, 255-282, (1988).
- 6 Gavete, L., Michavila, F. and Díez, F. A new singular finite element in linear elasticity. Computational Mechanics 4, 361-367 (1989).
- 7 Gavete, L., Michavila, F., and Díez, F. Análisis de gradientes en elementos singulares cuadráticos de Serendepity y de Lagrange. Revista Internacional de Métodos Numéricos para cálculo y diseño en Ingeniería. Vol. 3, 2, 153-171, (1987) (in spanish).
- 8 Manu, C. Pure opening mode stress-intensity factor computation for elliptical crack fronts. Int. J. for Num.Meth. Eng. Vol. 21, 1547-1553, (1985).
- 9 Peano, A. and Pasini, A. A warning against misuse of quarter point elements. Int. J. Num. Meth. Eng., 314-319 (1982)
- 10 Miyazaki, N., Watanabe, T. Yagawa, G. Calculation of stress intensity factors of surface cracks in complex structures: application of efficient computer program EPAS-J1. Nuclear Engineering and Design 68, pág. 71-85 (1981).
- 11 Yagawa, G., Ichimiya, M. and Ando, Y. Two and three dimensional analysis of stress intensity factors based on discretization error in finite elements. Numerical Methods in fracture mechanics, 249-267. Ed. Luxmoore and Owen. Pineridge Press (1978).
- 12 Schnack E. and Karaosmanoglu.: Unpublished paper. Institute of Solid Mechanics. Karlsruhe University, (1989).

## TOLERANCIA AL DAÑO EN TENDONES DE ACERO DE ALTA RESISTENCIA

Andrés Valiente y Manuel Elices

Departamento de Ciencia de Materiales  
Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos  
Universidad Politécnica de Madrid

**Resumen.** En este trabajo se estudia la tolerancia al daño de los tendones monobarra que se utilizan en ingeniería civil como refuerzo de estructuras. Aplicando la teoría de Mecánica de Fractura se establecen los límites de tolerancia frente a defectos de superficie y se contrastan con datos empíricos obtenidos en ensayos de barras entalladas. El análisis de los resultados permite poner de manifiesto el papel que la tenacidad de fractura del acero de alta resistencia desempeña en la tolerancia al daño de los tendones.

**Abstract.** The damage tolerance in single bar tendons used for structural reinforcing in civil engineering is investigated in this work. Upper and lower bounds are established for surface flaws tolerance by using a theoretical approach based on Fracture Mechanics. Experimental results obtained by testing notched tension specimens are used to check the theoretical predictions. The role of the fracture toughness in the damage tolerance of tendons is evaluated through the theoretical approach and the experimental results.

## 1. INTRODUCCION

La utilización del acero de alta resistencia para compensar las limitaciones de otros materiales de construcción, es uno de los grandes hallazgos de la Ingeniería Civil. La aplicación más conocida es el hormigón pretensado, donde un adecuado aprovechamiento de la alta resistencia del acero permite evitar que el hormigón trabaje solicitado a tracción.

La técnica del pretensado no ha quedado relegada exclusivamente a las estructuras de hormigón dadas las grandes posibilidades que ofrece, y de hecho no sólo se ha extendido a las estructuras metálicas sino que se ha incorporado como parte del procedimiento constructivo para estructuras con gran complejidad de ejecución. En muchas de estas nuevas aplicaciones la forma clásica de utilización del acero de alta resistencia, en cables o en haces de alambres, no es adecuada por falta de manejabilidad y se hace necesario recurrir a barras de gran diámetro (30-40 mm).

La fragilidad de los aceros de alta resistencia plantea un problema de tolerancia al daño específico de las barras, ya que en los cables el daño en uno o varios alambres no suele provocar el colapso del tendón. Por el contrario, una fisura en

una barra de material frágil puede causar su rotura.

Roturas de tendones monobarra que han tenido lugar en servicio, provocadas por daños superficiales leves y ocurridas bajo cargas muy inferiores a la capacidad resistente del tendón, han motivado la realización de este trabajo, cuya finalidad es aplicar la Mecánica de Fractura para evaluar la tolerancia al daño de tendones de este tipo debilitados por defectos de superficie.

## 2. ENSAYOS DE CARACTERIZACION

Los tendones objeto de la investigación son barras comerciales de superficie lisa y de 36 mm de diámetro. La composición química del acero y las propiedades mecánicas convencionales, que efectivamente corresponden a un acero de alta resistencia, figuran en la tabla 1. Como característica adicional del acero es digna de mención su gran homogeneidad, puesta de manifiesto por la variación prácticamente nula de los valores anteriores en los diferentes ensayos realizados. A partir de dichos valores es inmediato deducir que la capacidad resistente de una barra es de 1308 kN. La curva tensión-deformación, obtenida ensayando directamente las barras de 36 mm, puede observarse en la figura 1.



Tabla 1. Composición química y propiedades mecánicas del acero de los tendones estudiados.

Composición química	
Carbono	0,65 %
Silicio	0,70 %
Manganeso	1,20 %
Fósforo	0,014 %
Azufre	0,018 %
Vanadio	0,25 %
Propiedades mecánicas	
Módulo de elasticidad	208 GPa
Límite elástico	1143 MPa
Resistencia a tracción	1285 MPa
Deformación bajo carga máxima	6,7 %
Estricción	No se observa

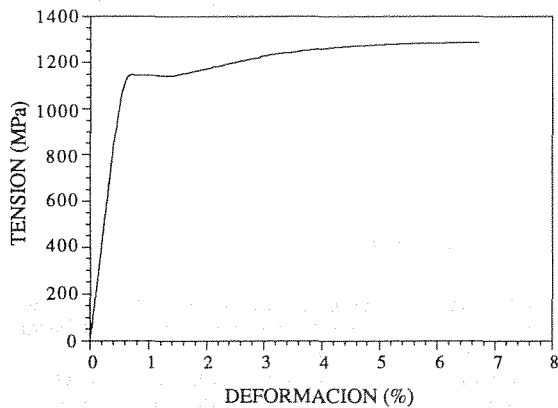


Fig. 1. Curva tensión-deformación del acero de alta resistencia.

La tenacidad de fractura del acero se ha medido por los procedimientos que establecen las normas ASTM E 399 [1] y ASTM E 1304 [2], obteniéndose en ambos casos resultados prácticamente idénticos. Para aplicar la primera norma se extrajeron de las barras probetas SEBS (Single Edge Bend Specimen) de 16 mm de espesor y para aplicar la segunda, probetas SBS (Short Bar Specimen) de 19,5 mm de anchura. Como puede observarse en las figuras 2 y 3, las posiciones de las probetas respecto a las barras se eligieron de modo que los planos de propagación de la fisura fuesen planos transversales a la barra en el caso de las probetas de flexión, y transversales y longitudinales en el caso de las probetas SBS.

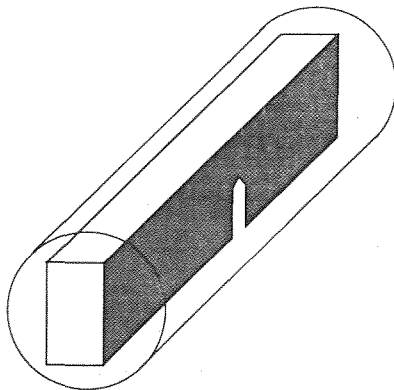


Fig. 2. Posición de las probetas de flexión respecto de las barras.

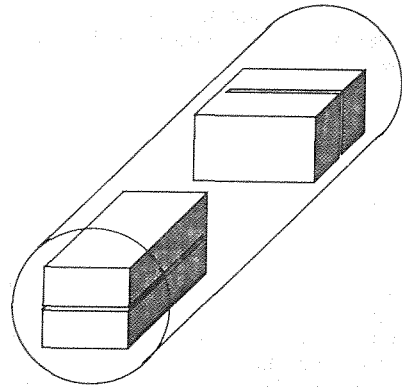


Fig. 3. Posición de las probetas SBS respecto de las barras.

Las series de valores de la tenacidad de fractura resultantes de los ensayos son muy uniformes y apenas difieren entre sí, a pesar de que una de las medidas corresponde a un plano de fractura distinto de las demás:

Norma ASTM E 399: (plano transversal)	33, 32 y 33 MPa√m
Norma ASTM E 1304 (plano transversal)	36, 35 y 35 MPa√m
Norma ASTM E 1304 (plano longitudinal)	33 MPa√m

La baja tenacidad obtenida ( $K_{Ic} = 33-35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) indica que se trata de un material sumamente frágil, circunstancia que confirman los registros carga-COD obtenidos en los ensayos.

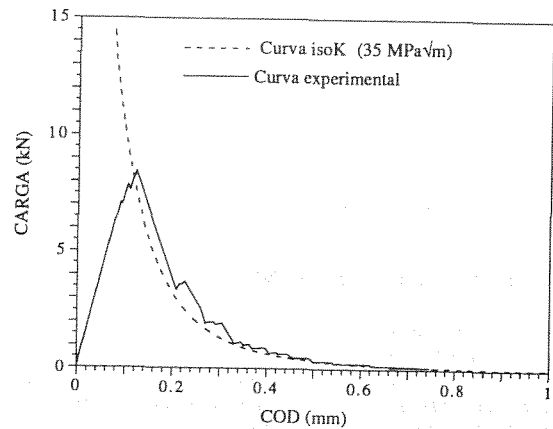


Fig. 4. Registro obtenido en los ensayos con probetas de flexión.

La figura 4 es un ejemplo característico de los registros correspondientes a las probetas de flexión. La rama de descarga que presenta indica roturas sucesivas que se repiten escalonadamente hasta que la probeta se separa en dos mitades. En cada escalón la propagación de la fisura se interrumpe después de iniciada y continúa cuando la carga vuelve a crecer. El fenómeno corresponde a un proceso de fractura frágil cuasiestable, durante el cual la fisura absorbe en todo instante la misma energía de fractura, ya que crece bajo un factor de intensidad de tensiones constante. En efecto, la curva teórica carga-COD correspondiente a la propagación de la fisura bajo tales condiciones, con  $K_I = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , también se ha representado en la figura 4 y como puede verse, coincide sensiblemente con la rama de descarga del ensayo.

Esta curva teórica ha sido determinada a partir de expresiones de la flexibilidad de la probeta y del factor de intensidad de tensiones del tipo:

$$K_I = \frac{4P}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (1)$$

$$\frac{COD}{P} = \frac{24}{BE} g\left(\frac{a}{W}\right) \quad (2)$$

que figuran en la referencia [3] y en las cuales P representa la carga aplicada, W el canto de la probeta, B el espesor, a la longitud de fisura, E el módulo de elasticidad, y f(·) y g(·) son funciones dadas. Eliminando entre las dos ecuaciones la longitud de fisura, se obtiene la ecuación de la curva representada en la figura para el valor indicado del factor de intensidad de tensiones.

Los registros carga-COD de los ensayos realizados con probetas SBS confirman asimismo el carácter frágil del acero, ya que, como se ve en la figura 5, la propagación de la fisura es estable y se produce por escalones hasta llegar a carga máxima. Por tanto, cualitativamente dicha propagación se ajusta a las previsiones teóricas del ensayo, basadas en la hipótesis de material frágil con energía específica de fractura constante.

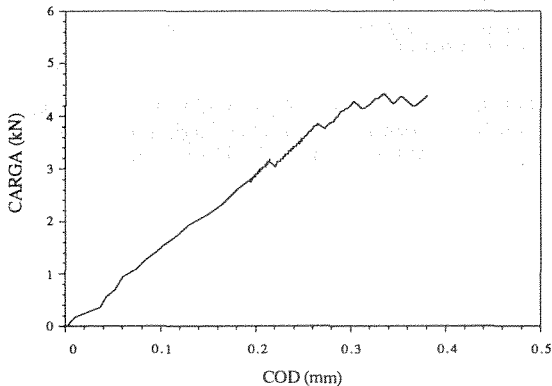


Fig. 5. Registro obtenido en los ensayos con probetas SBS.

**3.TOLERANCIA AL DAÑO. VALOR TEORICO.**

La evaluación teórica de la tolerancia al daño en un sólido con defectos requiere la aplicación de un criterio de fractura que relacione la carga de rotura con las dimensiones del defecto y con las propiedades resistentes del material. En el caso de tendones, la carga de rotura a evaluar es su capacidad resistente a tracción, por ser ese el tipo de esfuerzo al que están sometidos en servicio. En cuanto a la configuración geométrica de los defectos, la más adecuada es la que aparece en la figura 6, teniendo en cuenta que para defectos de superficie, los parámetros más críticos a priori son la profundidad y el radio de curvatura del borde.

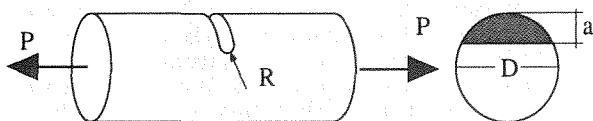


Fig. 6. Defecto superficial para evaluar la tolerancia al daño.

Así pues, el tipo de defecto a considerar son entallas de profundidad y radio de curvatura variables, para las cuales no

existe un criterio de rotura universal, salvo en dos casos límite:

- Cuando el material rompa frágilmente y la entalla es realmente una fisura (radio de curvatura nulo).
- Cuando el material rompa después de agotarse plásticamente y por tanto la carga de rotura y la de agotamiento plástico coinciden (rotura dúctil). En este caso el defecto sólo representa una pérdida de sección resistente y el radio de curvatura no influye en la carga de rotura. La aplicación del criterio de rotura frágil sólo requiere conocer el factor de intensidad de tensiones para el problema en estudio, porque la carga de rotura se determina igualando el factor  $K_I$  y la tenacidad de fractura del material,  $K_{Ic}$ . En el caso de una barra cilíndrica dañada por una fisura de superficie y solicitada a tracción, dicho factor ha sido determinado por métodos numéricos [4] y fotoelásticos [5], y la carga de rotura P puede obtenerse en función de la profundidad de fisura a y del diámetro D de la barra. Para la expresión de  $K_I$  dada en la referencia [4] se tiene:

$$P = \frac{\sqrt{\pi}}{4} K_{Ic} D^{3/2} M_f\left(\frac{a}{D}\right) \quad (3)$$

donde  $M_f(\cdot)$  es la función adimensional:

$$M_f(x) = \frac{1}{\sqrt{x(1,0806 + 0,6386x - 2,4445x^2 + 13,463x^3)}} \quad (4)$$

La aplicación del criterio de rotura dúctil se reduce a calcular el valor de una fuerza aplicada según el eje de la barra que sea equivalente a la distribución de tensiones de la figura 7, la cual corresponde al agotamiento plástico de la sección fisurada suponiendo que el material de la barra es un sólido elastoplástico perfecto de tensión de plastificación  $\sigma_Y$

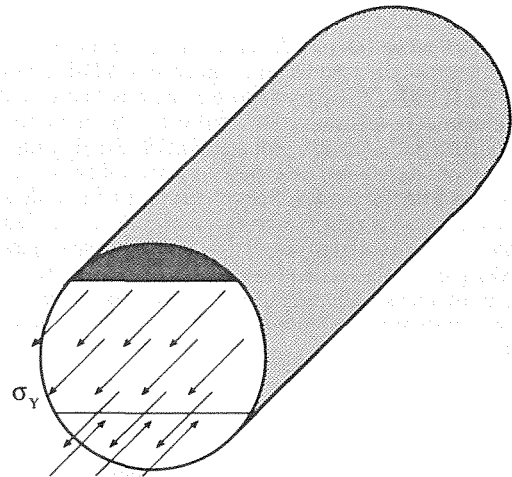


Fig. 7. Agotamiento plástico de una barra con un defecto de superficie.

La solución que se obtiene viene dada por la expresión:

$$P = \sigma_Y D^2 M_d\left(\frac{a}{D}\right) \quad (5)$$

donde  $M_d(\cdot)$  es la función adimensional:

$$M_d(x) = \frac{\pi}{4} - \frac{1}{4} \arccos(1-2x) - \frac{1}{2} \arcsen\left(2^{2/3}\sqrt{x-x^2}\right) + (1-2x)\sqrt{x-x^2} + 2^{2/3}\sqrt{x-x^2}\sqrt{1-2^{4/3}(x-x^2)} \quad (6)$$

El resultado de aplicar ambos criterios de rotura a las barras de 36 mm de diámetro objeto del trabajo puede apreciarse en la figura 8, donde se ha representado gráficamente la carga de rotura deducida de las ecuaciones (3) y (4) frente a la profundidad de defecto. De acuerdo con los resultados experimentales, los valores de las magnitudes  $K_{Ic}$  y  $\sigma_y$  empleados en los cálculos han sido 33 MPa√m y 1214 MPa, respectivamente, este último, el valor medio del límite elástico y la resistencia a tracción del acero.

Las dos curvas obtenidas constituyen las cotas superior e inferior de la tolerancia al daño y ponen de manifiesto el efecto tan negativo que ejerce la baja tenacidad del material en el caso de barras fisuradas. El mínimo tamaño de fisura a partir del cual las barras rompen frágilmente es apenas 0,3 mm, y ya con una fisura de 1 mm de profundidad la capacidad resistente de la barra se reduce en más del 50 % respecto a la que tendría si el material rompiera dúctilmente, que casi no difiere de la correspondiente a una barra sin defectos. Como puede verse en la figura, estos valores cambian sustancialmente para tenacidades de fractura del orden de 100 MPa√m, que se han medido en otros aceros de alta resistencia [6].

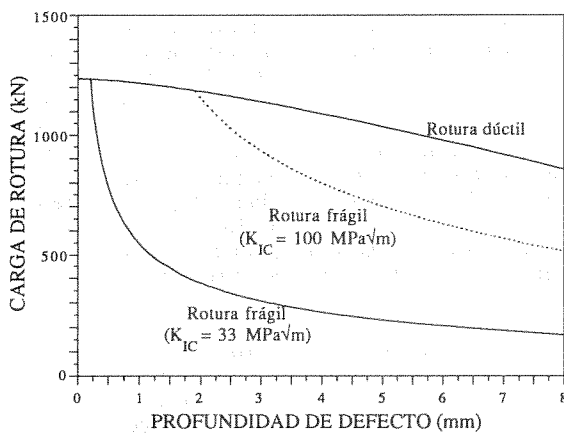


Fig. 8. Tolerancia al daño de barras con defectos de superficie.

4. TOLERANCIA AL DAÑO. ENSAYOS.

Los datos experimentales de tolerancia al daño correspondientes a las barras en estudio proceden de ensayos realizados al efecto y de roturas ocurridas en servicio. Los ensayos consistieron en someter barras de 50 cm de longitud, con una entalla en el centro como la de la figura 6, a una carga creciente de tracción hasta causar su rotura. Se instrumentaron con dos extensómetros, uno de ellos situado en la zona de deformación uniforme de la probeta y el otro enfrentado a la entalla con el fin de obtener una medida de la deformación debida a la entalla y detectar cualquier rotura parcial que pudiera producirse antes de la rotura última. El número total de ensayos realizados fue de diez, con tres valores del radio de curvatura de entalla. Las entallas de menor radio fueron hechas con sierra de hilo, mientras que las dos restantes se hicieron por electroerosión.

La tabla 2 recoge los datos y resultados más significativos de los ensayos (profundidad a y radio de curvatura R de la entalla, carga de rotura P, y alargamientos unitarios de rotura  $\epsilon_c$  y  $\epsilon_{m\%}$  en la entalla y en la zona de deformación uniforme, respectivamente. A estos datos cabe añadir que antes de la rotura final los registros carga-deformación no revelaron ninguna rotura parcial, pero si la plastificación total de la sección entallada en los siete ensayos señalados con un asterisco en la tabla 2. Como muestra de los registros obteni-

dos, en la figura 9 aparece representada la carga frente al alargamiento unitario en la zona de entalla para tres de las probetas ensayadas, junto con la misma curva para una barra sin defectos.

Tabla 2. Ensayos de tolerancia al daño con barras entalladas.

Ensayo	R(mm)	a(mm)	P(kN)	$\epsilon_{m\%}$	$\epsilon_c$
1*	0,08	0,5	>1211	>3,40	>3,67
2	0,08	2,5	818	0,38	0,47
3	0,08	4,3	567	0,27	0,39
4*	0,5	0,5	1128	2,78	3,65
5*	0,5	1,0	1160	0,88	1,42
6*	0,5	2,0	1153	0,62	0,95
7	0,5	4,0	743	0,34	0,51
8*	1	1,0	1218	2,50	2,89
9*	1	2,0	1158	0,65	1,54
10*	1	4,0	1097	0,51	1,21

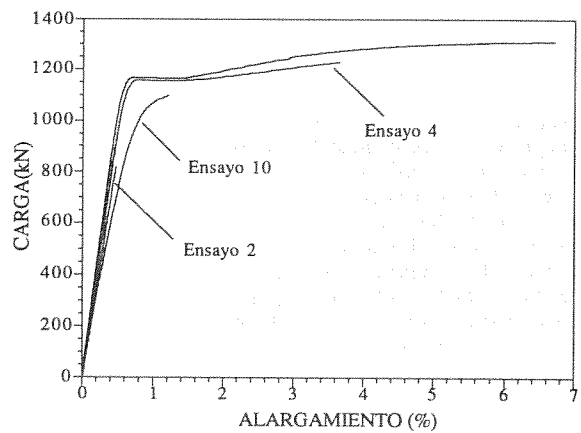


Fig. 9. Curvas carga-alargamiento de barras entalladas.

Los datos de roturas en servicio se limitan a dos casos de barras solicitadas bajo cargas de tracción de 400 y 600 kN, cuyo análisis fractográfico reveló la existencia de sendas fisuras, de profundidades respectivas 1,50 y 0,92 mm, generadas con anterioridad al colapso de las barras.

5. ANALISIS DE RESULTADOS

Los resultados analíticos y los datos experimentales disponibles para la evaluación de la tolerancia al daño de las barras se recogen conjuntamente en el diagrama carga de rotura-profundidad de defecto de la figura 10.

La representación gráfica pone de relieve que todos los resultados experimentales se sitúan entre las dos curvas límite de tolerancia al daño deducidas teóricamente. Los puntos que representan las roturas ocasionadas por fisuras están situados sobre la curva de rotura frágil para este tipo de defectos, mientras que los correspondientes a las roturas en entallas están sobre la curva de agotamiento plástico en todos los casos en que la rotura tuvo lugar después de la plastificación total de la sección entallada (rotura dúctil).

Únicamente se sitúan entre ambas curvas los casos de entallas causantes de la rotura antes de la plastificación total. La calificación de frágil o dúctil ha de entenderse en sentido macroscópico, porque el mecanismo físico de rotura que se observa en el microscopio electrónico es el mismo en todos los casos: cuasiclivaje.

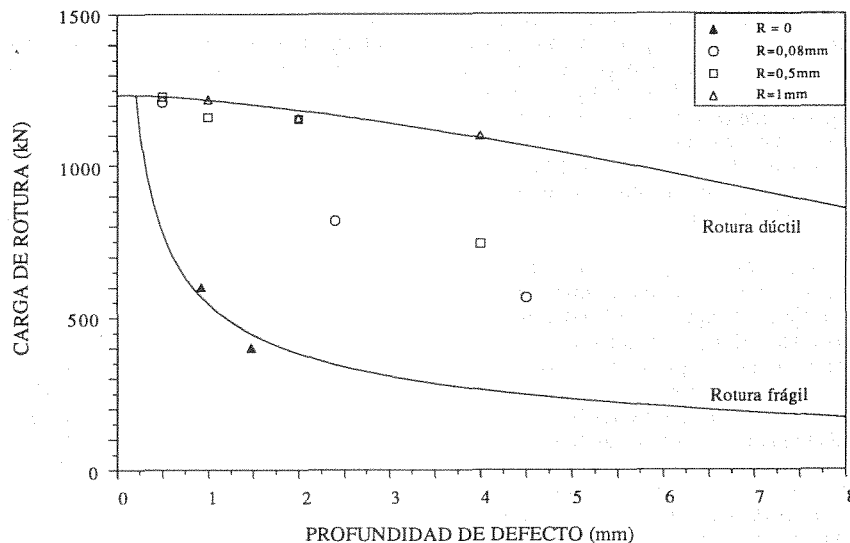


Figura 10.—Resultados teóricos y experimentales de tolerancia al daño.

Como cabía esperar, en tales casos la tolerancia al daño disminuye con la profundidad de entalla y aumenta con el radio de curvatura. Asimismo, es posible comprobar que en todos ellos la rotura es posterior al comienzo de la plastificación de la entalla. Para hacerlo estrictamente sería preciso conocer el factor de concentración de tensiones para la barra entallada de la figura 6, pero ante la falta de este dato, se puede estimar dicho factor adoptando el correspondiente a un semiespacio con una entalla de igual profundidad y radio de curvatura, solicitado a tracción, es decir [7]:

$$K_t = 3 \left( \frac{a}{R} \right)^{0,442} \quad (7)$$

Suponiendo que el estado tensional en el fondo de la entalla es de deformación plana según el plano longitudinal de simetría de la barra, la carga de comienzo de la plastificación,  $P_i$ , viene dada por la expresión:

$$P_i = \frac{P_Y}{K_t \sqrt{1 - \nu + \nu^2}} \quad (8)$$

donde  $P_Y$  es la carga de plastificación de las barras sin defectos, 1163 kN, y  $\nu$  el coeficiente de Poisson. Los valores numéricos que resultan de aplicar estas dos ecuaciones a las tres barras rotas antes de la plastificación total, apenas alcanzan la tercera parte de la carga de rotura, lo que constituye una clara indicación de que dicha rotura tiene lugar en régimen de plasticidad contenida.

Esta interpretación de los resultados explica satisfactoriamente el comportamiento de las barras y permite constatar que la baja tenacidad del acero influye muy negativamente en la tolerancia al daño, pero sólo para defectos tipo fisura, porque para entallas con radios de curvatura tan pequeños como 0,08 mm la tolerancia mejora notablemente. Esta aparente falta de continuidad en el comportamiento de las barras no lo es tanto si se tiene en cuenta que una fisura ideal se transforma en una entalla debido los cambios finitos de geometría que experimenta por efecto de las cargas aplicadas y que, de acuerdo con el modelo teórico desarrollado en la referencia [8], su radio de curvatura en el momento de rotura viene dado por la expresión:

$$R = 0,307 \frac{K_{Ic}^2}{E\sigma_Y} \quad (9)$$

cuyo valor para el acero de las barras es del orden de 1,5  $\mu\text{m}$ , esto es, 50 veces inferior al menor radio de entalla ensayado.

Un aspecto importante en la evaluación de la tolerancia al daño sería la determinación de la combinación de valores de  $a$  y de  $R$  a partir de la cual las barras fallan por colapso plástico, pero la solución de este problema por vía teórica requiere la aplicación de un criterio de rotura en entallas de validez general, que aún no ha sido desarrollado. No obstante, los resultados obtenidos en esta investigación parecen indicar que todas las roturas observadas están gobernadas por un criterio local de máxima deformación, es decir, por la condición de que la deformación plástica supere un valor crítico sobre una distancia característica determinada por la microestructura del material [9].

En el caso de las roturas originadas por fisuras la baja tenacidad de fractura del acero indica que en el momento de rotura la zona plástica desarrollada en el extremo de la fisura es pequeña. En esas condiciones se produce una intensa concentración de deformaciones plásticas [8], acorde con la condición de rotura que establece el criterio. En una entalla la evolución de la zona plástica y de la deformación en su interior es más complicada, pero también concuerda con la interpretación de que las roturas observadas responden a un criterio de máxima deformación. Durante el periodo inicial de la fase de plasticidad contenida, tanto la zona plástica como la deformación crecen con la carga, para a continuación estabilizarse la primera y continuar creciendo la segunda hasta alcanzar la fase de plasticidad extendida, en la cual se invierte el proceso. Por consiguiente, de acuerdo con el criterio, la rotura tendrá lugar en una u otra fase dependiendo de que la deformación crítica sea o no superada en la fase de plasticidad contenida, es decir, la rotura puede producirse antes o después del agotamiento plástico de la barra. El factor determinante es el valor de la máxima deformación plástica alcanzada durante la fase de plasticidad contenida, el cual, para un tipo de barra dado, sólo depende de la geometría de la entalla.

## 6. CONCLUSIONES

La aplicación de la Mecánica de Fractura ha permitido establecer que la tolerancia al daño de tendones afectados por defectos de superficie, está acotada entre dos límites correspondientes a comportamientos extremos del material, rotura frágil y agotamiento plástico. Aunque para el caso estudiado dichos límites se hallan sensiblemente separados debido a la baja tenacidad del material, los resultados experimentales indican, salvo para defectos asími-

lables a fisuras, una tolerancia al daño muy cercana a la óptima, es decir, rotura por agotamiento plástico. Por lo tanto, se concluye que la protección de los tendones estudiados frente a defectos del tipo fisura es de fundamental importancia.

## 7. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al ingeniero D. Javier Rui-Wamba y al profesor D.Federico Gutiérrez-Solana por la colaboración prestada en la realización de este trabajo.

## 8. REFERENCIAS

- [1] Norma ASTM E 399-83 "Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials" (1983).
- [2] Norma ASTM E 1304-89 "Standard Test Method for Plane-Strain (Chevron Notch) Fracture Toughness of Metallic Materials" (1989).
- [3] Norma ASTM E 813-88 "Standard Test Method for  $J_{IC}$ , A Measure of Fracture Toughness" (1988).
- [4] Astiz, M.A., "An incompatible singular elastic element for two and three-dimensional crack problems", International Journal of Fracture, **31**, pp. 105-123 (1986).
- [5] Valiente, A., Elices, M., Morton, J. "Determinación de factores de intensidad de tensiones mediante la utilización de técnicas fotoelásticas con modelos entallados", Anales de Física, Serie B, **77**, pp. 122-129 (1981).
- [6] Elices, M., "Fracture of steels for reinforcing and prestressing concrete", en Fracture mechanics of concrete: Structural application and numerical calculation, ed. G.C. Sih y A. DiTommaso, Martinus Nijhoff (1985).
- [7] Peterson, R.E. "Stress Concentration Factors", John Wiley & Sons, (1974).
- [8] Rice, J.R. y Johnson, M.A. "The role of large crack tip geometry changes in plane strain fracture", en Inelastic Behavior of Solids, ed. M.F. Kanninen y otros, McGraw-Hill, pp. 641-672 (1970).
- [9] Mackenzie, A.C., Hancock, J.W. y Brown, D.K. "On the influence of state of stress on ductile failure initiation in high strength steels", Engineering Fracture Mechanics, **9**, 167-188 (1977).

## FENOMENOS DE ROTURA DEL RECUBRIMIENTO DURANTE EL CONFORMADO DE CHAPAS GALVANIZADAS

D. Laverde Cataño\*, J. Fernández Díaz\*\*, E. Villanueva Arnáiz\*\*\*, J.I. Larburu Ereño\*\*\* y J. Gil Sevillano\*.

\*CEIT, Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa  
P. Manuel de Lardizábal, 15, 20009-San Sebastián, España.

\*\*Escuela Superior de Ingenieros Industriales (Universidad de Navarra)  
P. Manuel de Lardizábal, 13, 20009-San Sebastián, España.

\*\*\*AHV, Altos Hornos de Vizcaya S.A., I + D  
Apdo. 116, 48080 Bilbao, España.

**RESUMEN.** Durante el conformado, el recubrimiento de zinc de las chapas galvanizadas puede sufrir daños que merman su capacidad protectora anticorrosión. Aunque los granos de zinc son susceptibles de comportamiento dúctil, las fronteras intergranulares y la intercara zinc-acero muestran una débil cohesión y, al menos para grandes deformaciones, se observan también roturas transgranulares por clivaje y por mecanismos dúctiles. Se describen observaciones de estos procesos, intentándose una caracterización cuantitativa de los mismos y su interpretación, en lo posible, en términos de la Mecánica de la Fractura.

**ABSTRACT.** The zinc coating of hot-dip galvanized steel sheets is damaged during forming operations, losing some fraction of its corrosion protective ability. Its grain boundaries and the zinc-steel interface show symptoms of very weak interfacial cohesion. Moreover, zinc crystals are prone to cleave if properly oriented and transgranular ductile damage can be generated from interface flaws and lead inclusions. This paper shows examples of those fracture mechanisms and attempts to quantify their development with an aim to derive some values of intrinsic fracture parameters of the coatings.

### 1. INTRODUCCION

El recubrimiento anticorrosión de las chapas de acero galvanizadas en continuo por inmersión en baño de zinc fundido (HDG) está generalmente constituido por granos de apariencia columnar (con sus fronteras aproximadamente perpendiculares al plano de la chapa), cuyo tamaño,  $D$ , es superior al espesor del recubrimiento,  $t$ , incluso en las calidades de grano fino ("flor mínima"). Para muchas aplicaciones, la chapa galvanizada debe conformarse plásticamente y, aunque en esas operaciones no se alcancen los límites de conformado globales de la chapa (definidos por la curva de deformaciones límite para alcanzar la estricción localizada, FLD), el recubrimiento puede sufrir daños locales que merman su capacidad protectora. En concreto, aunque los granos de zinc son susceptibles de comportamiento dúctil, sus fronteras intergranulares y la intercara zinc-acero, constituida por una fina capa de aleación Zn-Al-Fe, muestran una débil cohesión interfacial. Los cristales de zinc también pueden romperse transgranularmente por clivaje de los planos basales y, finalmente, por

rotura dúctil, al menos para grandes deformaciones.

Las chapas de acero HDG para conformado de piezas o paneles tienen un espesor de orden de un milímetro (0,7 mm es un espesor corriente) y el de los recubrimientos oscila entre 15 y 25  $\mu\text{m}$ . Por razones estéticas, tanto si se usan con el recubrimiento HDG a la vista o pintadas, el galvanizado incluye un proceso dirigido a minimizar el grano (soplado de polvo de zinc de aprox.  $1\mu\text{m}^{\phi}$  sobre la película líquida a la salida de la cuba de galvanizado), obteniéndose granos de 100 a 500  $\mu\text{m}$  (intersección lineal sobre el plano de la chapa) que presentan una fortísima orientación preferente, con el plano basal (0001) paralelo al plano de la chapa y una distribución aleatoria de orientaciones transversales. La textura parece ser fruto de un crecimiento lateral preferente de los frentes  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  {0001} de solidificación [1, 2]. Las direcciones  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  son las de crecimiento dendrítico en el zinc. La intensidad de la textura basal se ve favorecida por la promoción de la nucleación para minimizar el grano, directamente buscada, y por la

lables a fisuras, una tolerancia al daño muy cercana a la óptima, es decir, rotura por agotamiento plástico. Por lo tanto, se concluye que la protección de los tendones estudiados frente a defectos del tipo fisura es de fundamental importancia.

## 7. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al ingeniero D. Javier Rui-Wamba y al profesor D.Federico Gutiérrez-Solana por la colaboración prestada en la realización de este trabajo.

## 8. REFERENCIAS

- [1] Norma ASTM E 399-83 "Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials" (1983).
- [2] Norma ASTM E 1304-89 "Standard Test Method for Plane-Strain (Chevron Notch) Fracture Toughness of Metallic Materials" (1989).
- [3] Norma ASTM E 813-88 "Standard Test Method for  $J_{IC}$ , A Measure of Fracture Toughness" (1988).
- [4] Astiz, M.A., "An incompatible singular elastic element for two and three-dimensional crack problems", *International Journal of Fracture*, **31**, pp. 105-123 (1986).
- [5] Valiente, A., Elices, M., Morton, J. "Determinación de factores de intensidad de tensiones mediante la utilización de técnicas fotoelásticas con modelos entallados", *Anales de Física, Serie B*, **77**, pp. 122-129 (1981).
- [6] Elices, M., "Fracture of steels for reinforcing and prestressing concrete", en *Fracture mechanics of concrete: Structural application and numerical calculation*, ed. G.C. Sih y A. DiTommaso, Martinus Nijhoff (1985).
- [7] Peterson, R.E. "Stress Concentration Factors", John Wiley & Sons, (1974).
- [8] Rice, J.R. y Johnson, M.A. "The role of large crack tip geometry changes in plane strain fracture", en *Inelastic Behavior of Solids*, ed. M.F. Kanninen y otros, McGraw-Hill, pp. 641-672 (1970).
- [9] Mackenzie, A.C., Hancock, J.W. y Brown, D.K. "On the influence of state of stress on ductile failure initiation in high strength steels", *Engineering Fracture Mechanics*, **9**, 167-188 (1977).

## FENOMENOS DE ROTURA DEL RECUBRIMIENTO DURANTE EL CONFORMADO DE CHAPAS GALVANIZADAS

D. Laverde Cataño\*, J. Fernández Díaz\*\*, E. Villanueva Arnáiz\*\*\*, J.I. Larburu Ereño\*\*\* y J. Gil Sevillano\*.

\*CEIT, Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa  
P. Manuel de Lardizábal, 15, 20009-San Sebastián, España.

\*\*Escuela Superior de Ingenieros Industriales (Universidad de Navarra)  
P. Manuel de Lardizábal, 13, 20009-San Sebastián, España.

\*\*\*AHV, Altos Hornos de Vizcaya S.A., I + D  
Apdo. 116, 48080 Bilbao, España.

**RESUMEN.** Durante el conformado, el recubrimiento de zinc de las chapas galvanizadas puede sufrir daños que merman su capacidad protectora anticorrosión. Aunque los granos de zinc son susceptibles de comportamiento dúctil, las fronteras intergranulares y la intercara zinc-acero muestran una débil cohesión y, al menos para grandes deformaciones, se observan también roturas transgranulares por clivaje y por mecanismos dúctiles. Se describen observaciones de estos procesos, intentándose una caracterización cuantitativa de los mismos y su interpretación, en lo posible, en términos de la Mecánica de la Fractura.

**ABSTRACT.** The zinc coating of hot-dip galvanized steel sheets is damaged during forming operations, loosing some fraction of its corrosion protective ability. Its grain boundaries and the zinc-steel interface show symptoms of very weak interfacial cohesion. Moreover, zinc crystals are prone to cleave if properly oriented and transgranular ductile damage can be generated from interface flaws and lead inclusions. This paper shows examples of those fracture mechanisms and attempts to quantify their development with an aim to derive some values of intrinsic fracture parameters of the coatings.

### 1. INTRODUCCION

El recubrimiento anticorrosión de las chapas de acero galvanizadas en continuo por inmersión en baño de zinc fundido (HDG) está generalmente constituido por granos de apariencia columnar (con sus fronteras aproximadamente perpendiculares al plano de la chapa), cuyo tamaño,  $D$ , es superior al espesor del recubrimiento,  $t$ , incluso en las calidades de grano fino ("flor mínima"). Para muchas aplicaciones, la chapa galvanizada debe conformarse plásticamente y, aunque en esas operaciones no se alcancen los límites de conformado globales de la chapa (definidos por la curva de deformaciones límite para alcanzar la estricción localizada, FLD), el recubrimiento puede sufrir daños locales que merman su capacidad protectora. En concreto, aunque los granos de zinc son susceptibles de comportamiento dúctil, sus fronteras intergranulares y la intercara zinc-acero, constituida por una fina capa de aleación Zn-Al-Fe, muestran una débil cohesión interfacial. Los cristales de zinc también pueden romperse transgranularmente por clivaje de los planos basales y, finalmente, por

rotura dúctil, al menos para grandes deformaciones.

Las chapas de acero HDG para conformado de piezas o paneles tienen un espesor de orden de un milímetro (0,7 mm es un espesor corriente) y el de los recubrimientos oscila entre 15 y 25  $\mu\text{m}$ . Por razones estéticas, tanto si se usan con el recubrimiento HDG a la vista o pintadas, el galvanizado incluye un proceso dirigido a minimizar el grano (soplado de polvo de zinc de aprox.  $1\mu\text{m}^{\phi}$  sobre la película líquida a la salida de la cuba de galvanizado), obteniéndose granos de 100 a 500  $\mu\text{m}$  (intersección lineal sobre el plano de la chapa) que presentan una fortísima orientación preferente, con el plano basal (0001) paralelo al plano de la chapa y una distribución aleatoria de orientaciones transversales. La textura parece ser fruto de un crecimiento lateral preferente de los frentes  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  {0001} de solidificación [1, 2]. Las direcciones  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  son las de crecimiento dendrítico en el zinc. La intensidad de la textura basal se ve favorecida por la promoción de la nucleación para minimizar el grano, directamente buscada, y por la



promoción indirecta del crecimiento dendrítico al usarse baños "impuros", con adiciones de plomo (aumenta la mojabilidad del acero) y de aluminio (0,16% Al inhibe la formación de fases frágiles Zn-Fe en la intercara). Afortunadamente, la orientación basal de la superficie de la capa de zinc resulta ser óptima respecto a la resistencia a la corrosión y la adherencia de pintura (la chapa galvanizada prepintada encuentra un uso creciente para paneles de construcción, en la industria de electrodomésticos y para carrocerías de automóviles).

La combinación de la textura basal del recubrimiento policristalino de zinc con la geometría de fronteras de grano normales al plano de la chapa repercute fuertemente en el comportamiento mecánico del recubrimiento. El plano basal de zinc es su principal plano de deslizamiento y clivaje por lo que en las chapas galvanizadas, sometidas a tensiones planas, ambos mecanismos se ven fuertemente dificultados. Por el contrario, las tensiones en direcciones contenidas en el plano de la chapa promueven el maclaje según  $\{10\bar{1}2\}$   $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ , principal mecanismo de deformación del recubrimiento en zonas tractivas, y la descohesión intergranular, que observaciones superficiales muestran ser el mecanismo dominante de daño mecánico.

En este artículo se presentan ejemplos de caracterización cualitativa y cuantitativa del daño de recubrimientos de chapas de acero galvanizadas y se intenta discutir los resultados utilizando conceptos de Mecánica de la Fractura.

## 2. MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES

La conformabilidad de los recubrimientos ( $200\text{gm}^{-2}$ ) de varias chapas de acero extradulce (0,04-0,05%C), calmado al aluminio, de  $0,7\ \mu\text{m}$  de espesor y rugosidad superficial  $0,32 < \text{Ra} < 2,31\ \mu\text{m}$ , galvanizadas en continuo en baño de Zn-0,16%Al y con flor mínima ( $20 < D < 600\ \mu\text{m}$ ) se ha estudiado siguiendo varias trayectorias de deformación (mediante ensayos de tracción y ensayos tipo Nakazina de expansión biaxial, usados para la determinación de FLD). Los sustratos de acero bajo en carbono, además de diferencias irrelevantes de composición, se caracterizaban por diferencias de rugosidad superficial. Todos los recubrimientos de zinc poseían una textura  $\langle 0001 \rangle$  muy fuerte, con algunas diferencias cuantitativas. Tras el galvanizado, las chapas recibieron una pequeña reducción por laminación ("skin pass"), con la finalidad de aplanarlas y alisarlas. Esta provoca una pequeña reducción de la densidad de orientaciones  $\langle 0001 \rangle$ , que se deforman por maclaje a compresión.

El tamaño medio de grano de recubrimiento se midió por intersección lineal en direcciones aleatorias sobre el plano de la chapa. El daño inducido por la deformación se caracterizó mediante observaciones superficiales y de secciones metalográficas transversales. En este último caso, se infiltraron en vacío las muestras agrietadas con una resina epoxi, lo que permite preservar las débiles estructuras de recubrimientos parcialmente desprendidos.

## 3. EVOLUCION DEL DAÑO. ASPECTOS MORFOLOGICOS

La combinación de observaciones superficiales y de secciones transversales permite seguir el proceso de rotura de los recubrimientos de galvanizado durante el conformado de las chapas.

La superficie de las chapas muestra mayoritariamente daño por descohesión intergranular, al menos para trayectorias proporcionales de deformación (fig.1). En los recubrimientos estudiados, que presentan una densidad de textura basal 30 a 45 veces la densidad correspondiente a una distribución aleatoria de orientaciones, sólo muy raramente se ha observado descohesión transgranular (clivaje) tras grandes deformaciones plásticas o en algunos puntos sometidos a trayectorias complejas de deformación. Tras deformaciones muy grandes se observa fallo transgranular por rotura dúctil en los recubrimientos cuya adherencia al sustrato es muy buena, pero el fallo más frecuente es la descamación de granos completos (flaking).

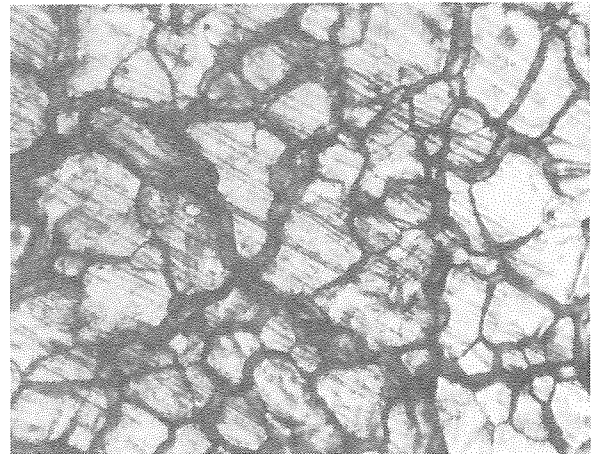


Fig. 1. Descohesión intergranular del acero G deformado por expansión biaxial  $e_1=e_2=21\%$ .

Las secciones transversales de chapas predeformadas a diferentes niveles son un complemento necesario a las observaciones superficiales. En la figura 2. se presentan tres ejemplos correspondientes a chapas que evidencian diferencias importantes de adherencia zinc-acero. En general, se observa que el daño comienza por agrietamiento desde la superficie exterior del recubrimiento. De acuerdo con las observaciones superficiales, se trata de descohesión intergranular iniciada en la entalla que se deriva del equilibrio entre las tensiones superficiales en los puntos triples de encuentro entre dos granos durante la solidificación. Si la adherencia del recubrimiento es muy buena, la grieta intergranular penetra hasta ser detenida por la intercara con el sustrato antes de producirse propagación por descohesión interfacial (fig. 2a). Si la adherencia es baja, se observa frecuentemente descohesión interfacial a partir de grietas intergranulares generadas en la superficie, antes de que éstas alcancen la intercara y la rotura final ocurre con una estricción característica del ligamento residual. También se observan detenciones de la descohesión interfacial inducidas por la rugosidad cuando ésta es alta (fig. 2c). En los recubrimientos

estudiados sólo esporádicamentese se observa daño interfacial o interno, este último asociado a inclusiones nodulares de plomo.

Finalmente, en las direcciones sobre la chapa sometidas a contracciones importantes se detectan despegues sub-superficiales y pandeo del recubrimiento.

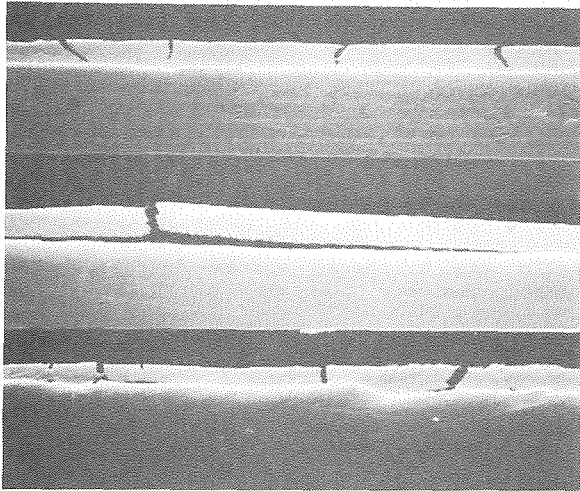


Fig. 2. Sección longitudinal de tres recubrimientos HDG moderadamente deformados a tracción (dirección de laminación).

- a) Ref. I,  $e_1=6,8\%$ , buena adherencia.  
 b) Ref. D,  $e_1=9\%$ , mala adherencia.  
 c) Ref. L,  $e_1=9\%$ , mala adherencia pero alta rugosidad del sustrato.

#### 4. CARACTERIZACION CUANTITATIVA DEL DAÑO

Para evaluar cuantitativamente la rotura del recubrimiento, se han intentado medir el umbral de deformación determinante de la rotura intergranular y la propagación de las grietas sub-superficiales en función de la deformación.

##### 4.1. Umbral de agrietamiento de los recubrimientos de zinc

Por analogía con los diagramas límite de conformado (FLD), tan útiles en la estampación de chapas, parece interesante determinar el lugar umbral de agrietamiento del recubrimiento de chapa en el espacio de deformaciones principales sobre el plano de la chapa. Este tipo de ensayo se utiliza en recubrimientos metálicos en general [3] y actualmente también en los galvanizados [4,5]. La curva que marca el límite de las deformaciones que no dañan -al menos exteriormente- el recubrimiento se conoce como el CLD del recubrimiento ("crack limit diagram"). En nuestro caso, esta curva límite se ha obtenido examinando microscópicamente la superficie de probetas sometidas a diferentes trayectorias de deformación, con círculos pregrabados para determinar las deformaciones principales (ensayo "Nakazima"). En la fig. 3 se muestran los CLD de las doce chapas estudiadas. La tendencia general es una banda de pendiente decreciente en el espacio  $e_1$ - $e_2$  de deformaciones (ingenieriles) principales sobre el plano de la chapa. En la figura se ha

indicado la envolvente límite inferior de los FLD correspondientes a la estricción localizada de las chapas. Los recubrimientos se agrietan para deformaciones muchos menores que las límite de conformado.

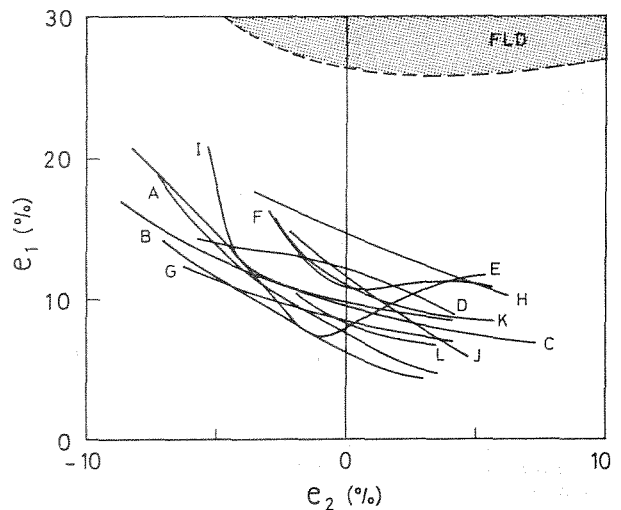


Fig. 3. Curvas límite de agrietamiento (CLD) de los 12 materiales estudiados.

Durante la medición de las curvas CLD se ha constatado que el umbral de agrietamiento no puede detectarse estrictamente en estos recubrimientos con daño intergranular y que la situación de la frontera entre la zona de deformaciones "seguras" y la zona prohibida está sujeta a un sesgo subjetivo. La deformación se ha medido mediante círculos de diámetro medio 2,51mm (desviación típica 0,049mm), medidos con un microscopio micrométrico Nikon (precisión nominal,  $1\mu\text{m}$ , desviación típica sobre medidas de un mismo círculo, 0,004mm). Las deformaciones, por tanto, se han medido con un error típico de  $\pm 0,03$ , pero a este error aleatorio se le suma el error sistemático por exceso derivado de la necesidad de que se haya desarrollado un cierto nivel de daño para que el observador decida que se ha sobrepasado el umbral (la distinción entre fronteras de grano descohesionadas o no es sutil). De hecho, como se verá más adelante, en muchos casos ocurren roturas intergranulares desde el comienzo de la deformación. Dado que se trata de un fenómeno de rotura frágil, es verosímil suponer que se nuclea bajo una tensión crítica estadísticamente distribuida (vg., debido a la distribución de factores de intensificación de tensión locales asociados a la red de entallas superficiales que la solidificación engendra en los puntos de encuentro de las fronteras de grano con la superficie libre, aunque la chapa esté sometida a un estado microscópico uniforme de tensiones). Por consiguiente las juntas se van rompiendo a lo largo de un rango de deformaciones cuya amplitud dependerá de la densidad de la red de entallas, esto es, del tamaño de grano. Como conclusión práctica puede adelantarse que para definir los CLD sería necesario acordar una convención sobre el umbral del daño.

4.2. Fracción superficial de grietas en función de la deformación de la chapa. Deformabilidad relativa del recubrimiento

Una medida cuantitativa del daño de un recubrimiento, alcanzable fácilmente mediante técnicas estereológicas standard (conteo de fracción de puntos), es la fracción superficial ocupada por grietas abiertas en función de la deformación [6]. Parece conveniente usar la deformación superficial de la chapa como referencia:

$$\epsilon_s = \epsilon_1 + \epsilon_2 = -\epsilon_3, \quad \epsilon_v = \Sigma \epsilon_i = 0 \quad (1)$$

siendo 3 la dirección normal al plano de la chapa. Si el recubrimiento no es capaz de acomodar toda la deformación superficial del sustrato mediante deformación plástica y sólo se deforma una fracción  $K\epsilon_s$ ,  $0 \leq K \leq 1$ , acomodando el resto de desplazamientos mediante grietas, la fracción superficial de grietas se ajustará a la función:

$$f_d = 1 - \exp[-(1-K)(\epsilon_s - \epsilon_u)] \quad (2)$$

siendo  $\epsilon_u$  la posible deformación umbral de agrietamiento intergranular. La constante K puede considerarse como un índice de deformabilidad del recubrimiento respecto al sustrato.

La evolución de  $f_d$  en función de  $\epsilon_s$  se ha medido para las mismas chapas de la fig.3, sometidas a expansión biaxial equilibrada  $\epsilon_1 = \epsilon_2$ . La medida se ha realizado sobre el mismo círculo central de la superficie exterior de una cúpula expandida en etapas sucesivas mediante un punzón semiesférico de 60mm de diámetro. Por tanto, las deformaciones se han obtenido con un error típico de  $\pm 0,0025$  (correspondiente a una desviación típica del diámetro de  $4\mu\text{m}$ ) y la deformación superficial con un error típico de  $\pm 0,005$ . La fracción de área cubierta por grietas se ha medido por la técnica de fracción de puntos, contabilizando siempre al menos 300 puntos sobre área de grietas, es decir, con un error relativo inferior al 6% para fracciones superficiales ocupadas por grietas superiores al 1% [7]. Los resultados, en todos los casos, se ajustan muy aceptablemente a la ec. (1). Dos ejemplos se muestran en la fig. 4 y la Tabla I recoge los resultados para los materiales estudiados.

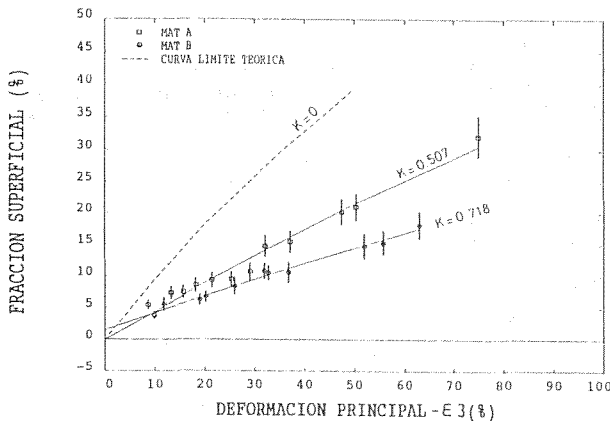


Fig. 4. Fracción superficial ocupada por grietas en función de la deformación plástica superficial. Chapas A y B sometidas a expansión biaxial. La curva punteada,  $K=0$ , es el límite para un recubrimiento indeformable.

Los umbrales de agrietamiento obtenidos mediante extrapolación utilizando la ec. (1) se ajustan a una distribución normal centrada muy cerca del origen (valor medio:  $1,60 \pm 3,74$ , 95% i.c.). Las deformaciones medidas son deformaciones plásticas; los valores negativos representarían situaciones de agrietamiento antes del límite elástico si fueran valores significativos. En todo caso, los resultados muestran que el daño intergranular comienza mucho antes de lo que los CID permiten suponer (y téngase en cuenta que  $(\epsilon_1)_u = (\epsilon_2)_u = \epsilon_u/2$  para deformación biaxial). Como promedio, prácticamente al sobrepasarse el límite elástico. La repetición de ensayos para comprobar la fiabilidad de los valores de  $\epsilon_u$  y K indica que la dispersión de valores de  $\epsilon_u$  obtenida podría ser aleatoria, mientras que la repetitibilidad de los valores de K es mayor (v.g., al repetir tres ensayos diferentes se obtiene para la chapa A,  $\bar{\epsilon}_u = 2,41 \pm 1,93$ ,  $\bar{K} = 0,57 \pm 0,04$  y para la B,  $\bar{\epsilon}_u = -4,22 \pm 8,58$ ,  $\bar{K} = 0,70 \pm 0,11$ ; los intervalos indicados corresponden al 95% de confianza). Se observa una pequeña dependencia de la conformabilidad respecto al tamaño de grano del recubrimiento, fig. 5. Se ha observado también (ensayos con las chapas D e I) que el valor de K es muy similar independientemente de la trayectoria (tracción uniaxial, deformación plana o expansión biaxial).

Tabla 1. Tamaño de grano (i.c. del 95%), umbral de daño y deformabilidad de recubrimientos de galvanizado sometidos a expansión biaxial y densidades de planos (0001) y (1010) paralelos a la chapa relativas a las de una distribución aleatoria de orientaciones

Ref.	D(μm)	εu(%)	K	I(00.1)	I(10.0)
A	28±3	0,8	0,51	38	2,4
B	121±14	-5,3	0,72	32	3,9
C	413±54	5,5	0,61	42	2,0
D	372±50	1,0	0,68	29	5,0
E	142±12	-13,0	0,78	36	3,2
F	78±6	-4,1	0,58	37	2,6
G	547±82	-1,6	0,74	44	1,2
G'	250±17	7,0	0,36	43	1,4
H	123±13	2,8	0,68	42	1,8
I	455±61	11,0	0,67	40	2,1
J	94±9	5,7	0,53	44	1,2
K	259±24	11,0	0,62	42	1,5
L	129±12	0,1	0,53	37	2,3

4.3. Descohesión interfacial del recubrimiento

Se ha medido la propagación de grietas interfaciales bajo la superficie del recubrimiento en función de la deformación previa a tracción (secciones longitudinales) para tres de las chapas (fig. 6). Para cada deformación, se ha representado el valor medio de las descohesiones subsuperficiales en la dirección de alargamiento. La diferencia de comportamiento entre estas tres chapas es notoria. Cuando la adherencia es débil (chapa D), ocurre una propagación importante desde los primeros instantes de la deformación, en contraste con la situación de muy buena adherencia (chapa I).

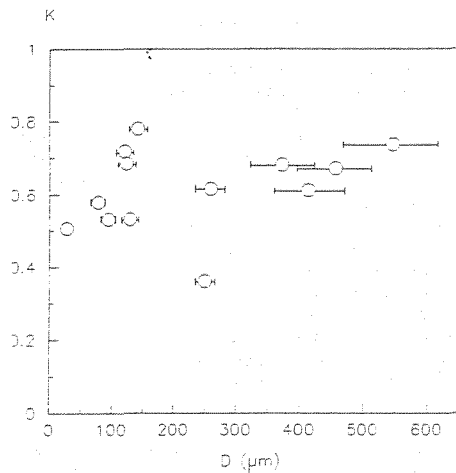


Fig. 5. Índice de deformabilidad de los materiales estudiados en función del tamaño de grano del recubrimiento.

## 5. LINEAS PARA UNA DISCUSION

La bibliografía, partiendo de la referencia clásica de Kendall [8], se ha ocupado con interés creciente del agrietamiento y descohesión interfacial de recubrimientos (v.g., para referencias recientes, [9-10]), utilizando conceptos de la Mecánica de la Fractura, aunque la mayoría de los análisis son puramente elásticos o, a lo sumo, consideran plástico uno de los componentes del sistema, el sustrato o, más raramente, el recubrimiento [11]. Sólo muy recientemente se ha publicado un análisis elastoplástico simplificado del agrietamiento de un recubrimiento aplicado a un material galvanizado [12]. En el caso del recubrimiento de zinc, los análisis rigurosos tendrán la dificultad añadida de no poder olvidar la gran anisotropía elástica y plástica derivada de la intensa textura del recubrimiento y el carácter monocristalino del entorno del borde de las grietas. El desconocimiento de las propiedades plásticas del propio recubrimiento representa una dificultad adicional. Sin embargo, algunas consideraciones sencillas permiten iniciar una línea de análisis de los resultados.

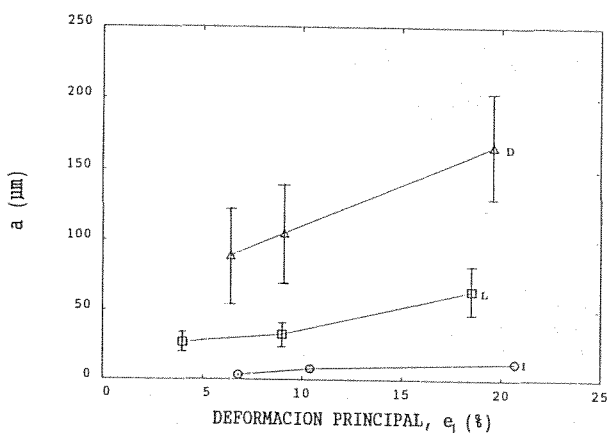


Fig. 6. Crecimiento del tamaño medio de los despegues interfaciales en las chapas I, D y L sometidas a tracción uniaxial.

### 5.1. Tensión crítica de agrietamiento

Las observaciones superficiales y transversales han indicado que, en todos los recubrimientos estudiados, con una textura basal casi ideal, el agrietamiento es intergranular y a partir de la superficie. Se trata de un mecanismo frágil de descohesión a partir de puntos de intensificación de la tensión, estadísticamente distribuidos sobre la redícula formada por la intersección de las fronteras de grano con la superficie libre. Parece por tanto razonable esperar que el agrietamiento intergranular de los recubrimientos responda a una tensión normal crítica. De hecho, la forma de los CLD es compatible con tal criterio, que, para un material isótropo sometido a estados planos de tensiones es, siendo  $\alpha = \epsilon_2/\epsilon_1$ ,  $\epsilon_1 \geq \epsilon_2$ ,

$$(\epsilon_1)_c = 3(1+1/n)/2 (\sigma_c/\sigma_0)^{1/n} (\alpha^2 + \alpha + 1)^{(1-n)/2n} / 2(\alpha+2)^{1/n} \quad (3)$$

suponiendo que el material fluye según Von Mises y endurece con una ley tipo Hollomon,  $\bar{\sigma} = \sigma_0 \bar{\epsilon}^n$ . Los CLD medidos son compatibles con una relación  $A = \sigma_c/\sigma_0$  de 0,5 a 0,7, fig. 7, si  $n \approx 0,3$ . Para  $\alpha = 1/2$  (tracción simple), la deformación crítica es aprox. 0,20. Desconocemos el comportamiento plástico tensión deformación del recubrimiento, pero su orientación cristalográfica exige la activación de maclaje o deslizamiento piramidal, con tensiones superiores a las del deslizamiento basal (preferente) o prismático. La microdureza con cargas muy bajas es para este tipo de recubrimientos aprox.  $50 \text{Kgmm}^{-2}$  [13], es decir, una resistencia del orden de 160MPa para el 8% de deformación, que, suponiendo de nuevo  $n \approx 0,3$ , nos da  $170 < \sigma_c < 240 \text{MPa}$ . De acuerdo con lo expuesto en el apartado 4.1, la estimación precedente es un límite superior para la tensión crítica de agrietamiento intergranular. La expresión equivalente a (3) puede obtenerse fácilmente también para el caso de anisotropía normal e isotropía plana, usando el criterio de Hill [14]. El valor del índice de anisotropía del recubrimiento es muy inferior a la unidad.

### 5.2. Propagación del agrietamiento intergranular y nucleación de la descohesión interfacial

La nucleación o no de descohesión interfacial al acercarse las grietas intergranulares del recubrimiento a la intercara zinc-acero indica grandes diferencias de adherencia entre los recubrimientos. En régimen elástico, la tensión máxima de descohesión interfacial perpendicular al avance de una grieta intergranular es, para grietas enromadas, 1/5 de la tensión máxima local de descohesión intergranular (Cook y Gordon [15]) y el máximo ocurre a una cierta distancia del borde enromado. De acuerdo con observaciones como las de fig. 2, la intercara zinc-acero de algunas chapas sería cinco veces más débil que la resistencia intergranular del zinc para juntas de flexión alrededor del eje [0001]. En ningún caso se han observado fases intermetálicas frágiles ( $\Gamma$ ) en la intercara, pero sí se han detectado mediante TEM diferencias estructurales y de continuidad entre las capas delgadas de aleación Fe-Al-Zn de las chapas de la fig. 2 [16]. En concreto, en la chapa D, en la que, de acuerdo con la fig. 6 y la Tabla 1, las grietas superficiales y las sub-superficiales parecen haber nucleado

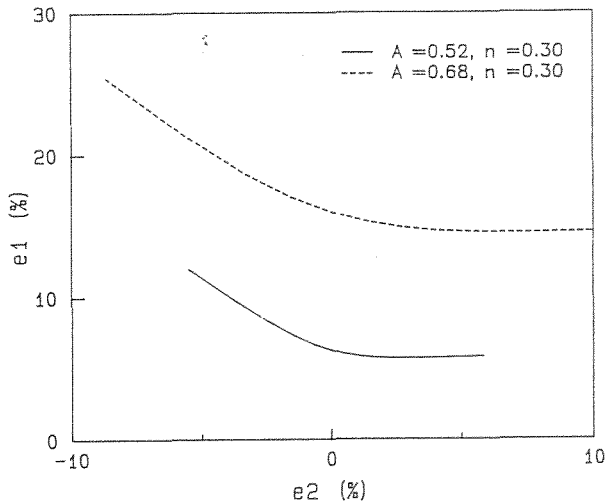


Fig. 7. Curvas CLD calculadas suponiendo agrietamiento nucleado por una tensión principal crítica (ec. (3)).

antes del límite elástico, la capa de aleación interfacial es discontinua y de grano grueso, mientras que en la chapa I, en que la nucleación del agrietamiento parece ocurrir claramente dentro del régimen plástico, se observó una capa continua y de grano fino de aleación Fe-Al-Zn. En este caso, puede estimarse que la resistencia intergranular es a lo sumo  $(2+\pi)/\pi \approx 1,64$  veces la resistencia interfacial (relación de tensiones máximas normales y transversales al plano de una grieta enorme de material perfectamente plástico en modo I, [14]), puesto que no ocurren despegues interfaciales hasta después de que la grieta intergranular es detenida por la intercara. En términos de energía de adhesión interfacial, puede concluirse que la de la chapa D es menor que un décimo de la energía de cohesión intergranular [8,17]. La estimación de valores absolutos requiere datos sobre el comportamiento plástico de películas con fuerte textura basal (podrán obtenerse por solidificación rápida [2]) y valores de la energía de cohesión de fronteras de flexión según [0001] para zinc de similar pureza (Zn-0,16%Al).

5.3. Propagación de la descohesión interfacial (despeque del recubrimiento)

Desde el momento en que comienza a ocurrir propagación interfacial a partir de una rotura intergranular transversal al plano de la chapa, la superficie despegada deja de deformarse simultáneamente con el sustrato. La abertura superficial,  $\delta$ , está relacionada con el agrietamiento subsuperficial,  $a$ , en primera aproximación (y para  $a > t$ , siendo  $t$  el espesor), a través de

$$\delta = \delta_0 + 2 \int_0^{\epsilon} a d\epsilon \tag{4}$$

si  $\delta$  corresponde a una dirección de extensión y donde  $\delta_0$  es el COD de la grieta intergranular en el momento de la nucleación del despeque,  $\epsilon_d$ . En general, salvo en la cercanía de  $\epsilon_d$ ,  $\delta_0$  podrá desprejarse. Teniendo en cuenta que la nucleación del agrietamiento intergranular no es simultánea en todas las juntas sino que existe una distribución estadística de intensificaciones de tensión en la redícula intergranular, el

número de grietas subsuperficiales por unidad de longitud (en la dirección de extensión) variará en el intervalo

$$0 \leq N_L(\epsilon) \leq 1/D \tag{5}$$

siendo  $D$  el tamaño de grano del zinc. La relajación elástica de la longitud de recubrimiento despegada provee la energía para la pérdida de adhesión. La propagación es estable, de acuerdo con la fig. 6.

Si la nucleación fuera inmediata a la deformación y todas las juntas estuvieran abiertas simultáneamente en la proximidad del límite elástico,

$$f_d = \delta/D = (\delta_0 + 2 \int_0^{\epsilon} a d\epsilon) / D \tag{6}$$

y en este caso podemos relacionar fácilmente las medidas de daño superficial con la pérdida de adherencia sub-superficial.

$$df_d / d\epsilon = 2a / D - f_d \tag{7}$$

Teniendo en cuenta la ecuación (2):

$$a/D = [f_d + (1-f_d)(1-K)(d\epsilon/d\epsilon_s)] / 2 \tag{8}$$

es decir, que para un recubrimiento con débil cohesión intergranular e interfacial ( $\epsilon_u = \epsilon_d = 0$ ),

$$a(\epsilon \rightarrow 0) = D_0 (1-K)(d\epsilon/d\epsilon_s) / 2 \tag{9}$$

Para el material D (tabla 1), estirado a tracción, resultaría a  $(\epsilon \rightarrow 0) = D_0(1-K) = 119 \pm 16 \mu\text{m}$ , situación no muy lejana a la observada ( $DN_L(\epsilon \rightarrow 0) \approx 0,5$ , de acuerdo con la fig. 6).

En el extremo opuesto de comportamiento, si  $\epsilon_d > \epsilon_u > 0$ , es decir, en un recubrimiento resistente y con buena cohesión interfacial, la pérdida de adherencia ocurre con un recubrimiento ya deformado plásticamente. Teniendo en cuenta el débil endurecimiento del zinc si se excluyen las deformaciones pequeñas, es razonable admitir la aproximación de que la propagación subsuperficial será casi instantánea tras la nucleación y poco dependiente de la deformación  $\epsilon_d$  a la que ocurra. De acuerdo con esto,

$$f_d = 2a_0 \int_0^{\epsilon} \left( \frac{dN_L}{d\epsilon_d} \right) [\exp(\epsilon - \epsilon_d) - 1] d\epsilon_d, N_L \leq 1/D \tag{9}$$

es decir, que la evolución del daño refleja en este caso la nucleación del despeque interfacial. Este comportamiento es el observado en la chapa I. Si el despeque ocurriera simultáneo con el agrietamiento intergranular,

$$\epsilon_u = \epsilon_d, N_L = 1/D(\epsilon_u),$$

tendríamos

$$(df_d/d\epsilon)_{\epsilon_d = \epsilon_u} = 1-K \approx 2a_0/D,$$

que para la chapa I resulta  $a_0 \approx 65 \mu\text{m}$ , de acuerdo con la Tabla 1. Este valor es muy superior al observado ( $\sim 10 \mu\text{m}$ ), por lo que, de acuerdo también con las observaciones cualitativas (fig. 2), es necesario suponer que sólo una pequeña fracción de las grietas intergranulares provocan despegues ( $1-K \approx 2a_0 N_L, N_{LD} \approx 8$ ) o que esos despegues ocurren muy gradualmente.

## REFERENCIAS

- [1] Wall, N.J., Spittle, J.A. y Jones, R.D., "The crystallography of the spangle of hot dipped galvanized coatings on mild steel strip", Proc. 14<sup>th</sup> Int. Conf. on Hot Dip Galvanizing, C/1-6, Munich (1985).
- [2] Spittle, J.A. y Brown, S.G.R., "Texture development in hot dip coatings on galvanized sheet steel", Proc. 3<sup>rd</sup> Int. Zinc Coated Sheet Conference, S4K/1-9, Barcelona (1991).
- [3] Harding, W.B. y Di Bari, G.A, eds, "Testing of Metallic and Inorganic Coatings", ASTM STP n°947. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA (1987).
- [4] Grnostajski, J.Z. y Ghattas, M.S., "Controlling Sheet Metal Processes", (Proc. 15<sup>th</sup> Biennial Congress, IDDRG), p. 49, 1988.
- [5] Gronostajski, J.Z., Proc. 16<sup>th</sup> Biennial Congress, IDDRG, Borlange (Suecia), 1990.
- [6] Schedin, E., Karlsson, S. y Melander, A. Proc. 14<sup>th</sup> IDDRG Congress, p. 560. Colonia (Alemania), 1984.
- [7] Sellars, C.M., "Quantitative Metallography", Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Curso Máster, 1981 (revisado en 1986).
- [8] Kendall, K., "The Adhesion and Surface Energy of Elastic Solids", J. Phys. D: Appl. Phys., 4, 1186-1195 (1971).
- [9] Hu, M.S. y Evans, A.G., "The Cracking and Decohesion of Thin Films on Ductile Substrates", Acta Metall., 37, 917-925 (1989).
- [10] Evans, A.G., Rühle, M., Dalgleish, B.J. y Charambalides, "The Fracture Energy of Bimaterial Interfaces", Metall. Trans.A, 21A, 2419-2429 (1990).
- [11] Lambropoulos, J.C. y Wan, S.M., "Stress Concentration along Interfaces of Elastic-Plastic Thin Films", Mater.Sci.Eng., A107, 169-175 (1989).
- [12] Suk-Wan Pak y Meshii, M., "Analysis of Cracking Behaviour of Electro galvanized Coatings". "Zinc-Based Steel Coating Systems: Metallurgy and Performance", G. Krauss y D.K. Matlock, eds., The Metallurgical Society (TMS), Warrendale, Pa. (USA), 1990.
- [13] Deits, S.H. y Matlock, D.K., "Formability of Coated Sheet Steels: an Analysis of Surface Damage Mechanisms". Idem. ref. [12].
- [14] Hill, R., "The Mathematical Theory of Plasticity", Clarendon Press, Oxford (UK), 1950.
- [15] Cook, J. y Gordon, J.E., Proc. R. Soc., A282, 508 (1964).
- [16] Laverde Cataño, D. "Interfase entre Recubrimientos de Zinc y Acero Base de Chapas Galvanizadas en Caliente". Encuentros en la Interfase", publicación interna, Dto. de Materiales, CEIT, San Sebastián, Junio 1991.

## INVESTIGACION DE LA ROTURA DE PIEZAS DE ZAMAK-5 PARA LA INDUSTRIA DEL AUTOMOVIL

E.J. Herrera, L. Soria y J.M. Gallardo

Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales  
E.T.S. de Ingenieros Industriales, Universidad de Sevilla  
Avda. Reina Mercedes, s/nº. 41012 Sevilla

**Resumen.** Se habían observado, tras su montaje, roturas prematuras de piezas de aleación de zinc (Zamak-5) correspondientes al sistema de bloqueo de la dirección de automóviles. Estas piezas van abrochadas al tubo que circunda el eje de dirección por intermedio de un tornillo de apriete. Algunas de estas piezas habían roto al cabo de pocos minutos de ser tensionadas. Se ha realizado la diagnosis del fallo, efectuando los correspondientes exámenes fractográficos, metalográficos, ensayos END, etc. Se ha llegado a la conclusión de que las fracturas pueden atribuirse a factores de material y de diseño. Desde este último punto de vista, se sugiere la sustitución de las aristas vivas, por las que se inicia el fallo, por otras con un mayor radio de acuerdo. En cuanto al material, se aconseja el control de las condiciones del procesado de fundición por presión, evitando, en particular, el exceso de porosidad y la aparición de estructuras groseras.

**Abstract.** Early failures of Zamak-5 alloy parts belonging to automotive anti-theft device (steering lock) had occurred. These components are clamped to a tube encasing the steering-axle by a tightening screw. Some parts had fractured just a few minutes after fastening. Failure analysis -fractography, destructive and non-destructive testing, etc.- has been carried out. It is concluded that fractures are due to the combined effect of defected material and design. Concerning last point, it is suggested to substitute sharp edges, in fractured region, for smooth ones. With regard to soundness of material, it is recommended to control die-casting processing, so as to obtain components free of both excessive porosity and coarse structures.

### 1. INTRODUCCION

En una planta de componentes de automóviles se habían observado, en ocasiones, roturas prematuras de piezas de aleación de zinc (Zamak-5) correspondientes al sistema de bloqueo de la dirección. Estas piezas van abrochadas al tubo que circunda el eje de dirección por intermedio de un tornillo de apriete. Según se nos indica, algunas de estas piezas se habían roto al cabo de pocos minutos de ser tensionadas con el tornillo.

Se nos aportan para su estudio las dos partes de una pieza rota (en realidad no existía un buen acople entre ambas, por lo que, posiblemente, procedían de dos unidades rotas diferentes), así como, a efectos comparativos, una pieza ya abrochada al tubo por el tornillo, que no ha sufrido rotura. Además, se nos suministran 11 piezas sin montar, para la realización de los ensayos pertinentes.

### 2. OBSERVACIONES VISUALES

La inspección visual de la pieza rota, en el caso aquí estudiado, como, en general, en toda diagnosis de fallos, constituye un paso primario que, aunque aparentemente simple, es fundamental, junto con el historial de la pieza y del sistema de trabajo, para el inicio de toda investigación.

En la figura 1 se muestra una fotografía parcial de la pieza, con indicación del lugar por el que ocurre la rotura. La fractura se produce a través de una zona reentrante, con un pequeño radio de acuerdo (aproximadamente igual a 0,5 mm) entre las secciones adyacentes. Otra perspectiva de la pieza estudiada, con una visión más completa del sistema de bloqueo de la dirección del automóvil, puede contemplarse en la figura 2.

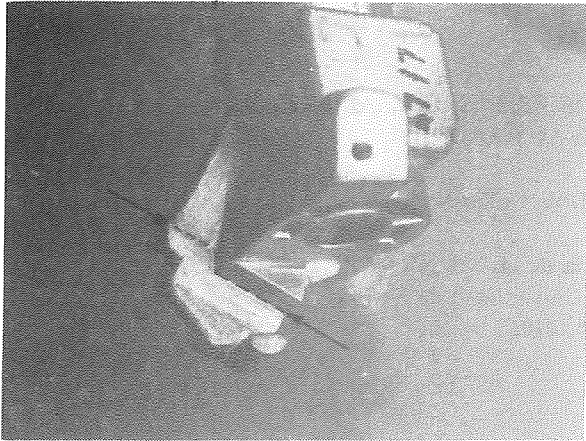


Fig. 1. Vista de la pieza estudiada, en la que señala el lugar por el que ocurre la rotura.

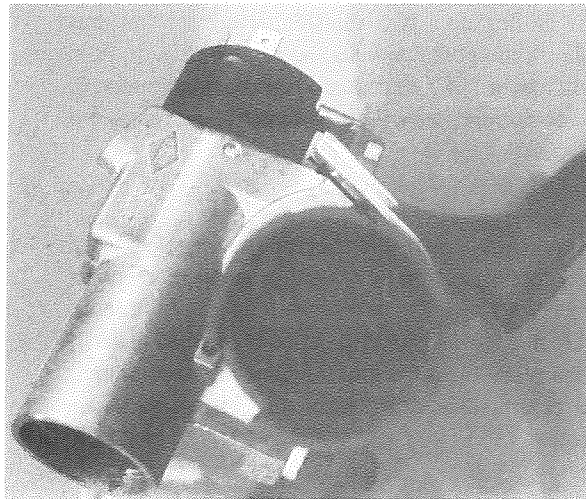


Fig. 2. Conjunto del bloqueo de la dirección, con indicación de la zona de rotura.

Por otra parte, las superficies fracturadas muestran un aspecto granular, típico de fractura frágil, y signos de abundante presencia de porosidad.

### 3. PARTE EXPERIMENTAL Y RESULTADOS

#### 3.1. Análisis químico.

Se ha analizado, por absorción atómica, el material de la pieza rota y de la pieza montada sin fallar. Los resultados se recogen en la tabla 1. En dicha tabla se ha incluido, asimismo, el margen de composición química especificado para esta aleación (Zamak-5), moldeada por inyección, por las normas ASTM B 86 [1] y UNE 37.306 [2], respectivamente.

Tabla 1. Composición química de la pieza rota, de la pieza montada sin fallar y valores especificados por las normas ASTM B 86 (Alloy AC41A) y UNE 37.306 (ZnAlCu 4-1), respectivamente, para esta aleación.

Material	P. rota	P. sin fallar	Alloy AC41A	ZnAlCu 4-1
Zn (%)	Resto	Resto	Resto	Resto
Al (%)	4,3	4,2	3,5-4,3	3,9-4,3
Cu (%)	0,87	0,94	0,75-1,25	0,75-1,25
Mg (%)	0,016	0,013	0,03-0,08	0,03-0,06
Fe (%)	0,008	0,016	0,1 (máx)	0,75 (máx)
Cd (%)	0,004	0,003	0,004 (máx)	0,005 (máx)
Pb (%)	0,0037	0,0033	0,005 (máx)	0,005 (máx)
Sn (%)	N.D.	N.D.	0,003 (máx)	0,002 (máx)

Puede observarse en la tabla 1 que todos los elementos analizados, excepto el magnesio, se encuentran dentro de las especificaciones. El magnesio, sin embargo, con un contenido del 0,013%, tanto en la pieza rota como en la no fallada, se encuentra por debajo del límite inferior (0,03% Mg) señalado en las normas ASTM y UNE. Estas aleaciones de zinc, deficientes en magnesio, con contenidos de plomo, cadmio y estaño superiores a ciertos valores, son susceptibles a un ataque subsuperficial conocido como corrosión intercrystalina o corrosión intergranular [3]. Por eso, el contenido máximo de estas impurezas viene regulado en las normas anteriores [1,2] y en otras, tales como la DIN [4], que, en el caso de este material, se trata del Werkstoff-Nr. 2.2141.

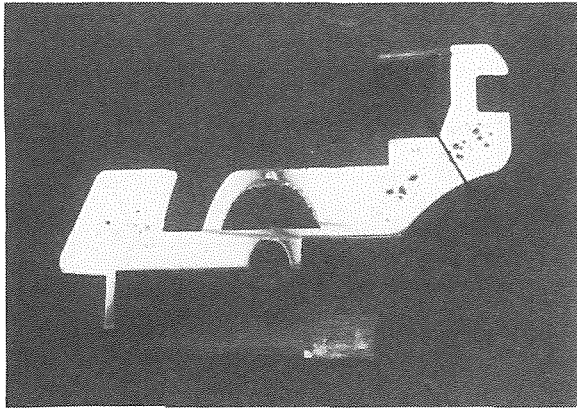
#### 3.2. Ensayos radiográficos.

Las 11 piezas recibidas sin montar fueron radiografiadas con rayos X (120 KW, 2,5 mA, distancia 350 mm, exposición de 2,5 min), con el fin de detectar posibles defectos internos de fundición.

En todas las piezas ensayadas se observó abundante porosidad, de distribución irregular.

Por otra parte, la abundante presencia de porosidad y su distribución irregular, se pone también claramente de manifiesto por procedimientos metalográficos, en secciones pulidas de muestras cortadas. Esto puede contemplarse en la figura 3, en la que, además, puede observarse que un buen número de poros está concentrado, precisamente, en zonas cercanas a la de rotura.





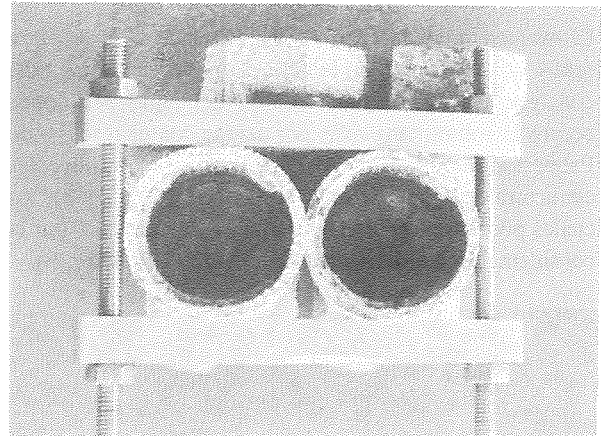
**Fig. 3.** Sección pulida de la pieza en la que se aprecia abundante porosidad, fundamentalmente en la sección de rotura, señalada por flechas

### 3.3. Ensayos de corrosión.

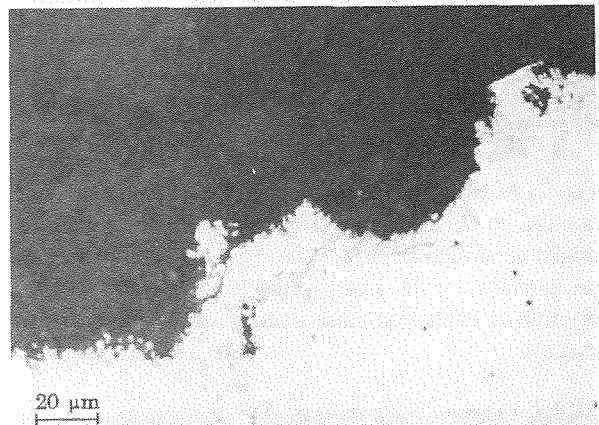
Es sabido que estas aleaciones de zinc deficientes en magnesio, o con contenido de impurezas (plomo, cadmio y estaño) superior al admitido en normas, son susceptibles a un ataque intercrystalino en ciertas atmósferas, especialmente en las húmedas y calientes, particularmente en presencia de cloruros [3].

Puesto que el contenido de magnesio de las piezas es algo inferior a lo especificado en normas (Apartado 3.1), se ha llevado a cabo con la pieza rota y con una no fallada un ensayo clásico de determinación de la susceptibilidad de estos materiales a este tipo de corrosión. El ensayo [5] consiste en exponer las piezas durante 10 días en aire saturado con vapor de agua a la temperatura de 90°C. Las piezas que no experimentan daño al finalizar esta prueba se consideran resistentes a la corrosión intergranular.

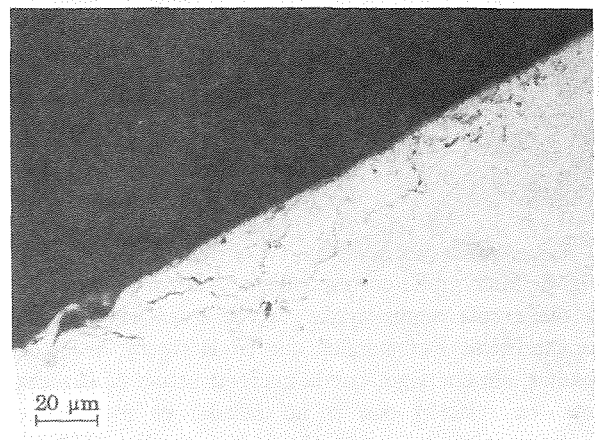
En el ensayo efectuado se han aplicado, además, tensiones de tracción y compresión a ambas piezas por medio de una prensilla. En la figura 4 se muestra el aspecto general del conjunto piezas-prensilla tras el ensayo. Desde el punto de vista de la corrosión general no se aprecian diferencias de comportamiento entre ambas. El examen metalográfico de secciones de las dos piezas sometidas a tensión durante el ensayo revela la existencia de corrosión intercrystalina, que penetra hasta una profundidad de 0,08 mm. No se observan diferencias en cuanto a la intensidad del ataque entre las dos piezas, ni tampoco entre las zonas sometidas a tracción y a compresión (Figs. 5 y 6). En cualquier caso, la aparición de este pequeño ataque intergranular no justifica las roturas súbitas sufridas en fábrica.



**Fig. 4.** Aspecto general del montaje utilizado en el ensayo de corrosión al vapor.



**Fig. 5.** Micrografía de la superficie de la pieza no fallada, sometida a compresión en el ensayo de corrosión realizado. Se aprecia ataque intercrystalino.



**Fig. 6.** Micrografía de la superficie de la pieza rota, sometida a compresión en el ensayo de corrosión realizado. Se aprecia ataque intercrystalino.

### 3.4. Ensayos metalográficos.

El examen metalográfico de las estructuras de la pieza rota y de una que no ha fallado, en posiciones similares, concretamente en la zona central del lugar por donde ocurre la rotura, reveladas por ataque con el reactivo de Palmerton modificado [6], muestra los constituyentes estructurales típicos de estas aleaciones (Figs. 7 y 8), los cuales pueden interpretarse, de forma aproximada, por la consideración del diagrama binario Zn-Al [7] (Fig. 9).

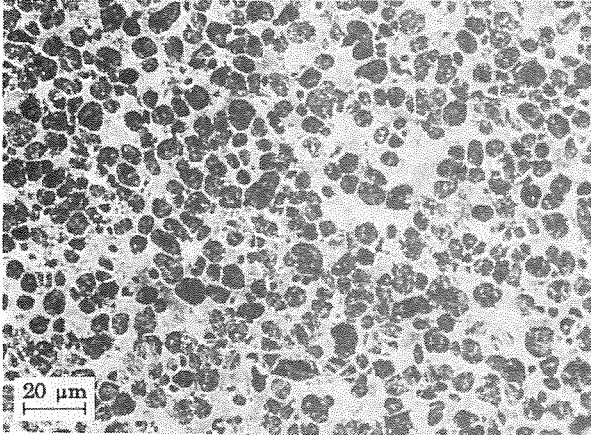


Fig. 7. Micrografía correspondiente a la zona interior de la pieza no fallada suministrada. Se observan cristales de origen dendrítico de la fase (Zn), en cuyo interior existen precipitados, y la matriz eutéctica. (Ataque con el reactivo de Palmerton modificado. Iluminación en campo oscuro).

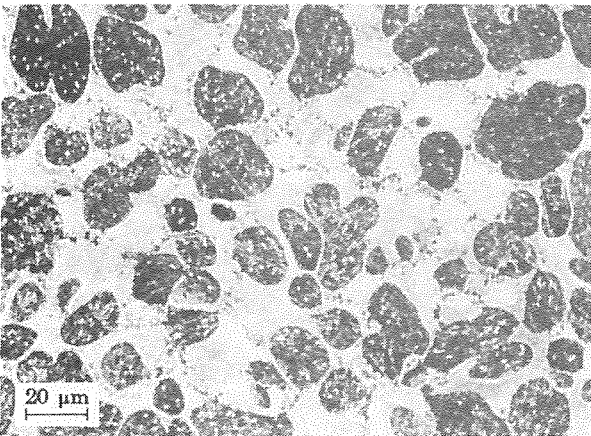


Fig. 8. Micrografía correspondiente a la zona interior de la pieza rota suministrada. Se observan las mismas características estructurales que en la figura 7. Es de resaltar, sin embargo, que la microestructura de la pieza rota, en relación con la no fallada, es más basta, presentando un mayor tamaño de los cristales primarios y un eutéctico laminar bien manifiesto. (Ataque con el reactivo de Palmerton modificado. Iluminación en campo oscuro).

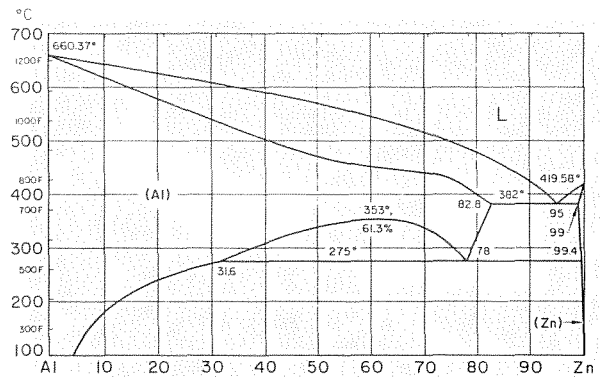


Fig. 9. Diagrama binario Al-Zn [7].

Las aleaciones, en efecto, solidificarían por formación de cristales primarios, de origen dendrítico, de una solución sólida rica en zinc, de estructura hexagonal compacta, (Zn), y una matriz eutéctica, formada por (Zn) y una solución sólida de menor contenido en zinc y estructura cúbica centrada en las caras, (Al)<sub>2</sub>. Esta fase (Al)<sub>2</sub> se transformaría, al enfriar por debajo de 275°C, en virtud de una reacción monotectoide, en (Zn) y una solución sólida (Al)<sub>1</sub>, de estructura cúbica centrada en las caras y rica en aluminio. (Debe mencionarse que, en algunos textos [8], se designa, con poca precisión, a esta reacción invariante como transformación "eutectoide"). La fase (Al)<sub>1</sub> solubiliza un menor contenido de zinc al disminuir la temperatura, dando lugar a la precipitación de la fase (Zn); asimismo, la fase (Zn) también disminuye su solubilidad para el aluminio con la temperatura. En las aleaciones comerciales coladas a presión, debido a la rapidez del enfriamiento, se suprimen, al menos parcialmente, las reacciones que tienen lugar por debajo de unos 300°C. Posteriormente, tienen lugar los fenómenos de precipitación por envejecimiento a la temperatura ambiente o a temperaturas ligeramente superiores. Pueden, en efecto, observarse, en las figuras 7 y 8, cristales primarios de la fase (Zn), dentro de la cual existen precipitados de segundas fases, y la matriz eutéctica. En el caso de las aleaciones Zamak-5, que contienen alrededor de 1% Cu, a los precipitados anteriores se unirían otros conteniendo este metal.

La microestructuras correspondientes a la pieza no fallada (Fig. 7) y a la pieza rota (Fig. 8) son bien distintas. En la pieza rota los cristales primarios son manifiestamente mayores y la estructura, en general, más basta que en la pieza sin fallar. La finura de esta última estructura, obtenida, probablemente, con una mayor velocidad de enfriamiento, debe traducirse en una mayor resistencia mecánica y tenacidad.

3.5. Ensayos de choque.

Utilizando miniprobetas, sin entalla, de dimensiones aproximadas 3 x 3 x 60 mm, se han realizado ensayos de resiliencia con el péndulo Charpy. Las probetas fueron preparadas con material procedente de (a) una de las piezas sin usar, (b) la pieza montada sin fallar, y (c) la pieza rota (estas dos últimas piezas habían sufrido previamente el ensayo de corrosión). Los valores resultantes de los ensayos de choque se recogen en la tabla 2. Estos valores son bajos, ya que, en probetas cuadradas de 6,35 mm de lado, coladas a presión, cabe esperar una energía absorbida de 65 J [1]. Por otra parte, desde un punto de vista comparativo, es bien manifiesto que la pieza fallada tiene una tenacidad (1,0 J) claramente inferior a la de las piezas sin usar y no fallada (4,4 y 5,9 J, respectivamente). Estos valores confirman la influencia perniciosa de la porosidad y, en particular, de una estructura basta (Fig. 8) sobre la tenacidad.

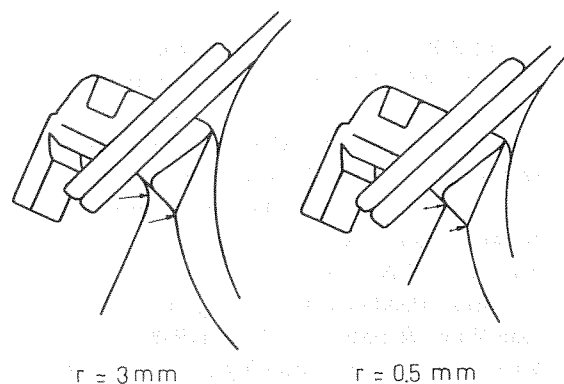
**Tabla 2.** Resultados de los ensayos de choque efectuados con miniprobetas procedentes de tres piezas diferentes de Zamak-5 (Valores medios de dos ensayos).

Material	Energía absorbida, J
Pieza sin usar	4,4
Pieza sin fallar	5,9
Pieza rota	1,0

4. COMENTARIO FINAL Y CONCLUSIONES

En base al estudio realizado y los datos disponibles, la rotura de las piezas de Zamak-5 puede atribuirse a factores de diseño y del material.

Desde el punto de vista del diseño, las aristas vivas (radio ≈ 0,5 mm) por las que se inicia la rotura (Figs. 1 y 2) deben modificarse en el sentido de redondearlas hasta el máximo que permitan las condiciones de uso, es decir, introduciendo un radio cercano a 3 mm (Fig. 10). Este factor es de gran importancia para aminorar el riesgo de rotura. En efecto, es bien sabido que en los lugares de pequeño radio tiene lugar una concentración de las tensiones aplicadas que, en el caso aquí investigado, son de tracción. Un mayor radio de acuerdo no sólo disminuiría el factor de concentración de tensiones, sino que, además, sería beneficioso para lograr una mayor homogeneidad estructural y tensional de la pieza en su proceso de fabricación.



**Fig. 10.** Esquema en el que se detalla el diseño actual (derecha) y el sugerido (izquierda) de la zona por donde se origina la fractura.

Por otra parte, el material presenta (i) una ligera desviación en la composición química (el contenido de magnesio se encuentra por debajo del especificado en normas), y, especialmente, (ii) una abundancia de porosidad. Se diría que el material posee unos límites mínimos de resistencia mecánica y es suficiente una alteración, en sentido negativo, de su estructura (aparición de una estructura basta) para originar la rotura.

En consecuencia, además del cambio del radio de las aristas, se recomienda (a) que se mantenga el contenido de magnesio cercano a 0,04% Mg, dentro de los límites marcados por la norma UNE [2], y, (b) en particular, que se controle el proceso de fabricación para evitar exceso de porosidad y la obtención de estructuras groseras.

Son numerosos los parámetros del procesado por fundición a presión, que pueden contribuir a la obtención de piezas de Zamak-5 sanas, con poca porosidad y estructura fina, incluidos aspectos puramente mecánicos como el diseño del molde y el conjunto del sistema de inyección [9], pero debe resaltarse la importancia de una buena práctica de fusión, con un buen control de la temperatura de colada, entre 395 y 425°C [10] y un mínimo de agitación del caldo, para no atrapar aire en su interior, que posteriormente originaría porosidad. A su vez, el sobrecalentamiento puede causar pérdidas de magnesio por oxidación [9], la aparición de microestructuras bastas, y contribuir, asimismo, a la presencia de porosidad, efectos, todos ellos, no deseables.

## REFERENCIAS

- [1] ASTM B 86, "Zinc-Alloy Die Castings".
- [2] UNE 37.306, "Piezas Coladas a Presión en las Aleaciones de Zinc".
- [3] "Forging and Casting", ASM Metals Handbook, 8th Edition, Vol. 5, p. 302, ASM, Metals Park, Ohio.
- [4] DIN 1743 T 2, "Feinzink-Gußlegierungen; Gußstücke aus Druck-, Sand- und Kokillenguß".
- [5] Anderson, E.A., "Steam test for zinc", en The Corrosion Handbook (Ed. Uhlig, H.H.) p. 1023, John Wiley & Sons, New York (1948).
- [6] Vander Voort, G.F., "Metallography. Principles and Practice", p. 700, MacGraw-Hill Book Company, New York (1984).
- [7] "Metallography, Structures and Phase Diagrams", ASM Metals Handbook, 8th Edition, Vol. 8, p. 265, ASM, Metals Park, Ohio.
- [8] Avner, S.H., "Introduction to Physical Metallurgy", 2nd Edition, p. 533, McGraw-Hill Book Company, New York (1974).
- [9] "Casting", ASM Metals Handbook, 9th Edition, Vol. 15, pp. 786-797, ASM International, Metals Park, Ohio.
- [10] "Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials", ASM Metals Handbook, 10th Edition, Vol. 2, p. 534, ASM International, Metals Park, Ohio.

## DAMAGE TOLERANCE ANALYSIS IN CRITICAL ENGINE COMPONENTS

C. Moura Branco, CEMUL, Lisbon University of Technology,  
1096 Lisbon Codex, Portugal

**Abstract.** In the military aircraft field the retirement for cause approach (RFC) is now used to assess the fatigue behaviour of critical components of gas turbine engines. These critical components include turbine and compressor disks.

The paper describes the application of the RFC approach in critical engine components of a turbofan engine. Results of fatigue life predictions are presented. Fatigue crack growth data obtained in laboratory specimens taken from the actual components was used in the analysis. Typical mission profiles of the engines were introduced in the fatigue life program. For each critical component inspection curves were obtained for different mission profiles and counting methods. The results have shown that the rainflow method gave slight pessimistic results for crack growth prediction from an initial flaw.

## 1. INTRODUCTION

For some of the engines of the Portuguese Air Force fleet a RFC approach is being applied. The main objectives of this programme are to increase the potential fatigue life of critical components (compressor and turbine disks) and establish safe inspection intervals. The following tasks were carried out:

- Definition of the appropriate mission profiles of the engines
- Definition of load spectra for each critical component
- Definition of mechanical properties including fatigue crack growth data for the materials and components

- Computer simulation of fatigue crack growth behaviour in the critical components

The list of critical components was supplied by the manufacturer of the engine (1). The potential fatigue life for crack initiation was also given and this was obtained from a low cycle fatigue analysis. Life for crack initiation was defined as the number of cycles or equivalent usage in hours, to develop a crack with a depth of approximately 0.8mm (0.025 in.). The traditional maintenance philosophy imposes that when a crack is detected in a particular component with a size at or below 0.8mm, depending on the detectability limit, all the remaining components of the same type in service should be retired.

This approach is uneconomical since in most cases components without damage and still with a great fatigue potential will be retired from service.

In the RFC approach a damage tolerance analysis is carried out in each component and if a flaw is detected a fatigue crack growth analysis is carried out and a decision is made about to scrap that component or put it back in service till the next inspection. The number of cycles for the next inspection is called the reusage interval (2) and its value is obtained by computer simulation of the fatigue crack growth life, i.e. the life that a crack with a size below the NDE inspection detectability would take to reach a detectable size using the appropriate non destructive testing method. The fatigue life prediction method is based on Fracture Mechanics.

The turbine and compressor disks of the engine can be seen in Fig.1 which shows a longitudinal view of the engine.

Details about operational rotational speeds and temperature distribution were obtained in previous work and are reported in (3).

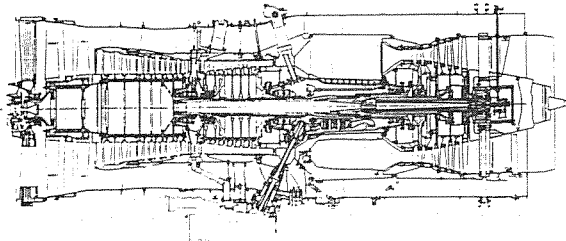


FIG.1 Longitudinal inside view of the turbfan engine

In this paper results of a fatigue life prediction of crack growth in one of the critical components of the engine shown in Fig.1 are presented. The analysis does not take into account load interaction effects and is based on a typical mission mix load spectra.

## 2. RESULTS AND DISCUSSION

### Mission profiles

Mission analysis was able to identify severe typical mission profiles. Each mission was defined for this purpose by a mission profile where rotational speed of the engine is plotted against number of loading blocks. Each block has a certain number of

cycles referred to speed variations of the engine. An example of a mission profile is plotted in Fig.2. In the vertical axis the percentage of rpm is referred to 100% rpm which is equal to 9915 rpm in the cool area of the engine and 15217 rpm in the hot area of the engine. Typical mission type intervals range between 1.5 and 2 hours. The cycles in Fig.2 were computed by the cycle counter monitor fitted in the planes.

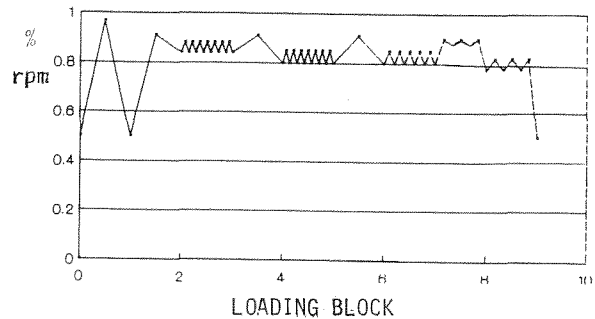


FIG.2 Mission profile low level navigation and ground attack

From the mission profiles a mission mix was established attributing certain percentages of usage to each mission profile type. The resulting mission mix is supposed to represent the combined mission profile of the engine for a certain number of total operating hours.

### Stress analysis

A detailed stress analysis was carried out in the critical components referred above. The stress values were obtained using the PAFEC 2DFE code. Only the mechanical stresses in the disks induced by the centrifugal forces of the disk rotation were computed. The mechanical stresses take about 80% of the total stresses due to temperature differentials and expansion gradients were not considered in the analysis. Work is presently in progress to compute these stresses. Hence in this work the total stresses in each element were obtained simply multiplying the mechanical stresses by a factor of 1.2. In Fig. 3 the FE mesh for the 3<sup>rd</sup> stage turbine disk is shown.

This FE analysis has confirmed the location of the critical stressed areas previously defined by the manufacturer (1, 2).

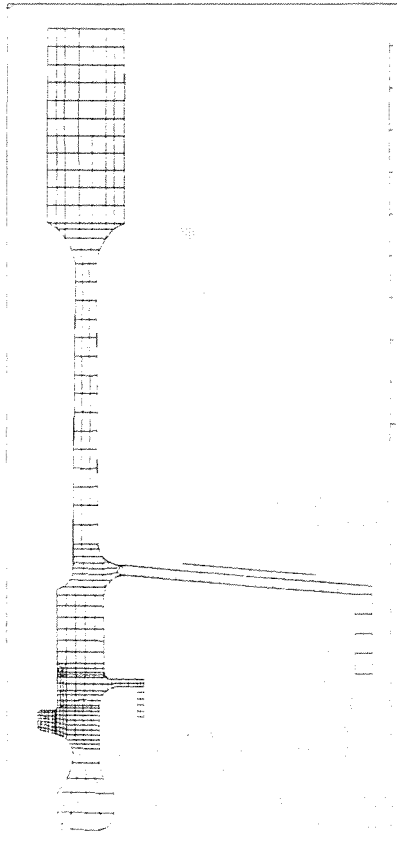


FIG.3 FE mesh for stress computation in the 3<sup>rd</sup> stage turbine disk

Experimental programme

Fatigue crack growth data was obtained for some of the materials of the critical components. The tests were carried out in CT and SENT specimens taken from used disks. Hence the fatigue crack behaviour of the material could be assessed taking into account the influence of prior fatigue damage introduced in the material. This approach was considered more realistic than to use specimens of the virgin material. Fig.4 shows the layout of CT specimens in the 2<sup>nd</sup> stage turbine disk. Wherever possible specimens were taken with the crack in the radial and tangential directions (Fig.4).

The materials tested included the nickel based superalloys IN718 and Incoloy 901, the Ti-6AL-4V alloy and two different types of martensitic stainless steels.

The fatigue crack propagation tests were conducted in accordance with the ASTM specification (4). A high stress ratio, R=0.5 was used in order to

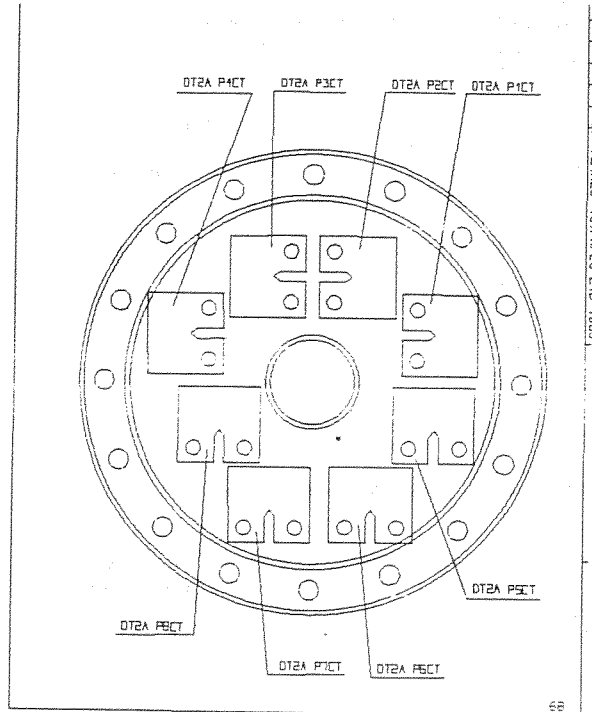


FIG.4 Layout of the CT specimens in the 2<sup>nd</sup> stage turbine disk

give a reasonable approximation of the mission profile load cycle. The testing frequency was 10Hz at constant amplitude loading with a sinusoidal load wave. The tests in the nickel based superalloys were carried out at 600°C in a closed loop computer controlled servo hydraulic fatigue testing machine fitted with a cam shell type resistance furnace. The temperature in the furnace was controlled by thermocouples and a temperature with controller was used to monitor the test temperature an accuracy of +/- 3°C.

Crack growth was monitored with a pulsed DC potential drop equipment fitted to the testing machine control system. The PD system is microcomputer controlled and was provided with appropriate software for data analysis (crack growth against number of cycles plot).

A calibration curve of the potential drop ratio, , against crack length was used to obtain the crack length values (5). This calibration curve was obtained at room temperature and the crack length readings were obtained optically. In the high temperature tests the AGARD recommended testing procedure was used (6), i.e. a reference specimen was fitted in the furnace to eliminate wrong readings of the potential drop ratio due to

temperature variations in the furnace. Using this method the calibration curve technique was shown not to depend of the testing temperature (7). The initial and final crack length values were also measured at the specimen fracture surface. A difference of 2-3% was found between the crack surface readings and the crack length values taken from the potential difference ratio curve.

Appropriate Paris Law curves were obtained for each material from the threshold region up to crack growth rates close to  $10^{-3}$ mm/cycle. These curves were used in the subsequent fatigue life predictions.

**Fatigue life prediction results**

The software developed for this application can predict the fatigue crack growth life of a certain defect propagating from an initial to a final crack size.

The first input of the program is the stress distribution at the location where the crack is due to grow. This is obtained from the results of the stress analysis FE program where a conversion is made of the rpm of the assumed mission profile into stress levels. For this purpose a linear elastic behaviour is assumed. At the same time the load spectra is introduced in the program by the user who defines the mission mix details. Then the cumulative frequency curves (stress level against number of cumulative cycles) are obtained with two possible counting methods included in the program; rainflow and peak to peak.

A library of simple stress intensity solutions was included in the program. This is now being updated to include more complex locations.

Finally a cycle by cycle integration of the appropriate Paris Law, without taking into account load interaction effects, is carried out and this gives crack length against number of cycles plots.

An example of the application of this fatigue life assessment program is given below for a quarter-circular crack located at the base of the 2<sup>nd</sup> stage turbine disk (Fig.5). The crack propagation plane shown in Fig.5 is cut through the disk and the principal stress acting is the tangential stress normal to the crack plane. The size of the initial crack was  $a=c=0.5$ mm. The Paris Law parameters experimentally obtained for In718 used material were  $m=3.22$  and  $C=1.82 \times 10^{-14}$  ( $Nmm^{-3/2}$ ; mm/cycle).

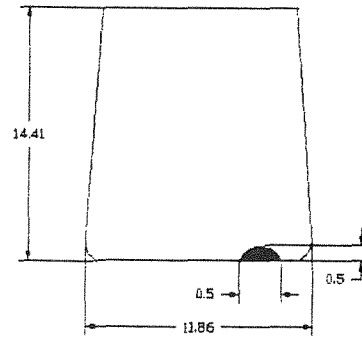


FIG.5 Defect and component geometry assumed in the analysis

The stress intensity factor solution was the Pickard formulation (8) for semi-elliptical surface cracks.

A mission mix with the highest probability of occurrence for a total fatigue life of up to 10 years was used. To assess the influence of the counting procedures on the fatigue damage, the crack growth curves were obtained using four methods

- rainflow method with the stress ranges set in increasing order in the cumulative frequency curve
- the same with the stresses decreasing
- the same with a random setting of stresses
- peak-to-peak method with the stress ranges set in increasing order

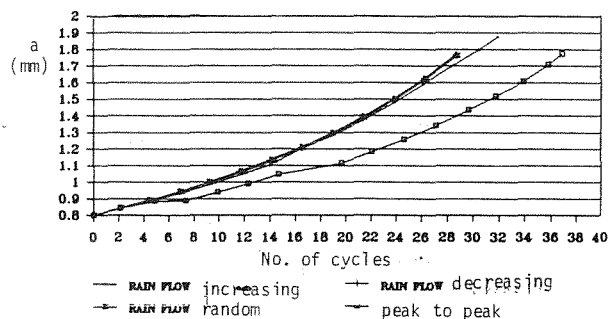


FIG.6 Comparative results of four counting and level set procedures for the crack in Fig.5

The fatigue crack growth curves can be compared in Fig. 6 for a crack growth from 0.8 to 1.8mm. It is seen that the rainflow method gives the more conservative results for the



fatigue life in comparison with the peak-to-peak method. The ordering of the stress ranges in the cumulative frequency curve does not look to have any sensible influence on the fatigue life. Anyway the rainflow method provides the best solution.

### 3. CONCLUSIONS

It was shown that the fatigue crack propagation life program developed to carry out a damage tolerance analysis of critical engine components is able to get safe results to compare the fatigue behaviour of the components and also to define inspection intervals in some of these components.

Experimental fatigue crack propagation data obtained in some materials and at service temperatures was shown to be in agreement with other results published in the literature.

Further development work is in progress for the analysis of individual missions and also to take into account load interaction effects.

### 4. REFERENCES

- (1) Harris, Jr., J. A., " Engine component retirement for cause", UTC, Pratt & Whitney Engineering Division, Final report for period up to 1987
- (2) Cruse, T.A., "Engine components", AGARD-AG-257, May 1980
- (3) Pires, J. C., " Fatigue life prediction in critical engine components", (in portuguese) MSc thesis, Lisbon University of Technology 1991
- (4) American Society for Testing and Materials, "Standard test method for measuring of fatigue crack growth rates", ASTM: E647-90, 1990
- (5) Policella, H., Banding, G. and Cailletand, G., "Mesure de longueur de fissure, deformation et endommagement par une technique de potential électrique", 60<sup>th</sup> Meeting of the Structures and Materials Panel, AGARD Specialists Meeting, San António, Texas, April 1985
- (6) Mom, A. J. A. and Raizenne, M. D., " AGARD engine disc cooperative test programme", National Aerospace Laboratory, NLR, The Netherlands, 1987
- (7) Wilkinson, C., "Development of pulsed DC crack propagation equipment ", RAE, Pyestock, England, Technical Memorandum, February, 1990
- (8) Pickard, A.C., "Stress intensity factors with circular and elliptic crack fronts determined by 3D finite element methods", Proc. Int. Conf. Numerical Methods in Fracture Mechanics, Ed. Pineridge Press, Swansea, U.K., 1984

### ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to acknowledge the financial support given by the Portuguese Air Force and AGARD (Project XP1) to carry out this study. Thanks are also due to Mr. J. C. Pires for the development of the software and also for this collaboration in the fatigue crack growth tests.

## INFLUENCIA DEL SHOT PEENING SOBRE LA RESISTENCIA EN FATIGA Y CORROSION BAJO TENSION

J.Y. THIEULEUX

METAL IMPROVEMENT COMPANY, INC.

Zone Industrielle de St Etienne  
64100 BAYONNE

## RESUMEN :

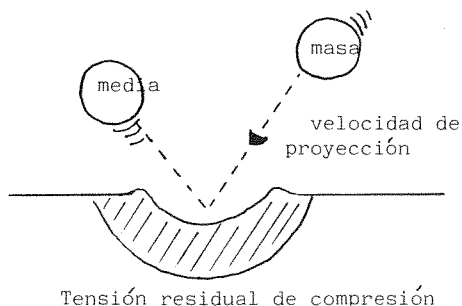
El shot peening por inducción de tensiones residuales de compresión y el mejoramiento del estado de superficie, es un factor importante del aumento de la resistencia a la fátiga y a la corrosión bajo tensión. Encontramos más y más este tratamiento de superficie en industrias diversas donde desempeña un papel a menudo indispensable por su interés técnico y por las ganancias de coste que engendra. El objetivo de esta ponencia está darle a conocer este tratamiento, demostrando su influencia sobre los materiales metálicos.

## ABSTRACT :

Shot peening is an important way to improve fatigue life and stress corrosion resistance by introducing residual compressive stresses and improving surface finishing. We meet it more and more frequently in various industries where it is filling an essential place due to its high technical and economical interest.

## 1 - INTRODUCCION

El shot peening es un tratamiento mecánico de superficie efectuado en temperatura ambiente. Por proyección de bolas sobre las piezas metálicas, se modifica el estado de superficie, la acritud y se introduce un campo de tensiones residuales de compresión.



## 2 - EQUIPOS UTILIZADOS POR EL SHOT PEENING

Son principalmente :

## 2.1 La bola

Puede ser de acero, de cerámica, de vidrio o de acero inoxidable y su índole, tamaño y forma deben estar controlados siguiente las especificaciones (ejemplo : MIL-S-13165C).

## 2.2 El separador

Para quitar las bolas que son fuera de las especificaciones.

## 2.3 La máquina

Con aire comprimado y boquillas o una turbina.

## 2.4 Herramientos

Para asegurar una buena posición de la pieza durante el tratamiento y para proteger las zonas que queremos sin impacto de bolas.

2.5 Recuperador y elevador

Permiten coleccionar las bolas despues el impacto sobre la pieza y ponerlas dentro del sistema de clasificacion y de proyeccion.

2.6 El control

Con equipos para verificar los caudales deseados, la velocidad de bola, tiempo de tratamiento y medio de inspeccion.

3 - PARAMETROS DE SHOT PEENING Y ESPECIFICACIONES

Los parametros normalizados para definir corectamente una operacion son :

- Norma pedida Por ejemplo  
MIL-S-13165C
- Tipo de bola, indole, tamaño, dureza MI 230 H
- Intensidad Almen 8 - 10 A
- Tasa de recubrimiento (lupa o trazador fluorescente) Peenscan
- Procedimiento cuando existe MIC 140802

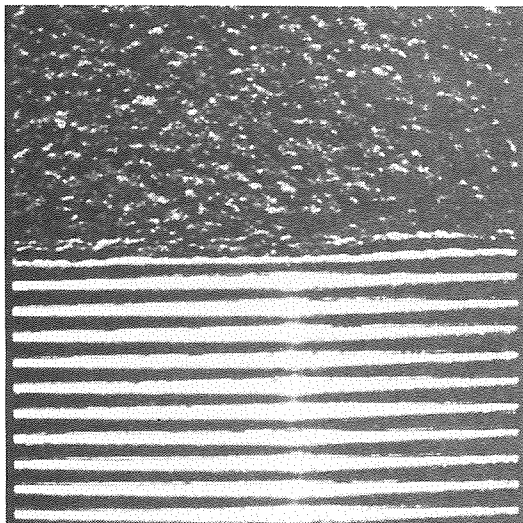
Esos parametros deben ser controlados perfectamente para asegurar una buena homogeneidad de las tensiones del shot peening y no tener defectos de superficie debido al tratamiento.

4 - EFECTOS DEL SHOT PEENING

4.1 Campo de utilizacion

Puede aplicarse practicamente a todos los materiales metalicos como las aleaciones de aluminio, los aceros al carbono, los aceros austeneticos, los bases niquel, el magnesio, el titanio, el bronce o laton, la fundicion y las soldaduras tambien. Pero no se puede aplicar de cualquier modo. Hemos visto rapidamente la importancia de los equipos, de los controles pero la eleccion de los parametros siguiente el material, el tratamiento termico, el tipo de mecanizacion, de sollicitacion y todas las caracteristicas mecanicas de la pieza son tambien muy importante.

4.2 Las marcas de mecanizacion



Las operaciones de mecanizacion desempeñan un papel muy importante para la resistencia a la fatiga siguiente el tipo de rugosidad (su forma y su valor), si las marcas tienen un sentido preferencial, elegiremos los parametros en fuccion de esos criterios. La figura 1 enseña la influencia del modo de preparacion sobre la resistencia a la fatiga de un acero 50 CV4 (UNE : F-1430). (Ref : 1).

Repère courbe	Préparation	Rugosité Ra µm
1	Brut de tournage	4,3
2	Brut de rectification	1,4
3	Tournage+Grenailage léger (S110-0,36 A)	2,2
4	Rectification+Grenailage léger (S110-0,36 A)	2,7
5	Tournage+Grenailage fort (S330-0,61 A)	4,4
6	Rectification+Grenailage fort (S330-0,61 A)	4,3

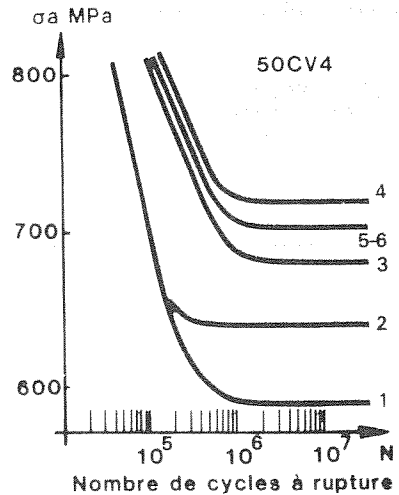


Fig 1 : Influence du mode de preparation previa sobre la resistencia en fatiga de un acero 50CV4 granallado segun GRANOTTIER.

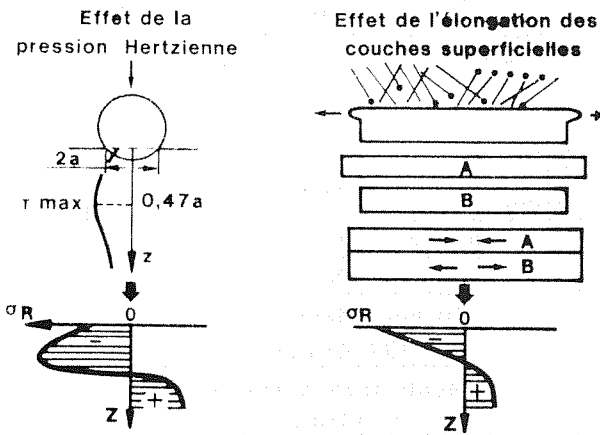
El objetivo aqui es de quitar las marcas de mecanizacion y de introducir compresiones residuales.

4.3 La tension residual

Durante el proceso de shot peening, los impactos repetidos de las bolas tienen dos efectos (Ref : 2).

CREATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES

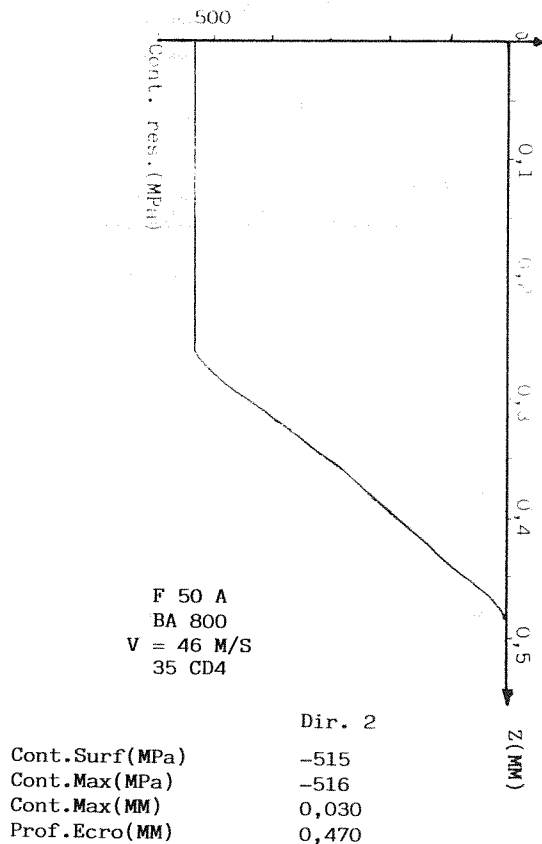
PAR GRENAILLAGE



El primero viene de la presión de Hertz que introduce una compresión máxima bajo la capa y el segundo viene de la elongación de las capas superficiales que introduce una compresión máxima en superficie.

4.4 Predicción de la tensión residual

Las tensiones residuales que vienen de la presión de Hertz se pueden modelizar (Ref : 3).



Existe un logicial de cálculo llamado "peens-stress" desarrollado por el E.N.S.A.M. para M.I.C. que permite modelizar la repartición de las tensiones residuales introducidas por granallado sobre diferentes materiales metálicos talles como aceros, aleaciones de aluminio, aleaciones base níquel y titanio en función del tipo de bola seleccionada y su intensidad Almen de granallado. (Fig.3). Este logicial permite hacer una estimación de la repartición de la tensión residual de compresión antes de tratar una pieza, entonces permite elegir muy facilmente los parámetros de shot peening en función de la tensión residual que quiere el departamento I + D (Investigación y Desarrollo).

5 - APLICACIONES

5.1 Aceros con altas características

Sin shot peening, la resistencia a la fátiga más elevada se obtiene con una dureza de unos 40HRC aproximadamente. Para durezas superiores, la resistencia a la fátiga disminuye (probablemente a causa de una sensibilidad mayor a las muescas). Después del shot peening, la resistencia a la fátiga aumenta linealmente con la dureza. Con una dureza de 52 HRC, es de 100 Kg/mm<sup>2</sup>, o sea más de dos veces la resistencia más alta lograda sin shot peening (fig. 4) (Ref : 4).

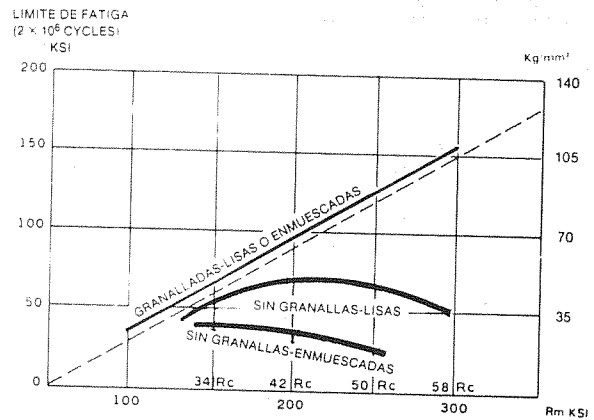


Fig 4 : Influencia del límite de ruptura en cucharas lisa o enmuescadas con y sin shot peening.

5.2 Las soldaduras

Es una zona crítica para las piezas que trabajan en fátiga o en fátiga corrosión bajo tensión. La zona afectada térmicamente que está el sitio de tensiones internas de tracción debidas esencialmente al refresco después soldadura, los defectos de formas como en pie de cordón y las espesuras sobre el cordón y las concentraciones de tensiones debidas a la geometria de las uniones soldadas.

El interés del shot peening se sitúa naturalmente en la introducción de tensiones residuales de compresión y el mejoramiento del estado de superficie (fig.5) (Ref : 5).

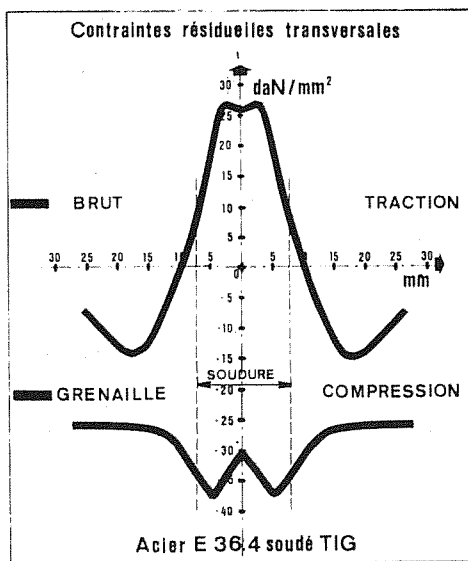
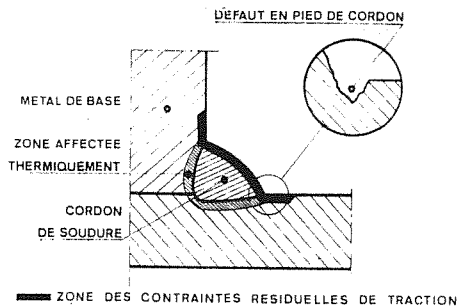


Fig 5 : Paso de las tensiones residuales en una junta soldada en acero E 36.4 al estado bruto de soldadura y al estado granallado.

5.3 Los revestimientos

El cromo duro, la anodización, el plasma son ejemplos que disminuyen las solicitaciones admisibles en fátiga de las piezas mecánicas. En este caso, el shot peening se hace antes de aplicar el revestimiento al fin de introducir una capa en compresión que impide las grietas de propagarse.

La figura 6 nos da un ejemplo de la influencia de la anodización dura y del shot peening sobre la resistencia en fátiga (Ref : 6).

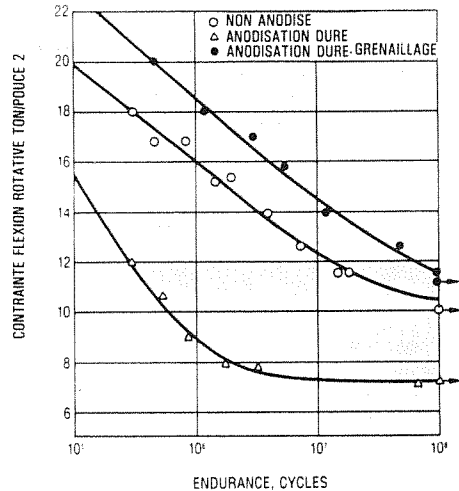


Fig 6 : Influencia de la anodización dura y del shot peening sobre la resistencia en fátiga del duraluminio.

5.4 Las fundiciones

Tenemos buenos resultados en fátiga sobre la fundición gris o A.D.I. (Austamped ductile Iron). Se utiliza sobre las camisas, los ciguenales, los engranajes. La figura 7 enseña que el shot peening da a los dientes de un engranaje en fundición ADI una aumentación en sollicitación admisible (Ref : 7) comparación entre :

- Tratamiento térmico después el tallado
- Tallado después tratamiento térmico
- Shot peening con tres diferentes intensidades Almen.

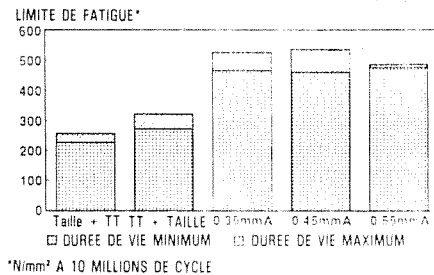


Fig 7 : Efectos de las variables de tratamiento sobre la resistencia en fátiga en flección de diente de engranaje, en fundición austenético bainítico (K 9805) : medida después 10<sup>7</sup> ciclos.

5.5 Los aceros de muelles

Son seguramente, los aceros más sensibles al shot peening. Los aceros de muelles han permitido al granallado de pretensión aparecer durante los años 1929 y todavía su aplicación en el campo de los muelles más diversos es una de las más difundidas.

El aumento de la resistencia a la fátiga de los muelles, frecuentemente representado por un diagrama de Goodman (fig.8) es a menudo del orden de 70 hacia 100 % de la amplitud de tensión admisible (Ref : 4).

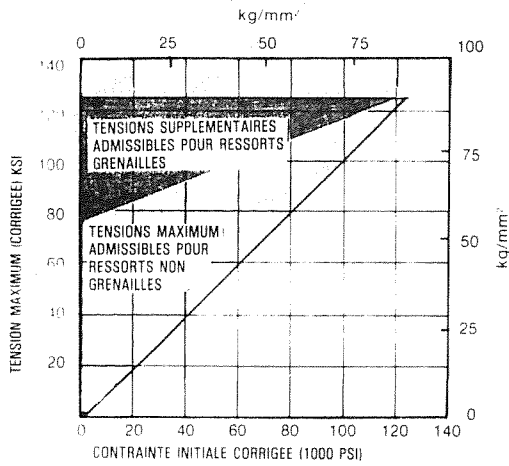


Fig 8 : Bandas de tensiones admisibles para muelles helicoidales (alambre de acero de 0,5mm).

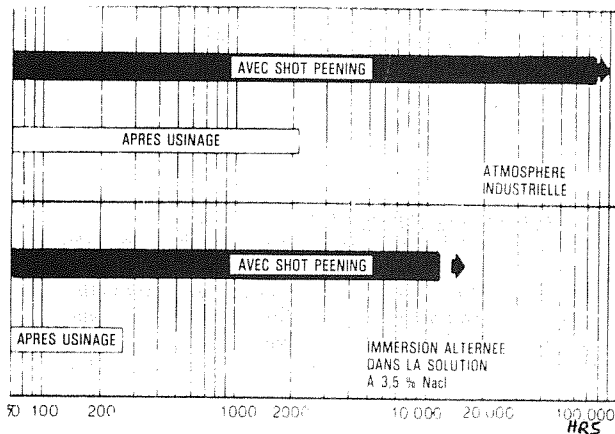
5.6 La corrosión bajo tensión

La corrosión bajo tensión está definida como un fenómeno de rotura por grieta bajo la acción combinada de la corrosión y de una tensión estadística de tracción que sea aplicada o residual.

La grieta puede ser intergranular o transgranular, siguiendo el metal y el medio ambiente. LA CORROSION BAJO TENSION NO PUEDE APARECER EN UNA ZONA EN COMPRESION.

La mayoría de los metales como las aleaciones de aluminio, magnesio, cobre, níquel, acero y aceros inoxidable están sensibles a la corrosión bajo tensión cuando están sometidos a una tensión de tracción al menos igual a un nivel límite y ponido en un medio ambiente corrosivo particular.

La figura 9 enseña la influencia del shot peening sobre un aluminio 7075-T6 en atmosfera industrial y en inmersión alternada a 3,5% de NaCl (Ref : 8).



Una aplicación típica de los sectores petro-químicos y de la industria del papel es la corrosión bajo tensión de los aceros inoxidables sobre las soldaduras o directamente sobre el metal de base.

La figura 10 nos da la influencia del shot peening sobre dos aceros inoxidables (304 y 347) con curvas de Wohler.

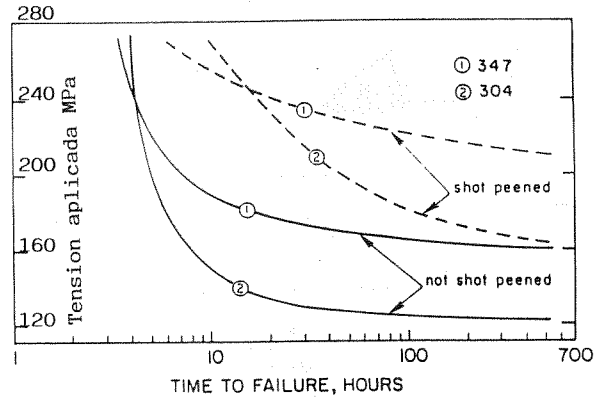


Fig 10 : Efecto del shot peening con bolas de vidrio de 40-80 um sobre la ganancia de tiempo sobre los aceros inoxidables en un baño hirviendo de 42 % de clórico de magnesio.

Un otro estudio (Ref : 9) ha enseñado (fig.11) el efecto del revenido en la resistencia a la corrosión bajo tensión de cucharas embicadas en U de acero austenítico 304 (Z6CN18-09).

TEMPERATURA DE REVENIDO	TIEMPO	CUCHARA	TIEPO DE ROTURA CSC
1000°F (540° C)	16 hr	SIN SP 1	3 hr
		SIN SP 2	7 hr
		GRENAILLADO	103 hr**
1050 F (565° C)	144 hr	SIN SP GRANALLADO	10 hr 202 hr**

CONCLUSION :

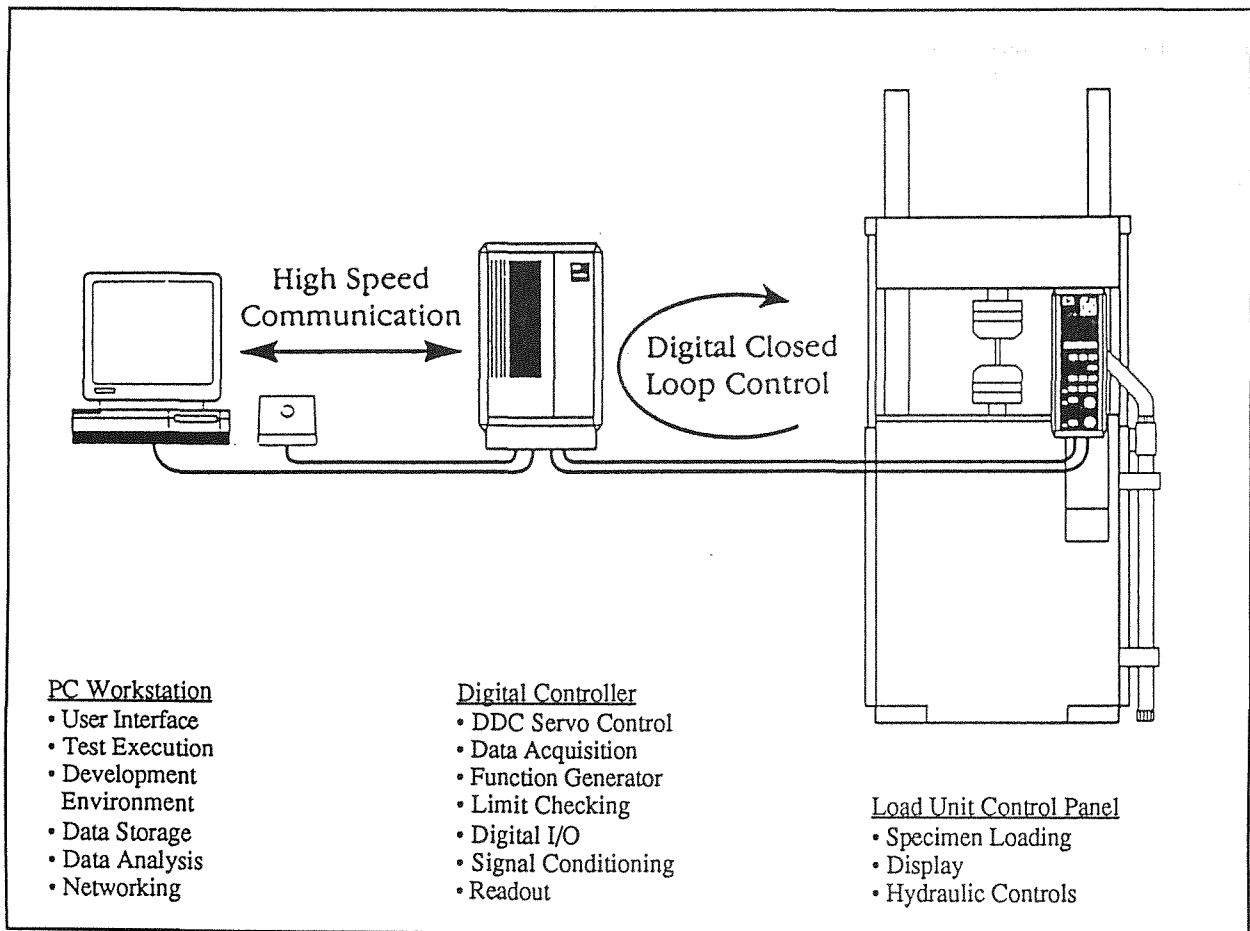
Si el shot peening es un tratamiento de superficie cuyo origen se situa antes la última guerra mundial, podemos decir que tenía una evolución muy importante en los diez últimos años para asegurar una buena calidad de tratamiento. Las especificaciones piden más y más equipos, naturalmente automáticos pero tambien controlados por ordenador. Por otra parte, las oficinas de investigaciones no se contentan más de un mejoramiento de la resistencia a la fátiga pero buscan el mejoramiento máximo posible, lo que implica una investigación de optimización de parámetros.

- (1) Granottier : Publicacion del 1er congreso internacional sobre el granallado de pre-tension Paris 14-17 septiembre 1981. Perganon press.
- (2) H.Wohlfahrt : The influence of peening conditions on the resulting distribution of residual stresses. Rapport du 2e congrés international sur le grenailage de pré-contrainte. Chicago 14-17 mai 1984. American shot peening society p.316 à 331.
- (3) H. GUECHICHI : Prevision de contraintes résiduelles dues au grenailage. Thèse de Doctorat d'ingénieur, ENSAM Paris, 05.12. 1986.
- (4) Aplicaciones del shot peening. Primera edicion en espanol 1988. M.I.C.
- (5) A. Bignommett, Irsid : Influence de traitements d'amélioration du pied des cordons de soudure sur la tenue en fatigue des joints soudés. octobre 1981.
- (6) Harris, W.J : "Metallic Fatigue", Perganon press, 1961, p.61.
- (7) Shot peening application. Seventh edition.
- (8) Sprowls, D.O. and brown, R.H., "What every Engineer should know about stress corrosion of aluminium", Metal Progress, April and May 1962.
- (9) Friske, W.H. "Shot peening to prevent the corrosion of autenitic stainless steels". Rockwell International.

**TESTSTAR - THE MATERIALS TESTING WORKSTATION  
A NEW VERSATILE, HIGH PERFORMANCE, MULTIPROCESSING  
CONTROLLER FOR SERVOHYDRAULIC SYSTEMS**

Dr. F. Wilhelm Neikes, MTS Systems GmbH Berlin  
Potsdamer Straße 23/24, W - 1000 Berlin 37, Germany  
G. Connell Smith, MTS Systems Corporation Minneapolis  
14000 Technology Drive, Eden Prairie, MN 55344, USA

**Abstract.** Ever Since MTS developed their first servo-hydraulic test system over 25 years ago, the company has been on the forefront of advanced testing technology. Even more important has been MTS' leadership in applying that technology to provide testing solutions which benefit material testing customers around the world. Today MTS presents the latest development in materials testing: The TestStar Materials Testing Workstation with a unique user interface based on parallel processing and high performance transputer technology.



Picture 1: System Overview



## 1. INTRODUCTION

The challenge in today's rapidly changing world is to continue to be able to satisfy changing testing requirements. The need for using new materials or using existing materials in new ways means the types of tests may vary quickly. To be productive, a test system must easily adapt to new requirements whether it is a test that conforms to national standards or a completely new test, unique to a specific lab. It is crucial that the test system and - more importantly - the controls system does not limit the types of tests that can be done, the way in which data is analysed, or how the information about the materials and components being characterized is communicated. TestStar is MTS' solution to this need for a flexible controls system.

High quality data requires high performance and best resolution. MTS' answer is the step into parallel processing using transputer technology in order to distribute the different controller tasks onto numerous processors. Only this design allows optimum use of hardware and provides system performance that satisfies the most challenging test requirements.

## 2. SYSTEM OVERVIEW

A TestStar system can be functionally broken down into three major parts. The system software running on a personal computer, the digital controller and the load unit control panel. More interesting features are incorporated in the application software. The most flexible package is discussed at the end of this paper.

### System Software

The TestStar system software incorporates MTS' new philosophy: The workstation concept for materials testing. For test preparation, execution and analysis,

the interaction with the test happens through the computer screen, using the graphical user interface and a mouse. MTS has fully integrated the PC into the workstation control system. The result is that material testing is completely software driven.

Controls are operated intuitively, and application test programs or user developed programs can have complete control over the system. Improvements in capabilities, like advances in control algorithms, or additional features, like application specific enhancements, can be implemented on the system by simply loading software updates from a floppy disk. However, even today's TestStar base configuration already includes features like multiple data displays and on-screen digital oscilloscope which are expensive peripheral equipment if they have to be bought separately.

A multi-tasking operating system is utilized to allow access by the user to all servocontroller functions while an application program is executing. The operating system used with TestStar is IBM OS/2 which was selected because it maintains commonality to MS-DOS and even allows MS-DOS applications to execute in the DOS compatibility box under OS/2. IBM has announced further enhancements to OS/2 which will allow the user to execute OS/2, DOS and Windows tasks in parallel.

The user interface to the test system is implemented in software based on OS/2 Presentation Manager. This provides a graphical point and click environment identical to MS-Windows which users become familiar with very quickly. At the same time, the problems associated with the memory limitations and the single tasking nature of MS-DOS are overcome with the OS/2 virtual memory operating system.

### TestStar Controller

High speed, closed loop servo control is completely managed by the digital controller. It contains signal conditioning and data acquisition modules which are closely coupled and carefully shielded from electromagnetic interference from the load unit and other sources.

The TestStar controller incorporates a distributed multiprocessor design. The processor family is the Inmos transputer, a high performance floating point processor. Transputers are unique in that each processor chip has four high speed serial links built into hardware that may be configured to transmit and receive data at speeds up to 20 million bits per second. TestStar utilizes eleven transputers connected in a tightly coupled network. Each hardware subsystem in the TestStar controller is supervised by one or more transputers.

The transputer processors perform 32 bit floating point arithmetics. Therefore, TestStar internally runs completely with engineering units. This eliminates round off errors and algorithm computational noise problems inherent in integer based machines.

All internal communication in TestStar is handled via transputer links at 20 million bits per second. There is no processor bus in the TestStar controller. The backplane in the system is only for power distribution and input/output connections throughout the system. The elimination of the processor bus has significant advantages. The transputer system is more reliable, less costly to repair if failure should occur and no system software time is wasted for managing bus transactions.

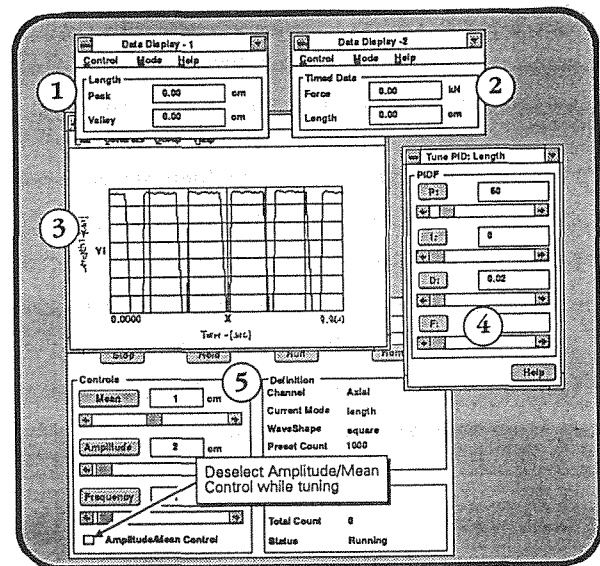
### Load Unit Control Panel

The Load Unit Control Panel simplifies specimen loading. Its convenient location at the load frame makes

it easy to operate the hydraulic controls, move the actuator for specimen setup, and to start and stop tests.

In addition, the LUCP has a bright 40 characters by 16 lines display panel and four softkeys that are used by the application software or by default are assigned to change readout parameters or are used to zero transducers. The LUCP communicates with the rest of the system via a transputer link.

An emergency stop button is located on the LUCP for safety reasons.



Picture 2: Example for use of the Controller Interface

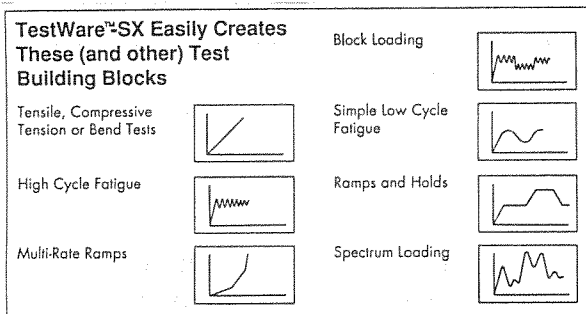
### 3. TESTSTAR SOFTWARE

Each TestStar system comes standard with the following software.

- Controller Interface. The menus and windows that allow to set up and display information from the digital controller.

- Software Function Generator. An on-screen function generator that is set up quickly and allows to run simple tests.
- System Utilities. Used to configure the system, calibrate sensors, check hardware operation, control user access to the TestStar system.
- Programming Libraries. A set of libraries for programming the system using high level programming languages.
- TestWare-SX. The solution for changing test requirements.

With TestWare-SX, programming can be avoided for almost all user defined test requirements in materials testing. Besides TestWare-SX, application programs based on current standards including data analysis are available.



Picture 3: Use of TestWare-SX

#### 4. TESTWARE-SX

TestWare-SX is an exceptionally powerful and easy to use general purpose application software package for materials testing. It is designed to provide machine control, function generation and data acquisition for monotonic, dynamic or multiaxial tests by means of user-defined test procedures. This well-documented package allows the user to create and save his own "templates", i.e., sequences of test command, data acquisition, and machine control tasks, without writing any code. Data from the test is stored in a standard format, allowing transfer of data files to a favorite spreadsheet for analysis, plotting and reporting.

## FAILURE OF CONCRETE: FRACTURE MECHANICS APPROACH

*Sansouite*

Surendra P. Shah and Chengsheng Ouyang

NSF Center for Science and Technology of Advanced Cement-Based Materials  
Northwestern University, Evanston, Illinois 60208, U.S.A.

**ABSTRACT:** A series of studies on application of fracture mechanics to failure of concrete are summarized. Topics discussed in this paper include toughening mechanisms in the fracture process zone of concrete, principles of linear elastic fracture mechanics, various nonlinear fracture models, the determination of material fracture parameters, R-curve approaches, fracture of fiber reinforced concrete and mixed mode and mode II fracture. It is shown that fracture mechanics has now been established as a fundamental approach to describe crack propagation and subsequent failure of concrete structures.

### 1. INTRODUCTION

Research interest in fracture mechanics of the cracking and subsequent failure of concrete structures increased tremendously in the 1980's. Detailed articles published in conference proceedings<sup>[1][2][3][4][5][6][7][8][9]</sup> show clearly that fracture mechanics has now been established as a fundamental approach which could explain certain nonlinear aspects of concrete behavior, help prevent catastrophic failures of structures, and be an important aid in materials engineering. This is evident also from three recommendations of RILEM committee<sup>[10][11][12]</sup>.

This paper summarized a series of studies on application of fracture mechanics to cracking and failure of cement-based materials. The basic concepts of linear elastic fracture mechanics (LEFM) are reviewed. Toughening mechanisms in the fracture process zone of concrete are discussed. The determination of material fracture parameters of concrete are mentioned. Various modified Griffith fracture models and R-curve approaches used to describe fracture of cement-based materials are summarized. Mixed mode and mode II fracture of concrete are discussed.

### 2. LINEAR ELASTIC FRACTURE MECHANICS

Consider a specimen or structure of an elastic-brittle material (such as glass), with a crack of length  $a$ . When loading is applied, the structure can supply potential energy ( $U$ ) at the rate  $dU/da = G$  (termed as the strain energy release rate). On the other hand, the crack propagation at the crack tip needs to consume some energy, which is denoted as  $W$  at the rate  $dW/da = R$  (termed as the fracture resistance). Consequently, the linear elastic fracture mechanics (LEFM) criterion for crack growth is:

$$G=R \quad (1)$$

R is a material constant for linear elastic brittle materials, whereas G is the function of structural geometry and applied loads and can be obtained from handbook<sup>[13]</sup> or elastic analysis<sup>[14]</sup>.

G can also be written in terms of the stress intensity factor (K) as,

$$G = \frac{K^2}{E'} \quad (2)$$

where  $E' = E$  for the plane stress, and  $E' = E/(1-\nu^2)$  for the plane strain, E and  $\nu$  are the elastic modulus and Poisson's ratio of the material, and K is the stress intensity factor and relates the crack-tip stresses and deformations to the imposed nominal or remote stresses. Therefore, the criterion (1) can alternatively be written as:

$$K = K_R \quad (3)$$

where  $K_R = (E'R)^{1/2}$  is termed as the critical stress intensity factor. According to LFM principles, energy during fracture is dissipated only at the crack tip, and the stresses and strains at the crack-tip are allowed to become infinity.

### 3. THE FRACTURE PROCESS ZONE

Since an inelastic region is always present at the crack-tip in a real material, stresses do not become singular. This region is often called the fracture process zone. The resulting stresses differ from the elastic field only in this zone as in Fig. 1. However, LFM solutions can still be applied when the zone is small enough compared to the dimensions of the structure. When yielding is main mechanism in the process zone, the ductile fracture which occurs (such as in structural metals) can be handled with nonlinear fracture mechanics solutions based on plasticity<sup>[15]</sup>.

The presence of the fracture process zone may be attributed to the inherent material heterogeneity of concrete<sup>[16]</sup>. Many mechanisms which are responsible for the fracture process zone have been reported. Some of these toughening mechanisms are indicated in Fig. 2. During fracture, the high stress state near the crack-tip causes microcracking at flaws, which result from water-filled pores, air voids acquired during casting, and shrinkage cracks due to the curing process. This phenomenon, known as microcrack-shielding as shown in Fig. 2a, consumes some external energy caused by the applied load<sup>[17]</sup>. Crack deflection occurs when the path of least resistance is around a relatively strong particle or along a weak interface (Fig. 2b). This mechanism has been studied in detail by Faber and Evans<sup>[18]</sup>. Other important toughening processes in concrete are grain bridging<sup>[19]</sup> as

shown in Fig. 2c. Bridging occurs when the crack has advanced beyond an aggregate that continues to transmit stresses across the crack until it ruptures or is pulled out. Also, during grain pullout or the opening of a tortuous crack there may be some contact (or interlock) between the faces (Fig. 2d). This causes energy dissipation through friction, and some bridging across the crack.

Many investigations have focused on this zone, especially its size and its constituents<sup>[20]</sup>. Results have been influenced considerably by methodology, and information has sometimes been contradictory. During the search for a consensus, one frequent question is whether the fracture process zone should be in front of the crack-tip or behind it. As shown by Thouless<sup>[21]</sup> both these approaches are equivalent as far as structural analysis is concerned. Recently Castro-Montero et al.<sup>[22]</sup> used laser holographic interferometry, with an accuracy of a quarter of a micron, to study displacement fields at the crack-tip. The region where the experimentally determined strain field differs significantly from the LEFM solution is taken to be the fracture process zone. As shown in Fig. 3, they reported a large wake zone (labeled B) behind the observed crack-tip which increased with crack extension, whereas a zone in front of the tip (labeled A) which remained practically constant in size. They concluded that most of the toughening in concrete occurs in the wake zone. This fact may suggest that the increasing size of the wake process zone rather than the constant size of the crack-tip process zone should be primarily responsible for the growing R-curve behavior in concrete. Similar observations have been reported for other quasi-brittle materials<sup>[23][24]</sup>. By using dye-penetration method, Swartz et al.<sup>[25][26]</sup> found that the fracture process zone varies along specimen thickness.

#### 4. MODE I FRACTURE

Since the work of Kaplan<sup>[27]</sup>, many attempts have been made to apply LEFM principles to fracture in cement-based composites. As realized in 1971 by Shah and McGarry<sup>[28]</sup> LEFM (with one fracture parameter) cannot be directly applied due to the presence of a sizeable fracture process zone in these materials. An accurate description of fracture process zone should include the three dimensional aspects of its profile as well as the inelastic material response within this zone. Most currently available models attempt to simulate fracture process zone with a line crack. These models use two or more material fracture parameters, and neglect the variation of the fracture process zone along the specimen thickness.

Generally, the cohesive nature of the fracture process zone can be modeled by a traction pressure acting on the crack surface as shown in Fig. 4. The strain energy release rate for mode I crack propagation in concrete can then be expressed as<sup>[29]</sup>:

$$G = \frac{K_I^2}{E'} + \int_0^{CTOD} \sigma(w)dw \quad (4)$$

where  $K_I$  is the net stress intensity factor for mode I crack,  $\sigma(w)$  is the normal traction pressure which is the function of crack opening displacement ( $w$ ), and CTOD is the crack tip opening displacement. A crack is assumed to be a line in Eq. (4). It can be seen from Eq. (4) that the Griffith-Irwin energy dissipation mechanism is represented by a non-zero stress intensity factor and the Dugdale-Barenblatt energy dissipation mechanism is represented by the traction term.

Eq. (4) is based on experimental observations which indicate the actual crack profile at the tip is similar to that obtained from LEFM as indicated in Fig. 5<sup>[30][31]</sup>. However, one may approximately use models only based on a single fracture energy dissipation mechanism, either Griffith-Irwin mechanism by assuming  $\sigma(w) = 0$  or Dugdale-Barenblatt mechanism by assuming  $K_I = 0$ .

Hillerborg et al.<sup>[32]</sup> proposed a cohesive model with  $K_I = 0$ . In their model a critical strain energy release rate ( $G_F$ ), which is defined as the area under softening part of stress-separation curve, and a tensile strength are assumed to be the material properties. A crack is assumed to initiate and propagate when the principal tensile stress reaches the tensile strength.

Both Eq. (4) and Hillerborg et al.'s model require a unique  $\sigma(w)$  curve to achieve energy dissipation. Many different shapes of  $\sigma(w)$  curves, including linear, bi-linear, polynomial and other smoothly varying functions, have been used. The choice of  $\sigma(w)$  function influences prediction of the structural response significantly<sup>[33][34]</sup>, and the local behavior in the fracture, for example the crack opening, is particularly sensitive to the shape. Experimental determination of  $\sigma(w)$  directly from tension tests has been suggested<sup>[35]</sup>, but this is difficult and the results may vary with specimen size and shape. Li et al.<sup>[36]</sup> have proposed a J-integral based method for obtaining the entire  $\sigma(w)$  curve. Miller et al.<sup>[31]</sup> computed the  $\sigma(w)$  curve from the parabolic crack profiles observed in fracture tests through laser holography. Their procedure uses a Green's function approach. Recent studies at the University of Washington<sup>[30][37]</sup> applied moiré interferometry to deduce crack profiles which were used to determine the stress-opening relation in the process zone.

It is noted that by assuming  $K_I = 0$  some computational efficiency may be accomplished. However, single Dugdale-Barenblatt energy dissipation mechanism may only achieve global energy balance by selecting model parameters. Some actual features associated with crack propagation, such as the crack profile, computed based the pure cohesive model may not match with those experimentally measured (see Fig. 5). Until cohesive fracture parameters,  $G_F$ , the tensile strength and the form of  $\sigma(w)$ , are further identified to be geometry and size independent, the cohesive models require some curve fitting.

The fracture process zone in concrete can also be modeled by a single Griffith-Irwin energy mechanism by assuming  $\sigma(w) = 0$ . An effective elastic crack governed by LEFM criteria can be introduced, and the equivalence between the actual and the corresponding effective crack can be prescribed explicitly in the model. Since the effective crack length

has been experimentally found to be specimen size and geometry dependent, it cannot directly be used as the fracture criterion. Therefore, an additional quantity should be introduced as the fracture criterion. Most of these effective crack models use two fracture parameters to define the inelastic fracture process. These effective crack models may be represented by Bazant's size effect law<sup>[38][39]</sup> and Jenq and Shah's two parameter fracture model<sup>[40]</sup>.

Using the concept of the effective crack, Jenq and Shah<sup>[40]</sup> proposed the two parameter fracture model as shown in Fig. 6a. In their model, the two independent material fracture properties are the critical stress intensity factor ( $K_{IC}^s$ ) and the critical crack tip opening displacement ( $CTOD_c$ ), which are defined in terms of the effective crack. The fracture criteria for an unstable crack are:

$$\begin{aligned} K_I &= K_{IC}^s \\ CTOD &= CTOD_c \end{aligned} \quad (5)$$

In this model, the effective crack exhibits a compliance equal to the unloading compliance of the actual structure. Karihaloo et al.<sup>[41][42]</sup> have proposed a similar effective crack model.

The procedure for experimentally obtaining the values of  $K_{IC}^s$  and  $CTOD_c$  is detailed in a 1990 RILEM recommendation<sup>[11]</sup>. As shown in Fig. 6b, a three-point bend (single-edge notched beam) fracture specimen is to be tested under crack mouth opening displacement (CMOD) control in a closed-loop system. After the peak, within 95% of the peak load ( $P_{max}$ ) the unloading compliance ( $C_e$ ) is measured. Using  $C_e$  and the initial compliance ( $C_0$ ) along with LEFM equations, the corresponding critical effective crack length ( $a_c$ ) can be determined. Consequently, again using the given relations,  $K_{IC}^s$  and  $CTOD_c$  of the material can be obtained at the critical load  $P_{max}$ . This method yields size-independent values for other geometries as well.

It can be predicted from Eq. (5) that concrete strength decreases with increasing specimens size, and approaches to a minimum values rather than falls to zero when the specimen size is large enough<sup>[43]</sup>.

Planas and Elices<sup>[44][45][46]</sup> have compared Hillerborg's cohesive model, Jenq and Shah's two parameter fracture model and Bazant's size effect law. They concluded that all three models are able to predict accurately the maximum loading capacity of concrete specimens in the practical range of sizes used in laboratory. However, these three models may exhibit differences in asymptotic behavior when they are used in the analysis of concrete structures much larger than those used for determining their parameters in laboratory. Planas and Elices argued that the reason for the discrepancy among three models at large sizes may be attributed to the inconsistency in the definition of size effect in the different models.



5. R-CURVE APPROACHES

To understand the implications of the fracture resistance (R-curve) one may consider a structure with an existing crack of length  $a_0$ . The variation of  $G$  according to LEFM is a function of crack length ( $a$ ) and applied load ( $P$ ), as shown in Fig. 7. First consider an ideal brittle material where  $R$  is constant (as in LEFM). As  $P$  is increased,  $G$  increases along the vertical axis until the crack initiated (point 0) at load  $P_1$ . The propagation is unstable since any increase in crack length makes  $G > R$ , and subsequently, failure is catastrophic. However, for a quasi-brittle material such as concrete, R-curve rises monotonically, as in the curve labeled Toughening in Fig. 7. Again, with increase in  $P$  the crack begins to extend at point 0, as in the case of LEFM. Assume that a small increase in crack length  $c_1$  occurs at load  $P_1$ . Then,  $R$  increases from 0 to 2, and  $G$  increases from 0 to 1 along line  $G_1$ . No further fracture can occur at the same load since  $G < R$ . This is termed stable fracture as opposed to unstable fracture where crack propagation occurs without any increase in load. Now, let  $P$  increase such that  $G$  increases from point 1 to 2 where again some stable extension occurs, and so on. It can be seen that there is stable fracture until point 3 after which increase in  $c$  leads to  $R < G$ . That is, fracture is stable until the slope of the  $G$ -curve is equal to that of the  $R$ -curve. Therefore, the criteria for unstable fracture to begin at crack length  $a_c$  is:

$$\begin{aligned} (G)_c &= (R)_c \\ \left(\frac{\partial G}{\partial a}\right)_c &= \left(\frac{\partial R}{\partial a}\right)_c \end{aligned} \tag{6}$$

Note that criteria equivalent to Eq. (6) can also be formulated in terms of  $K$  and  $K_{R}$ , instead of  $G$  and  $R$ , respectively.

It is clear that the rising R-curve causes the structure to be flaw tolerant and prevents failure at crack initiation. Also, a material with a more gradual rise in the R-curve would exhibit longer stable crack growth.

The R-curve represents the effect of the toughening mechanisms in quasi-brittle fracture. Nonlinear fracture has been modeled using LEFM solutions and fracture criteria (Eq. 6) with a rising value of fracture resistance  $R$ . The limitation of such approaches, however, is the determination of the R-curve is not straightforward, since it is not a material property but also geometry-dependent.

R-curves for concrete have been calculated by Wecharatana and Shah<sup>[47]</sup> based on load-displacement curves and the corresponding visible crack lengths of test specimens. They concluded that concrete and mortar exhibit a strong R-curve behavior which is geometry dependent. Based on this and other studies,  $R$  is generally assumed to rise from zero with decreasing slope and ultimately reaches a plateau.

For an assumed stress distribution at the crack tip of a cohesive zone model, the

corresponding R-curve can be derived from LEFM relations. Using the Green's function approach, Foote et al.<sup>[48]</sup> derived the geometry-dependent  $K_R$ -curve for a given cohesive force. Based on the size effect law, Bazant et al.<sup>[39]</sup> have proposed an R-curve as the envelope of different sizes of geometrically similar specimen.

Planas et al.<sup>[49]</sup> have related the R-curve to cohesive models by obtaining an R(CTOD) function:

$$R(CTOD) = \int_0^{CTOD} \sigma(w) dw \quad (7)$$

According to basic definition of the R-curve (Eq. 6), Ouyang et al.<sup>[50][51]</sup> have derived the differential equation governing the R-curve:

$$\sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n!} \left( \frac{d^n R}{d\Delta a^n} \right) \left( \frac{\alpha}{\alpha-1} \right)^n (-\Delta a)^n + R = 0 \quad (8)$$

where  $\Delta a$  is the crack extension,  $\alpha$  is defined as  $a_c/a_0$ , and  $a_c$  is the critical crack length. If only up to second order terms ( $n = 2$ ) are considered, the following R-curve can be derived by solving Eq. (8):

$$R = \beta \left[ 1 - \frac{d_2 - (\alpha - 1)/\alpha \left( \frac{\alpha a_0 - a_0}{a - a_0} \right)^{d_2 - d_1}}{d_1 - (\alpha - 1)/\alpha} \right] (a - a_0)^{d_2} \quad (9)$$

$$d_{1,2} = \frac{1}{2} + \frac{\alpha - 1}{\alpha} \pm \left[ \frac{1}{4} + \frac{\alpha - 1}{\alpha} - \left( \frac{\alpha - 1}{\alpha} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

where the two constants,  $\alpha$  and  $\beta$ , can be determined from  $K_{IC}^s$  and  $CTOD_C$ . It is noted that the R-curve given by Eq. (9) is an envelope of G-curves with different sizes but the same notch and geometry as shown in Fig. 8.

## 6. FRACTURE OF FIBER REINFORCED CONCRETE

Tension-weak nature of concrete can be improved by addition of fibers in concrete<sup>[52]</sup>. With a variety of processing techniques, it is recently possible to incorporate up to 15% fibers by volume into concrete. Fibers in such large quantities fundamentally alter the nature of concrete. As a result, the inherent tensile strength and strain capacity of the matrix itself is significantly enhanced. The tensile stress-strain curves of cement-based matrices reinforced with 8.7% and 13.4% volume fractions of aligned, continuous polypropylene fiber are shown in Fig. 9<sup>[53]</sup>. The contribution of the matrix (shown in the inset) was obtained by subtracting the contribution of fibers from the composite response

using the law of mixtures. It is seen from Fig. 9 that tensile strength of the cement-based matrix reinforced with 13.4% by volume of fibers is approximately 15 MPa, whereas tensile strength of the plain matrix ( $V_f = 0$ ) is approximately only 4 MPa. The use of fibers makes concrete stronger and more ductile.

The presence of fibers provide an additional toughening to prevent or retard crack propagation in concrete. Such additional toughening can be modeled by a closing pressure as shown in Fig. 10. By adding this additional contribution from fibers, Eq. (4) becomes<sup>[54]</sup>

$$G = \frac{K_I^2}{E'} + \int_0^{CTOD} \sigma(w)dw + \frac{1}{E'} \left( \int_{a_0}^a p(x,a)K_I^F(x,a)dx \right)^2 \tag{10}$$

where  $p(x,a)$  is the closing pressure due to fiber reinforcement at a point  $x$  along the crack surface, and  $K_I^F$  is the stress intensity due to a unit load applied at the point  $x$  along the crack surface.

Fracture of fiber reinforced concrete can also be described by Griffith-Irwin's fracture criteria. Mobasher, Ouyang and Shah<sup>[55][56]</sup> have extended their R-curve approach to fracture of fiber reinforced composites. The presence of fibers reduces both the stress intensity factor and the crack tip opening displacement. The instability conditions for matrices with fiber reinforcement are:

$$K_{IC} = K_I^m(\sigma_{mf}, a_c) - \int_0^{a_c} p(x, a_c)K_I^F(x, a_c)dx \tag{11}$$

$$CTOD_c = CTOD_m(\sigma_{mf}, a_c, a_0) - \int_{a_0}^{a_c} p(x, a_c)Q(\sigma_{mf}, a_c, a_0)dx \tag{12}$$

where  $\sigma_{mf}$  is the critical fracture stress resisted by the toughened matrix,  $Q$  is the Green's function for the crack closure at point  $a_0$  due to a unit force applied at point  $x$  along the crack length,  $p$  is the closure pressure at a point  $x$  along the crack face, and  $K_I^F$  is the stress intensity due to a unit load applied at the point  $x$  along the crack surface.  $K_I^m$ ,  $CTOD_m$ ,  $K_I^F$  and  $Q$  can be obtained based on LEFM<sup>[13]</sup>. An experimentally or a theoretically derived fiber pull-out slip curve can be used as the closing pressure. Two unknowns,  $\sigma_{mf}$  and  $a_c$ , can be obtained from Eqs. (11) and (12). Parameters  $\alpha$  and  $\beta$  can then be determined, and mechanical response of matrices reinforced by fibers can be predicted. A substantial agreement between theoretically predicted and experimentally observed results of the maximum matrix contribution have been obtained<sup>[55][56]</sup>.

## 7. MIXED MODE AND MODE II FRACTURE

Mixed mode and mode II fracture are encountered in concrete structures subjected to shear or torsion force. Mixed mode and mode II fracture may consume much higher fracture energy due to the presence of shear traction force on the crack surface<sup>[57][58]</sup>.

Theoretically, Eq. (4) can easily be extended to describe mixed mode and mode II fracture<sup>[59]</sup>,

$$G = \frac{K_I^2}{E'} + \frac{K_{II}^2}{E'} + \int_0^{CTOD} \sigma(w)dw + \int_0^{CTSD} \tau(s)ds \quad (13)$$

where  $K_{II}$  is the mode II stress intensity factor,  $\tau(s)$  is the shear traction force which is the function of crack sliding displacement ( $s$ ), CTSD is the crack tip sliding displacement. For mode II fracture and mixed mode fracture with the high ratio of  $K_{II}/K_I$ , the shear traction term in Eq. (10) may play an important role in fracture processing. Because of the difficulty in formulating the expression for  $\tau(s)$ , most of studies in this area are limited to mixed mode fracture with the low ratio of  $K_{II}/K_I$ , where effect of the shear traction may be negligible.

Jenq and Shah<sup>[60]</sup> have extended their two parameter fracture model to predict mixed mode fracture. Fracture criteria for mixed mode crack are (see Fig. 11):

$$\begin{aligned} (K_I^2 + K_{II}^2)^{1/2} &= K_{IC}^s \\ (CTOD^2 + CTSD^2)^{1/2} &= CTOD_c \end{aligned} \quad (14)$$

When the ratio of  $K_{II}/K_I$  is not high, Eq. (11) can predict the path of crack propagation and the ultimate loading capacity of the specimen.

Jenq and Shah<sup>[61]</sup> have used Eq. (11) to predict the shear failure loading capacity of reinforced concrete beams. In their approach, flexural cracks (mode I) initiate from the tensile face and propagate until the longitudinal rebars. Beyond that mixed mode propagation occurs, and is assumed to be along a plane containing the nearest load point on the compression face. The mixed mode fracture criterion is given by Eq. (11). The effect of the rebars is handled by using the elastic component of the crack opening, at the level of the steel, and an experimentally determined force-slip relation. The force in the steel can thus be computed. For each crack, the maximum applied load can be determined. Different crack-initiation locations are tried and the crack with the lowest maximum load is taken as the actual one. The predicted influence of beam size and longitudinal steel ratio on the shear strength of reinforced concrete beams ( $v_u$ ) are given in Fig. 12.

Carpinteri<sup>[62]</sup> studied interaction between tensile failure and mixed mode crack

propagation in concrete. He found that the ratio of  $K_{IIIC}/K_{IC}$  depends only on the crack branching criterion adopted and not on the material features. Based on the concept of the cohesive crack, Liaw et al.<sup>[63]</sup> have proposed a formulation of the normal traction pressure for mixed mode fracture.

### SUMMARY

A series of studies on application fracture mechanics to failure of concrete have been summarized in this paper. Due to the presence of the sizeable fracture process zone, LEFM criterion can not be directly applied to fracture of concrete. Based on experimental observations, various models have been proposed to describe fracture of concrete. These models can be categorized as Griffith-Irwin type effective crack approach and the Dugdale-Barenblatt type cohesive approach. Although intensive studies on fracture of concrete have been conducted during past two decades, many fundamental aspects on fracture process in concrete still remain unclear because of heterogeneity of concrete materials. Further progress in this field may primarily depend on broad international cooperations and development of new experimental techniques.

### ACKNOWLEDGEMENTS

Support of National Science Foundation (U.S.A.) Center for Science and Technology of Advanced Cement-Based Materials (ACBM) is gratefully appreciated.

### REFERENCES

1. Fracture of Concrete and Rock, eds. Shah, S. P., and Swartz, S. E., Springer-Verlag, New York, 1989.
2. Fracture of Concrete and Rock: Recent Development, eds. Shah, S. P., Swartz, S. E., and Barr, B., Elsevier Applied Science, London, 1989.
3. Fracture Mechanics: Application to Concrete, eds. Li, V. C. and Bazant, Z. P., American Concrete Institute, Detroit, 1989.
4. Cracking and Damage, Strain Localization and Size Effect, eds. Mazars, J., and Bazant, Z. P., Elsevier Applied Science, London, 1989.
5. "Micromechanics of Failure of Quasi-Brittle Materials," eds. Shah, S. P., Swartz, S. E., and Wang, M. L., Elsevier Applied Science, London, 1990.
6. Engineering Fracture Mechanics, Vol. 35, No. 1/2/3 and 4/5, Special Issues, Pergamon Press, U.K., 1990.

7. Analysis of Concrete Structures by Fracture Mechanics, eds. Shah, S. P., and Elfgren, L., Chapman and Hall, London, 1991.
8. Toughening Mechanisms in Quasi-Brittle Materials, ed. Shah, S. P., Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 1991.
9. Fracture Mechanics of Concrete - Test Method, eds. Shah, S. P., and Carpinteri, A., Chapman and Hall, London, 1991.
10. RILEM Committee on Fracture Mechanics of Concrete, "Determination of the Fracture Energy of Mortar and Concrete By Means of Three-Point Bend Tests on Notched Beams", Materials and Structures, Vol. 18, No. 106, 1985, pp. 285-290.
11. RILEM Committee on Fracture Mechanics of Concrete - Test Methods, "Determination of Fracture Parameters ( $K_{IC}^s$  and  $CTOD_C$ ) of Plain Concrete Using Three-Point Bend Tests", Materials and Structures, Vol. 23, 1990, pp. 457-460.
12. RILEM Committee on Fracture Mechanics of Concrete - Test Methods, "Size-Effect Method for Determining Fracture Energy and Process Zone Size of Concrete", Materials and Structures, Vol. 23, 1990, pp. 461-465.
13. Tada, H., Paris, P.C., and Irwin, G.R., The Stress Analysis of Cracks Handbook, 2nd Ed., Paris Productions, St. Louis, USA, 1985.
14. Broek, D., The Practical Use of Fracture Mechanics, Kluwer Academic, Dordrecht, The Netherlands, 1989, p. 522.
15. Hutchinson, J.W., "Fundamentals of the Phenomenological Theory of Nonlinear Fracture Mechanics", Journal of Applied Mechanics, Vol. 50, 1983, pp. 1042-1051.
16. Mindess, S., and Diamond, S., "The Cracking and Fracture of Mortar", Materials and Structures, Vol. 15, No. 86, 1982, pp. 107-113.
17. Kachanov, M., "Interaction of a Crack With Some Microcrack Systems", Fracture Toughness and Fracture Energy of Concrete, ed. F. H. Wittmann, Elsevier Science, Amsterdam, 1986, pp. 3-10.
18. Faber, K.T., and Evans, A.G., "Crack Deflection Processes - I. Theory", Acta Metallurgy, Vol. 31, No. 4, 1983, pp. 565-576.
19. van Mier, J.G.M., "Mode I Fracture of Concrete: Discontinuous Crack Growth and Crack Interface Grain Bridging", Cement and Concrete Research, Vol. 21, No. 1, 1991, pp. 1-15.
20. Mindess, S., "The Fracture Process Zone in Concrete", Toughening Mechanisms in Quasi-Brittle Materials, ed. Shah, S. P., Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, The Netherlands, 1991, pp. 271-286.
21. Thouless, M.D., "Bridging and Damage Zones in Crack Growth", Journal of the American Ceramic Society, Vol. 71, No. 6, 1988, pp. 408-413.

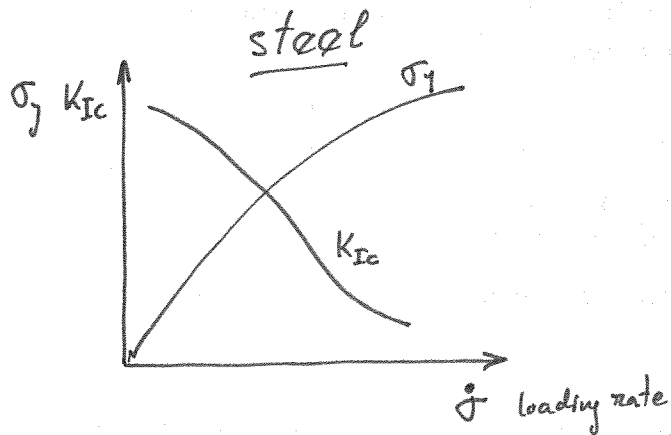
22. Castro-Montero, A., Shah, S. P., and Miller, R. A., "Strain Field Measurement in Fracture Process Zone," *Journal of Engineering Mechanics*, ASCE, Vol. 116, No. 11, 1990, pp. 2463-2484.
23. Sakai, M., Yoshimura, J.-I., Goto, Y., and Inagaki, M., "R-curve Behavior of a Polycrystalline Graphite: Microcracking and Grain Bridging in the Wake Region," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 71, No. 8, 1988, pp. 609-616.
24. Homeny, J., and Vaughn, W. L., "R-Curve Behavior in a Silican Carbide Whisker/Alumina Matrix Composite," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 72, No. 7, 1990, pp. 2060-2062.
25. Swartz, S. E., and Go, C.-G., "Validity of Compliance Calibration to Cracked Concrete Beam in Bending," *Experimental Mechanics*, Vol. 24, No. 2, 1984, pp. 129-134.
26. Swartz, S. E., and Refai, T. M. E., "Influence of Size Effects on Opening Mode Fracture Parameters for Precracked Concrete Beams in Bending," *Fracture of Concrete and Rock*, eds. Shah, S. P., and Swartz, S. E., Springer-Verlag, New York, 1989, pp.242-254.
27. Kaplan M. E., "Crack Propagation and Fracture of Concrete," *Journal of American Concrete Institute*, Vol. 58, No. 5, 1961, pp. 591-610.
28. Shah S. P. and McGarry F. J., "Griffith Fracture Criterion and Concrete," *Journal of Engineering Mechanics Division*, ASCE, Vol. 97, No. EM6, 1971, pp. 1663-1676.
29. Jenq, Y.-S., and Shah, S. P., "Fracture Toughness Criterion for Concrete," *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 21, 1985, pp. 1055-1069.
30. Du, J., Yon, J. H., Hawkins, N. M., and Kobayashi, A. S., "Analysis of the Fracture Process Zone of a Propagating Concrete Crack Using Moire Interferometry," *Micromechanics of Failure of Quasi-Brittle Materials*, eds. Shah, S. P., Swartz, S. E., and Wang, M. L., Elsevier Applied Science, London, 1990, pp. 146-155.
31. Miller, R. A., Castro-Montero, A., and Shah, S. P., "Cohesive Crack Models for Cement Mortar Examined Using Finite Element Analysis and Laser Holographic Measurement," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 74, 1991, pp. 130-138.
32. Hillerborg, A., Modeer, M., and Petersson, P.-E., "Analysis of Crack Formation and Crack Growth in Concrete By Means of Fracture Mechanics and Finite Elements", *Cement and Concrete Research*, Vol. 6, 1976, pp. 773-782.
33. Roelfstra, R. E., and Wittmann, F. H., "A Numerical Method to Link Strain Softening with Fracture in Concrete", *Fracture Toughness and Fracture Energy in Concrete*, ed. Wittmann, F. H., Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 1986, pp. 163-175.
34. Alvarado, A. M., and Torrent, R. J., "The Effect of the Shape of the Strain-Softening Diagram on the Bearing Capacity of Concrete Beam", *Materials and Structures*, Vol. 20, 1987, pp. 448-457.

35. Wecharatana, M., "Brittleness Index of Cementitious Composites," *Serviceability and Durability of Construction Materials*, ed. Suprenant, B. A., ASCE., New York, 1990, pp. 966-975.
36. Li, V.C., Chan, C.-M., and Leung, C.K.Y., "Experimental Determination of the Tension-Softening Relations for Cementitious Composites", *Cement and Concrete Research*, Vol. 17, 1987, pp. 441-452.
37. Yon, J.-H., Hawkins, N. W., and Kobayashi, A. S., "Numerical Simulation of Mode I Dynamic Fracture of Concrete," *Journal of Engineering Mechanics*, ASCE, Vol. 117, No. 7, 1991, pp. 1595-1610.
38. Bazant, Z.P., "Size Effect in Blunt Fracture: Concrete, Rock, Metal", *Journal of Engineering Mechanics*, Vol. 110, No. 4, 1984, pp. 518-535.
39. Bazant, Z.P., and Kazemi, M.T., "Determination of Fracture Energy, Process Zone Length and Brittleness Number from Size Effect, With Application to Rock and Concrete", *International Journal of Fracture*, Vol. 44, 1990, pp. 111-131.
40. Jenq, Y.S., and Shah, S.P., "A Two Parameter Fracture Model for Concrete", *Journal Engineering Mechanics*, Vol. 111, No. 4, 1985, pp. 1227-41.
41. Karihaloo, B. L., and Nallathambi, P., "Determination of Specimen-Size Independent Fracture Toughness of Plain Concrete," *Magazine of Concrete Research*, Vol. 38, 1986, 67-76.
42. Karihaloo, B. L., and Nallathambi, P., "An Improved Effective Crack Model for the Determination of Fracture Toughness of Concrete," *Cement and Concrete Research*, Vol. 19, 1989, pp. 603-610.
43. Tang, T., Shah, S. P., and Ouyang, C., "Fracture Mechanics and Size Effect of Concrete in Tension," Submitted to publication, *Journal of Structural Engineering*, ASCE, 1991.
44. Planas, J., and Elices, M., "Fracture Criteria for Concrete: Mathematical Approximations and Experimental Validation", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 35, No. 1/2/3, 1990, pp. 87-94.
45. Planas, J., and Elices, M., "Asymptotic Analysis of Cohesive Cracks and Its Relation with Effective Elastic Cracks", *Toughening Mechanisms in Quasi-Brittle Materials*, ed. Shah, S. P., Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, The Netherlands, 1991, pp. 189-202.
46. Elices, M., and Planas, J., "Size Effect and Experimental Validation of Fracture Models," *Analysis of Concrete Structures by Fracture Mechanics*, Eds. by Elfgren, L., and Shah, S. P., Chapman and Hall, London, 1991, pp. 99-127.
47. Wecharatana, M., and Shah, S.P., "Predictions of Nonlinear Fracture Process Zone in Concrete", *Journal of Engineering Mechanics*, Vol. 109, No. 5, 1983, pp. 1231-1246.



48. Foote, R. M., Mai, Y.-W., and Cotterell, B., "Crack Growth Resistance Curves in Strain Softening Materials," *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 34, No. 6, 1986, pp. 593-607.
49. Planas, J., Elices, M., and Toribio, J., "Approximation of Cohesive Crack Models by R-CTOD Curves", *Fracture of Concrete and Rock: Recent Developments*, eds. Shah, S. P., Swartz, S. E., and Barr, B., Elsevier Applied Science, London, 1989, pp. 203-212.
50. Ouyang, C., Mobasher, B., and Shah, S.P., "An R-Curve Approach for Fracture of Quasi-Brittle Materials", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 37, No. 4, 1990, pp. 901-913.
51. Ouyang, C., and Shah, S. P., "Geometry-Dependent R-Curve for Quasi-Brittle Materials," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 74, No. 11, 1991, pp. 2831-2836.
52. Shah, S. P., and Ouyang, C., "Mechanical Behavior of Fiber-Reinforced Cement-Based Composites," *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 74, No. 11, 1991, pp. 2727-2738 and 2947-2953.
53. Mobasher, B., Stang H., and Shah S. P., "Microcrack in Fiber-Reinforced Concrete," *Cement and Concrete Research*, Vol. 20, 1990, pp. 665-676.
54. Shah, S. P., "Do Fibers Increase the Tensile Strength of Cement-Based Matrices?" *ACI Materials Journal*, Vol. 88, No. 6, 1991, pp. 595-602.
55. Mobasher, B., Ouyang, C., and Shah, S. P., "Modeling of Fiber Toughening in Cementitious Materials Using an R-Curve Approach," *International Journal of Fracture*, Vol. 50, No. 3, 1991, pp. 199-220.
56. Ouyang, C. and Shah, S. P., "Toughening of High Strength Cementitious Matrix Reinforced by Discontinuous Short Fibers," *Cement and Concrete Research*, 1992, in press.
57. Bazant, Z. P., and Pfeiffer, P. A., "Shear Fracture Tests of Concrete," *Materials and Structures*, Vol. 19, 1986, pp. 111-121.
58. Swartz, S. E., Lu, L. W., Tang, L. D., and Refai, T. M., "Mode II Fracture Parameter Estimates for Concrete from Beams Specimens," *Experimental Mechanics*, Vol. 28, No. 2, 1988, pp. 146-153.
59. Jenq, Y.-S., and Shah, S. P., "Features of Mechanics of Quasi-Brittle Crack Propagation in Concrete," *International Journal of Fracture*, Vol. 51, 1991, pp. 103-120.
60. Jenq, Y.S., and Shah, S.P., "Mixed-Mode Fracture of Concrete", *International Journal of Fracture*, Vol. 38, 1988, pp. 123-142.
61. Jenq, Y. S., and Shah, S. P., "Shear Resistance of Reinforced Concrete Beams - A Fracture Mechanics Approach", *Fracture Mechanics: Application to Concrete*, SP-118, eds. V. C. Li and Z. P. Bazant, American Concrete Institute, Detroit, 1989, pp. 1-16.
62. Carpinteri, A., "Interaction between Tensile Strength Failure and Mixed Mode Crack Propagation in Concrete," *Materials and Structures*, Vol. 21, 1988, pp. 403-409.

63. Liaw, B. M., Jeang, F. L., Hawkins, N. M., and Kobayashi, A. S., "Fracture Process Zone for Mixed-Mode Concrete Fracture," Journal of Engineering Mechanics, ASCE, Vol. 115, No. 7, 1990, pp. 1560-1579.



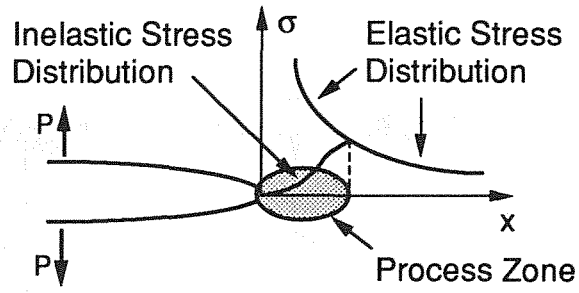


Fig. 1 Stress distribution at a crack-tip and process zone

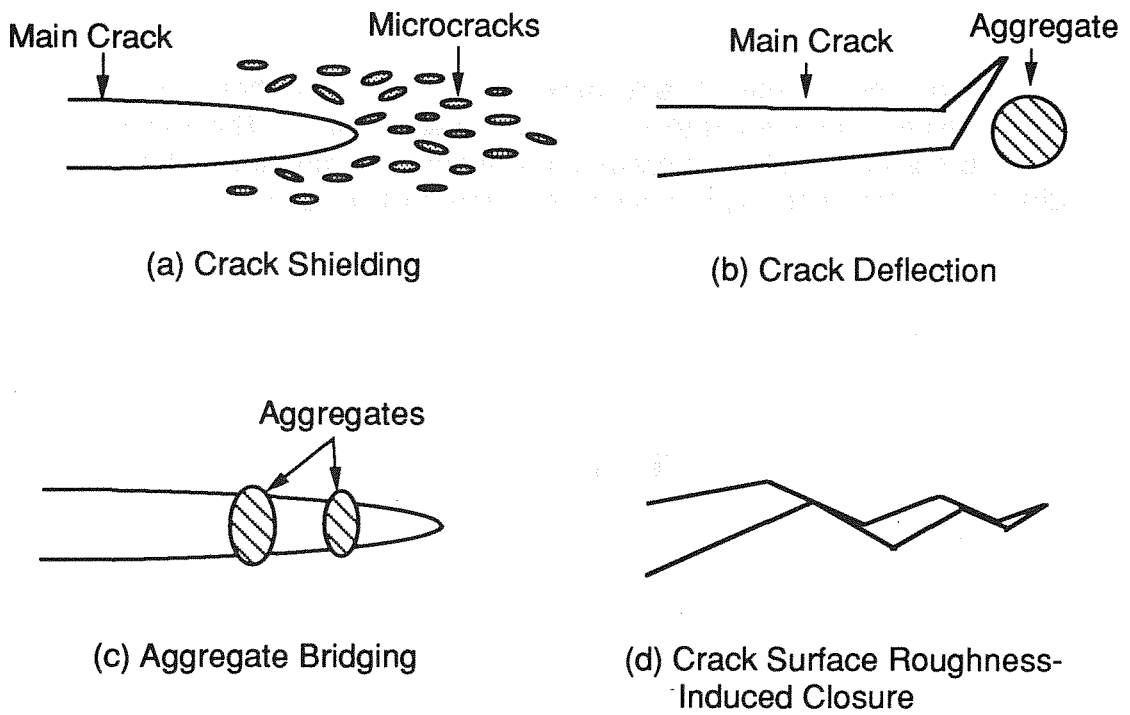


Fig. 2 Toughening mechanisms in concrete

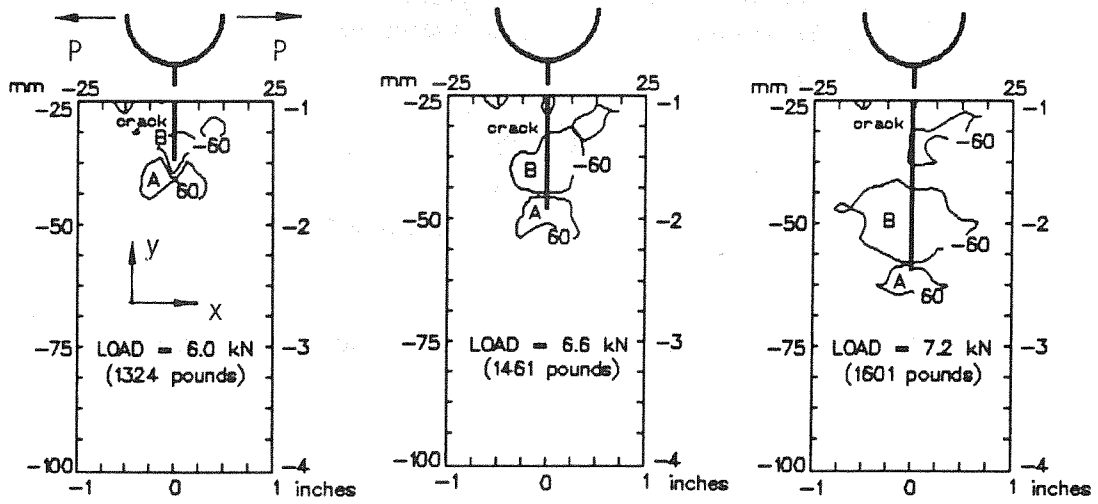


Fig. 3 Fracture process zone as deduced from the laser holographic measurements on the center-cracked plate specimen. The zones marked A and B relate to locations where strains in the tensile loading direction (x direction) significantly differ from LEFM solutions

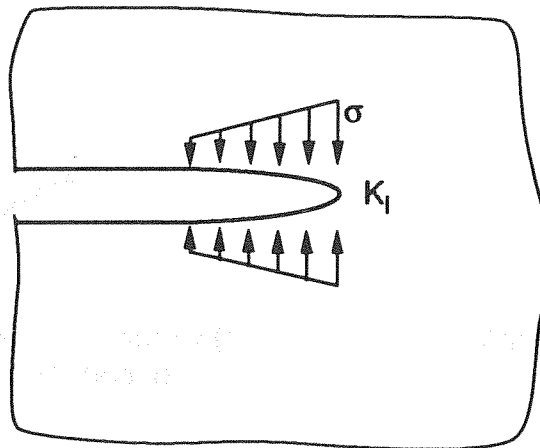


Fig. 4 A cracked subjected to loading

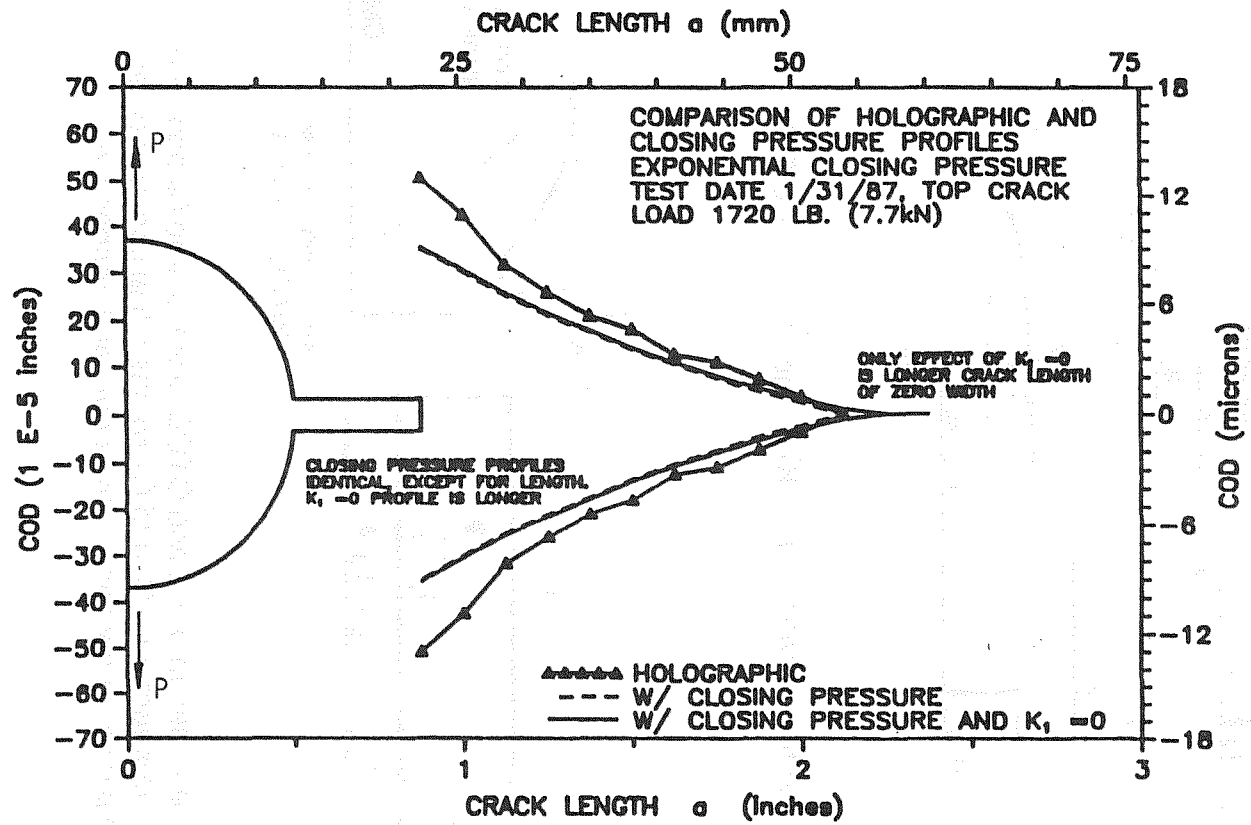
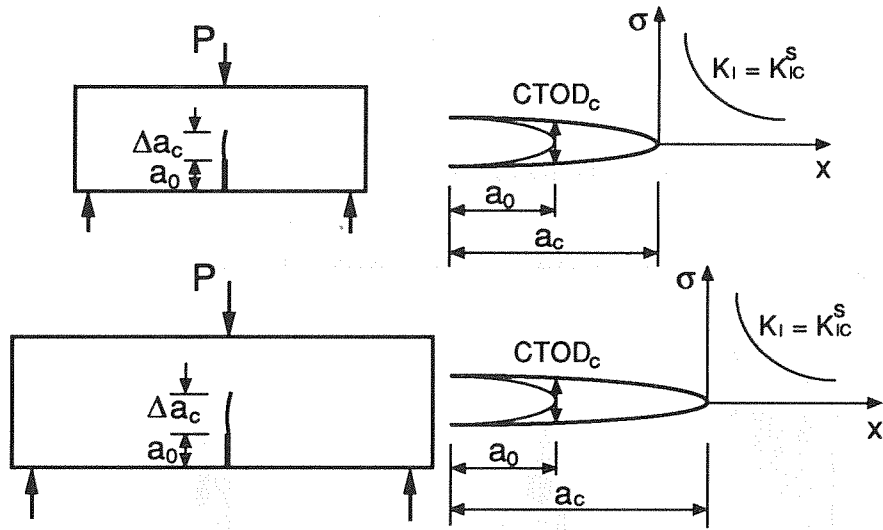
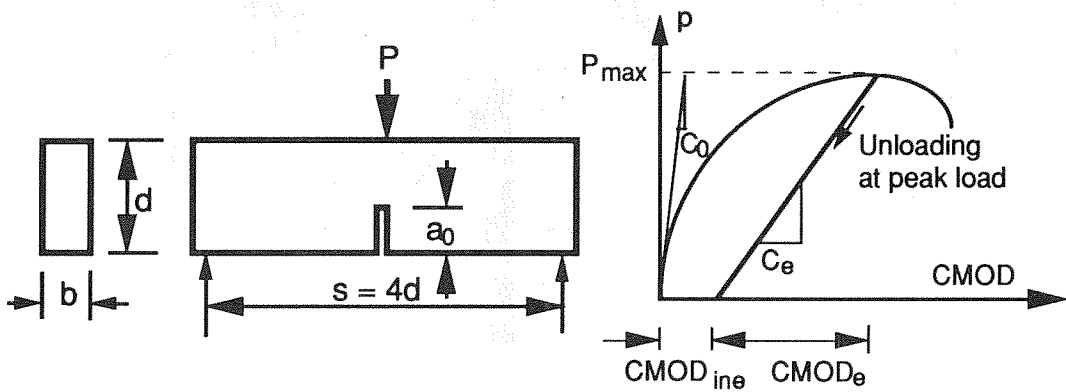


Fig. 5 Crack profiles from experimental measurement and from theoretical computation



(a) Fracture criteria:  $K_I = K_{Ic}^S$  and  $CTOD = CTOD_c$



(b) Determination of  $K_{Ic}$  and  $CTOD_c$  from  $C_0$  and  $C_e$  obtained in a notched-beam test ( $C_0$  and  $C_e$  are the initial compliance and the unloading compliance at the peak load, respectively)

Fig. 6 Two parameter fracture model

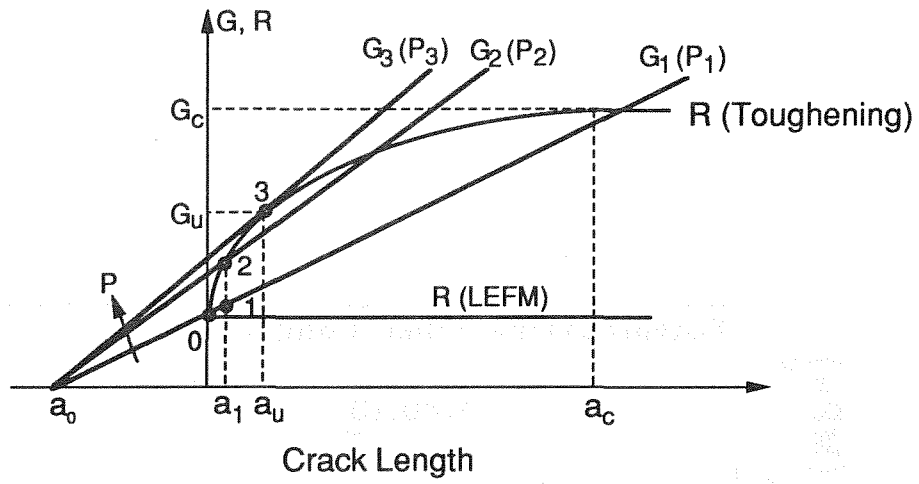


Fig. 7 Relationship between R and G Curves

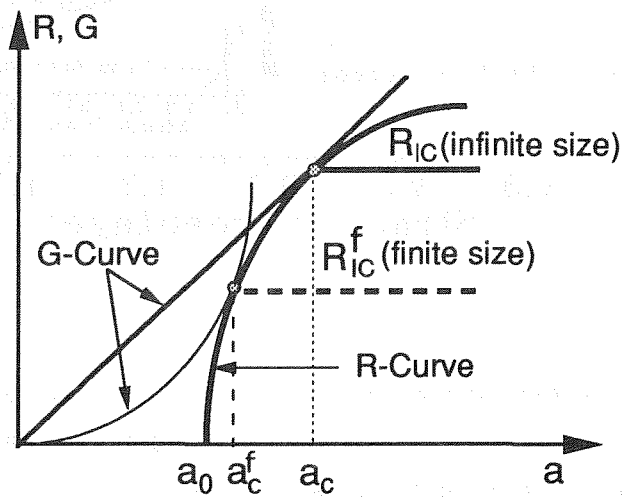


Fig. 8 Illustration of the proposed R-curve

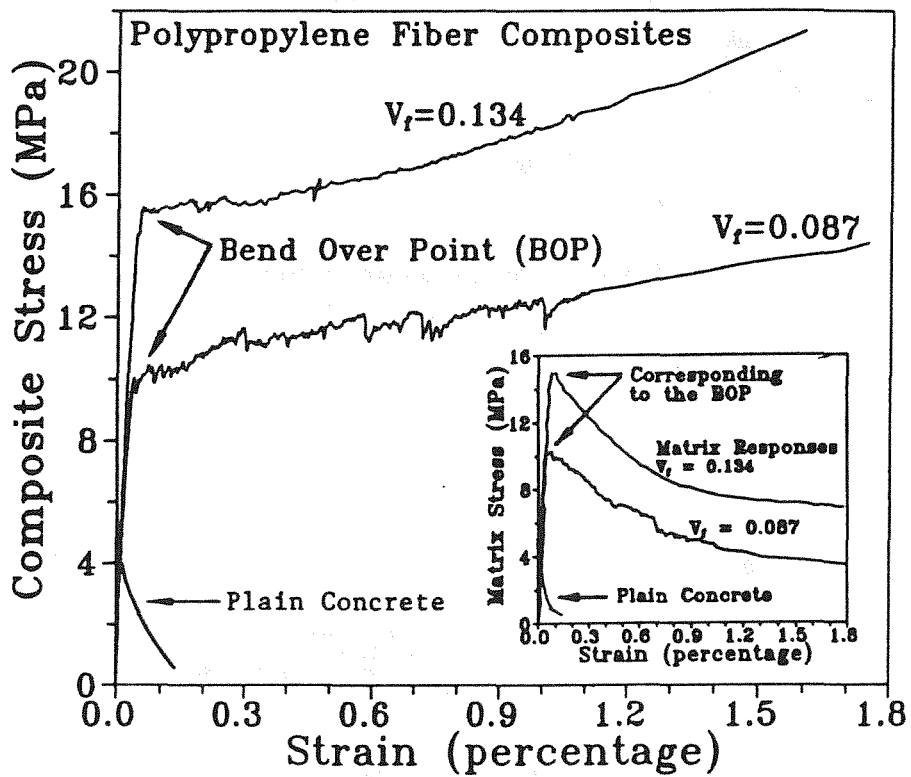
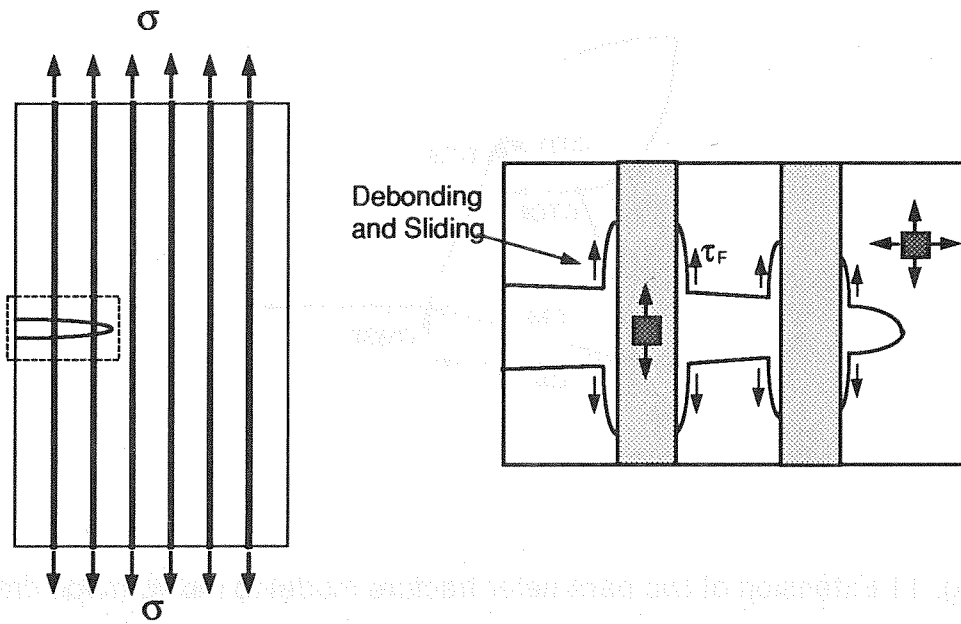


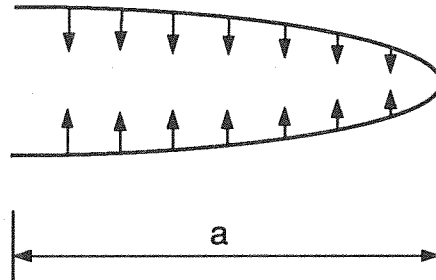
Fig. 9 Stress-strain response of the composite material plotted for two-volume fraction fibers. Computed response of the matrix phase is also shown in the inset





(a) Overall View of Specimen

(b) Debonding and Sliding Associated with a Crack



(c) Closing Pressure Used to Stimulate Effect of Fibers

Fig. 10 Fiber reinforced composite subjected to uniaxial tension

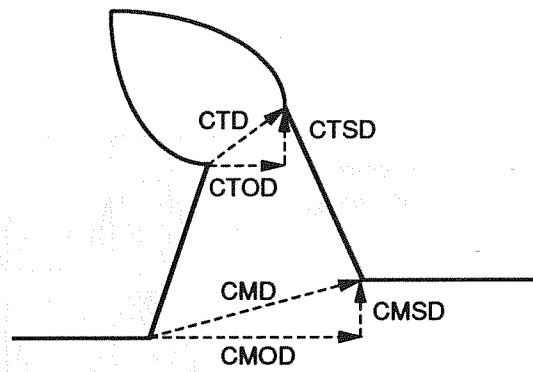


Fig. 11 Extension of two parameter fracture model to mixed mode crack

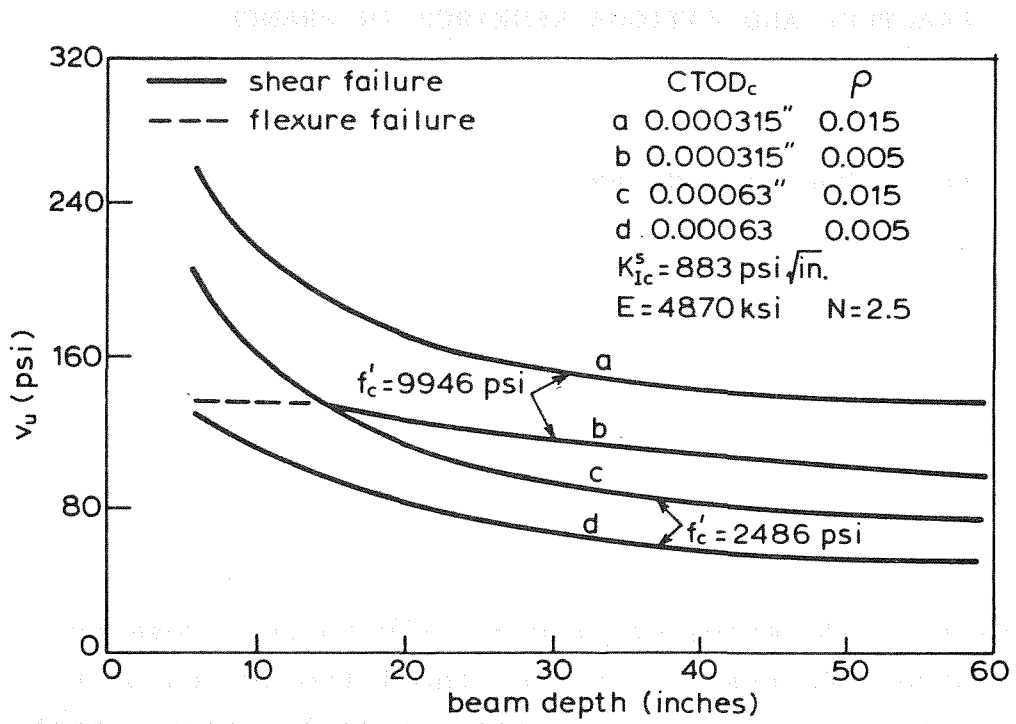


Fig. 12 Effect of beam size and longitudinal steel ratio on the shear strengths of reinforced concrete beams

**Fracture mechanics analysis of adhesive lap joints**

G.K.Hu F.Schmit\* D.François D.Baptiste

Laboratoire MMS-MAT URA 850 CNRS Ecole Centrale Paris

92295 CHATENAY MALABRY (France)

\* Centre de Recherche et d'Etudes D'Arceuil ETCA

16 bis Avenue PRIEUR DE LA COTE D'OR 94114 ARCUEIL(France)

**Abstract:**

The Rice Cherepanov  $J$  is calculated for a lap joint in pure shear. By setting  $J=J_c$  the critical value of  $J$  integral the fracture load of the joint is calculated for perfectly plastic behavior of the adhesive. The fracture load as function of over-lap length is evaluated both theoretically and experimentally. Three failure modes are given for the joint failure : for small over-lap length, joints fail by adhesive plastification; for middle one, joints fail by cracking and plastification in adhesive; for large one, joints fail by cracking in adhesive.

## 1 Introduction

For theoretical strength analyses of adhesive joints, different methods from the sciences of structural mechanics and strength of materials may be employed. These methods include linear elastic fracture mechanics[1] and elastoplastic fracture analyses[2,3], elastic and elastoplastic analyses together with some maximum stress or strain criterion[4].

An experimental device often adopted uses a single or double lap joint loaded in shear. The simplified analysis of Volkersen[5] allows under those conditions, by neglecting the bending of the adherents which remain elastic, to calculate the shear stress in the adhesive. The J-integral can then be calculated and this what we intend to show in order to provide a method of evaluation of the joint resistance to crack propagation.

Here in our paper, the major emphasis is given to nonlinear fracture mechanics analysis and to relate the fracture load as function of the overlap length to different fracture modes.

## 2 Fracture mechanics approach

A lap joint of length  $2l$ , width  $B$ , thickness  $h$  is shown in figure 1. The two adherents of thicknesses and Young moduli respectively  $h_1$  and  $h_2$ ,  $E_1$  and  $E_2$  are considered as linear elastic bars in pure tension and the adhesive is regarded as elastic / perfectly plastic pure shear medium. A force  $F$  is applied on each arm.

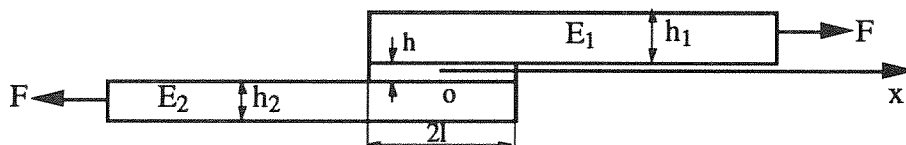


figure 1 Sketch of a lap joint

Choosing the center of the joint as the origin of the coordinate, we obtain easily the following basic equations:

$$\tau = h_1 s \frac{d\sigma_1}{dx} = -h_2 s \frac{d\sigma_2}{dx} \quad (1)$$

$$\sigma_1 = E_1 s \frac{du_1}{dx} \quad (2)$$

$$\sigma_2 = E_2 s \frac{du_2}{dx} \quad (3)$$

$$\sigma_1 h_1 s + \sigma_2 h_2 s = \frac{F}{w} \quad (4)$$

We consider a crack starting at one end of the joint (figure 2). A contour ABCDF along the joint is chosen as shown in figure 2.

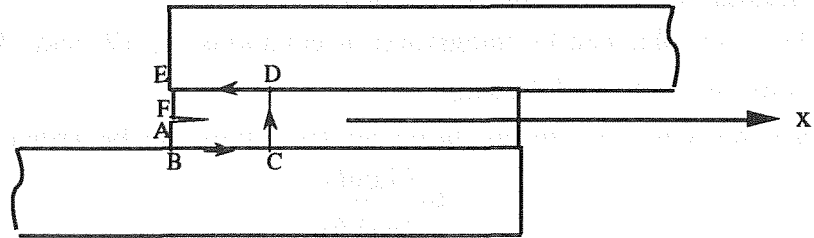


figure 2 Contour for the calculation of the J integral

The Rice Cherepanov J is calculated by:

$$J = \int_{ABCDEF} W(x)dy - (t_x \frac{du_x}{dx} + t_y \frac{du_y}{dy})ds \tag{5}$$

where  $W(x)$  is the strain energy density,  $t_x$  and  $t_y$  are the components of the stress on the contour, and  $u_x$  and  $u_y$  those of the displacement.

It reduces to

$$J = - \int_{BC} t_x \frac{du_x}{dx} dx + \int_{\infty} W(x)dy - \int_{DE} t_x \frac{du_x}{dx} (-dx) \tag{6}$$

or

$$J = \int_{BC} \tau(x) \frac{\sigma_2}{E_2} dx + W(x)h + \int_{DE} \tau(x) \frac{\sigma_1}{E_1} dx \tag{7}$$

because

$$\frac{du_1}{dx} = \frac{\sigma_1}{E_1} \text{ and } \frac{du_2}{dx} = \frac{\sigma_2}{E_2} \tag{8}$$

Using the relations (1) and the boundary conditions  $\sigma_2(-l/2) = F/Bh_2$  and  $\sigma_1(-l/2) = 0$ , the preceding integral (7) yields:

$$J = \frac{1}{2} \left( \frac{F}{B} \right)^2 \frac{1}{E_2 h_2} - \frac{1}{2} \frac{h_2}{E_2} \sigma_2^2 - \frac{1}{2} \frac{h_1}{E_1} \sigma_1^2 + W(x)h \tag{9}$$

It is easy to demonstrate that this integral is contour independent whatever the mechanical behavior of the adhesive, by showing that  $dJ/dx = 0$ . This results from the following:

$$W = \int_0^\tau \tau d\gamma \text{ and } \frac{dW}{dx} = \tau \frac{d\gamma}{dx} = \frac{\tau}{h} \frac{d(u_1 - u_2)}{dx} = \frac{\tau}{h} \left( \frac{\sigma_1}{E_1} - \frac{\sigma_2}{E_2} \right) \tag{10}$$

### 3° Symmetrical case with the perfectly plastic adhesive

We will consider the case where the two adherents are identical with two symmetric cracks at each end of the joint leaving  $2b$  of the undamaged adhesive.

$$h_1 = h_2 = h_s \quad E_1 = E_2 = E_s$$

The calculation of the stress should be made using the effective overlap length as the stress relaxed in the cracked region.

### 3.1 shear stress and strain distribution

The result obtained by integration of equations (1), (2) and (3) is well known [6,7], which is summarized in the following:

when the adhesive remains elastic, the shear stress can be written

$$\tau = \frac{F\lambda \operatorname{ch}(\lambda x)}{2wsh(b\lambda)} \quad (11)$$

where

$$\lambda = \sqrt{\frac{2G_c}{hE_s h_s}}$$

The applied force corresponding to adhesive yield is obtained by setting  $\tau = \tau_y$  for  $x = b$ , yields

$$F_y = \frac{2\tau_y th(b\lambda)}{\lambda} \quad (12)$$

The shear strain in the adhesive can be easily obtained using the adhesive constitutive equation.

When  $F > F_y$ , plastic zones will spread from joint ends. Assuming that  $x_p$  is the coordinate of plastic zone head from joint center ( figure 3 ), In the plastic zone ( $x > x_p$ ), the shear stress remains constant:

$$\tau = \tau_y \quad x_p \leq x \leq b \quad (13)$$

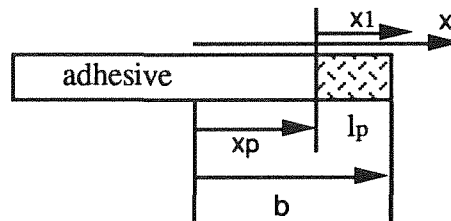


figure 3 Local reference frame with plastic zone

In the elastic region, the shear stress is obtained from the boundary condition  $\tau = \tau_y$ ;  $x = x_p$ :

$$\tau = \frac{\tau_y \operatorname{ch}(\lambda x)}{\operatorname{ch}(\lambda x_p)} \quad 0 \leq x \leq x_p \quad (14)$$

$x_p$  is determined using the equilibrium equation of the joint:

$$\frac{\tau_y th(\lambda(b-l_p))}{\lambda} + \tau_y l_p = \frac{F}{2w} \quad (15)$$

where  $l_p = b - x_p$

Equations (13), (14) and (15) give the shear stress distribution in a plastic joint.

Shear strain in elastic region is straightforward. In the plastic zone, the shear stress remains constant, but the shear strain in the adhesive is constrained by the adherents. The shear strain in the adhesive is obtained [7] after the calculation of the strain in the adherents :

$$\gamma = \frac{\tau_y}{G_c} + \left( \frac{Fx_1}{wh_s E_s h} - \frac{\tau_y(2l_p x_1 - x_1^2)}{hh_s E_s} \right) \tag{16}$$

where  $x_1$  is the coordinate with the origin at the head of the plastic zone ( figure 3 ).

**3.2 calculation of integral J**

A special enclosed path along the plastic zone is used for calculating the J integral. Using the shear stress and strain distribution determined previously , equation (9) gives:

$$J = \frac{\tau_y^2}{2G_c} h + \frac{F\tau_y l_p}{wh_s E_s} \frac{\tau_y^2 l_p^2}{h_s E_s} \tag{17}$$

when  $l_p=l$ , the adhesive is totally plastic, equation ( 17 ) ceases to be valid, the failure load of the joint is simply equal to the limit load.

The J-integral and the plastic zone size as function of the adhesive thickness is shown in figure 4 for  $E_s=7300\text{MPa}$ ,  $G_c=712\text{MPa}$ ,  $h_s=5.75\text{mm}$ ,  $\tau_y=24\text{MPa}$ ,  $l=25\text{mm}$ ,  $l-b=0.5\text{mm}$  and under applied force  $F/w=0.75\text{MN/m}$  .

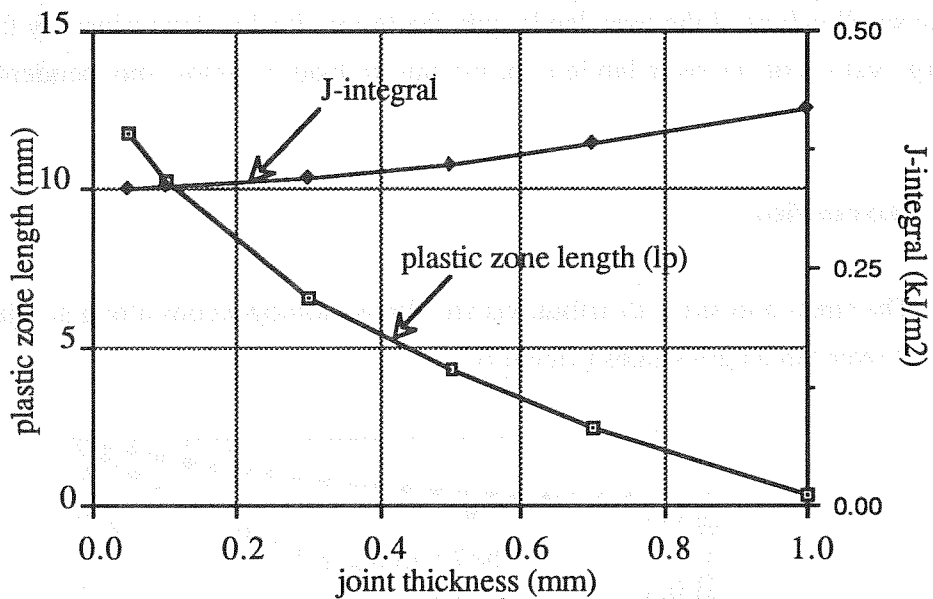


figure 4 Variation of J-integral and plastic zone length as function of over-lap length

For a constant applied force, the plastic zone is larger and J-integral is smaller for thinner joints. If we apply the criterion  $J=J_c$  to determine the joint strength, It is found that the joint strength decreases with the adhesive thickness, but for the large over-lap length values, J is less sensible to the adhesive thickness [8].

The joint strength as function of the over-lap length is shown in figure 5 ( $J_c=0.33\text{kJ/m}$ ,  $l-b=h=0.5\text{mm}$ , and the other parameters remain unchanged ).



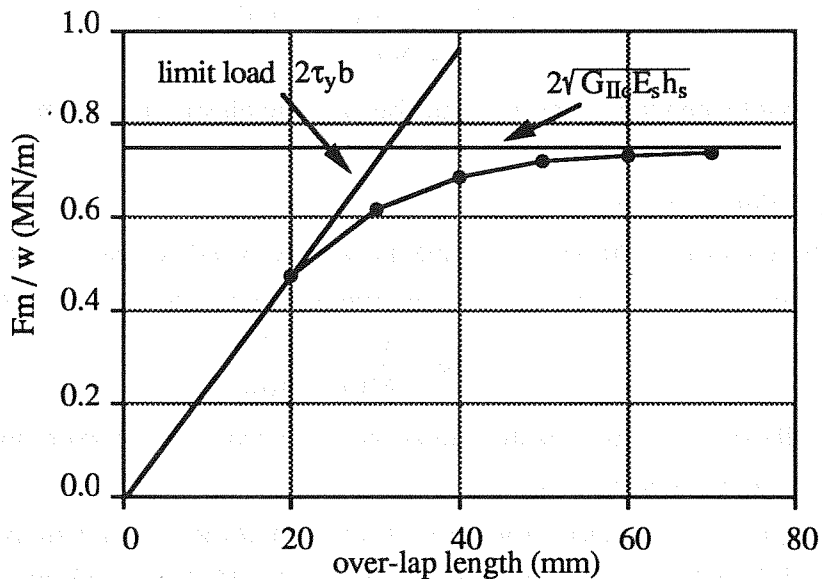


figure 5 Joint strength variation as function of over-lap length

For the small values of the over-lap length, the failure load is determined by the limit load; for the large values of the over-lap length, the failure load is almost independent of the over-lap length.

#### 4 Discussion

The stress and strain distributions are almost homogeneous along all the joint length for the small over-lap length values ( figure 6 ).

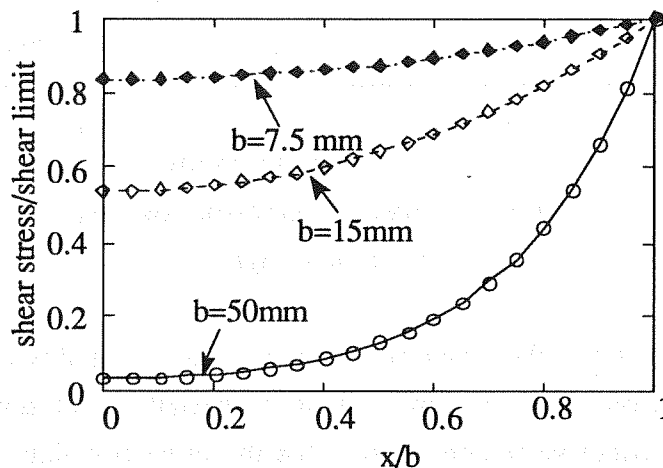


figure 6 Shear stress distribution in joint as function of over-lap length (for the case where the shear stress at the joint end reaches shear limit)

In this case, shear stress or shear strain reaches ultimate value almost simultaneously, therefore failure load is determined by plastification of the adhesive, it is proportional to the over-lap length of the joint ( $2\tau_y b$ ).

For the large values of the over-lap length, the concentrated shear strain zone is localized near the ends of joint. Adhesive plastification and crack initiation may occur at about the same moment because of the high concentrated shear strain. In such case, the plastic zone can be neglected owing to crack presence. Joint strength is governed only by the cracking resistance in the adhesive and the linear fracture mechanics can be applied. We choose a half joint (figure 7), a crack of the length  $a$  is taken into account by increasing upper adherent length and reducing the lower one.

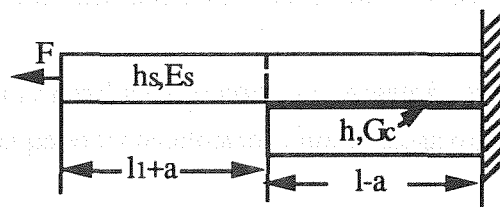


figure 7 model of joint cracking

Joint compliance can be written as follows :

$$c = \frac{(l_1+a)}{E_s w h_s} + \frac{(l-a)}{E_{eff} w h_{eff}} \tag{18}$$

where  $E_{eff}$  and  $h_{eff}$  are the modulus and the thickness of non cracking part of the joint.

$$E_{eff} = \left( \frac{2h_s E_s}{2h_s+h} + \frac{h E_c}{2h_s+h} \right) \approx E_s \tag{19}$$

$$h_{eff} = 2h_s + h \approx 2h_s \tag{20}$$

Using the relation between the compliance and the energy release rate in the case of the linear fracture mechanics, we have:

$$G = \frac{F^2 \partial c}{2w \partial a} = \frac{F^2}{4w^2 E_s h_s} \tag{21}$$

The joint strength is obtained by setting the criterion  $G = G_{IIc}$  :

$$\frac{F_m}{w} = 2 \sqrt{G_{IIc} E_s h_s} \tag{22}$$

Obviously from equation (22), the joint strength is independent of the over-lap length, and it increases with the critical energy release rate of the adhesive. This result can be found as a special case of the J integral approach for the large values of the over-lap length. In fact, for the large values of the over-lap length, equation (15) becomes:

$$\frac{F}{2w} \approx \tau_y l_p + \frac{\tau_y}{\lambda} \quad (23)$$

Replacing  $l_p$  obtained from equation (23) to equation (17), we obtain for J-integral:

$$J = \frac{F^2}{4w^2 E_s h_s}$$

The same expression for G and J is found for large over-lap joints.

For the middle values of the over-lap length, joint strength is determined by cracking and plastification in the adhesive, and the nonlinear fracture mechanics needs to be used.

Nonlinear fracture mechanics approach gives an unified approach for the different joint fracture modes including plastification, plastification and cracking and cracking of the adhesive joints. The joint strength is determined, in our approach, by two mechanical parameters of the adhesive ( shear modulus, shear yield stress ) and one fracture parameter ( critical energy released rate  $J_c$  ).

It should be noted that J-integral criterion differs from those of maximum shear stress and strain. In fact the maximum shear strain is calculated from equation (16) by setting  $x_1=l_p$ :

$$\gamma_{\max} = \frac{\tau_y}{G_c} + \left( \frac{F l_p}{w h_s E_s h} - \frac{\tau_y l_p l_p^2}{h h_s E_s} \right) \quad (24)$$

the following relation between maximum shear strain and J-integral is found:

$$J = h \tau_y \left( \gamma_{\max} - \frac{\gamma_e}{2} \right) \quad (25)$$

where  $\gamma_e$  is the elastic shear strain of the adhesive.

## 5 Experimental analysis

Experiments are carried out to validate the preceding analyses. Double-lap equilibrium joints are examined for two epoxy adhesives (ECCOBOND45LV, ESP110). The adherent is aluminium alloy with modulus 70000MPa and the characteristics of the adhesives are shown in figure (8).

The comparison results are shown in figure (8).

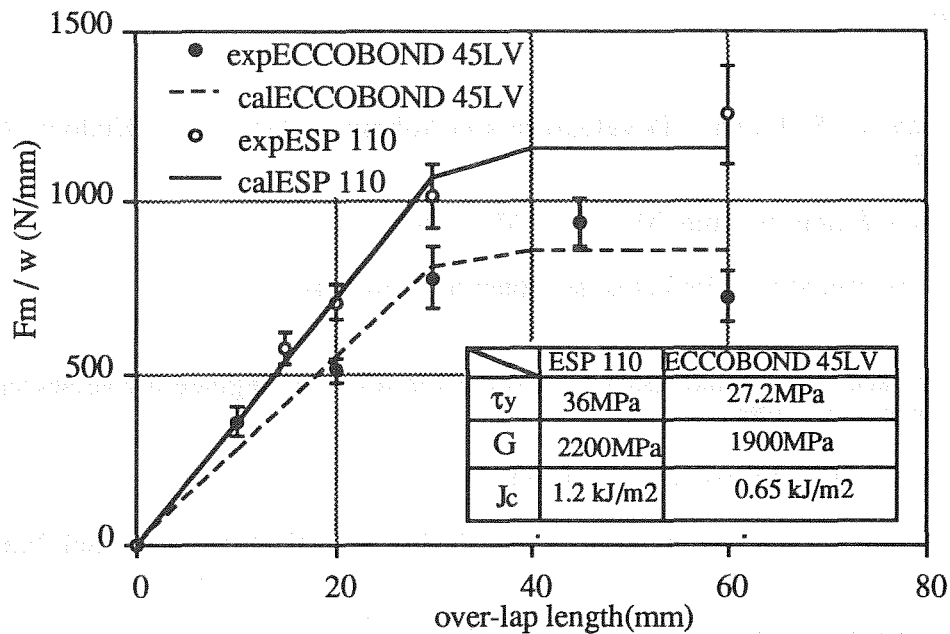


figure 8 Comparison between experiment and modelling

A good agreement between the experiments and the modelling is obtained.

## 6 Conclusion

Three failure modes can explain the joint strength variation as function of over-lap length: for the small values of the over-lap length, joints fail by adhesive plastification; for the middle ones, joints fail by plastification and cracking in the adhesive, and for the large ones, joints fail by cracking. The non-linear fracture mechanics method can offer an unified approach for these three types of joint failure. The joint strength is determined completely by two mechanical parameters of the adhesive ( shear modulus and shear yield stress ) and one fracture parameter ( critical energy released rate  $J_c$  ). The experimental results confirmed the present analyses. An advantage of this closed form analyses is that parametric studies can be easily made for engineering design.

## References

1. A. J. Kinloch and S. J. Shaw, Developments in Adhesives-2 (Ed. A. J. Kinloch, Appl. Sci. Publ., 1981) p.83.
2. S. E. Yamada, Engng Fracture Mech. 29, 673 (1988).
3. G.K.Hu, F. Schmit and D. François, accepted by J. Adhesion
4. R. D. Adams and W. C. Wake. Structural Adhesive Joints in Engineering (Elsevier Applied Science Publishers Ltd 1984).
5. O. Volkersen, Luftfahrtforschung 15, 41 (1938).
6. L. J. Hart-Smith, Developments in Adhesives-2 (Ed. A. J. Kinloch, Appl. Sci. Publ., 1981) p.1.
7. G. Waagepetersen, J. adhesion 27, 83 (1989).
8. G.K.Hu, Ph. D Ecole Centrale Paris, 1991

## AN INDIRECT ESTIMATION OF THE DUCTILITY OF ZIRCONIUM HYDRIDE

J.B. BAI, C. PRIOUL and D. FRANÇOIS

Lab. MSS/MAT, CNRS URA 850, Ecole Centrale Paris  
92295 Châtenay Malabry Cedex France

### Abstract

According to our investigation about the influence of hydrides on the mechanical properties of Zircaloy-4 in different metallurgical states, it is the ductility of hydrides that controls the behavior of Zircaloy-4 when the hydride volume fraction is higher than a certain value. This value often relates to the formation of a continuous network of hydrides. The present work intends to show some evidence of a brittle ductile transition of zirconium hydride between 20°C and 350°C. The tensile tests were carried out at room temperature (20°C) and 350°C on the tensile specimens containing up to 2020 ppm wt% H. At these two temperatures, the effect on strength of increasing hydrogen concentration (abbreviated as  $C_H$ ) is not significant in all the range tested. However, the ductility is greatly influenced by the hydrides. The hydrided specimens become brittle at 20°C for  $C_H$  higher than 100 ppm wt%, but remain ductile for the same  $C_H$  values at 350°C. However, the ductility (elongation) is reduced to zero (ductile-brittle transition), when a critical  $C_H$  (about 2020 ppm wt%) is reached. A change of fracture appearance has been observed as a function of  $C_H$  values. Some possible explanations of the brittle behavior of hydrided Zircaloy-4 at 350°C are suggested. The first is the thickening process of hydride, the second being the precipitation of brittle  $\epsilon$  phase hydride. A method allowing the determination of the hydride properties, without recouring to bulky hydride specimen is thus proposed.

### INTRODUCTION

Despite considerable scientific and engineering interests in the study of the mechanical properties of metal hydrides, especially zirconium hydrides, because of their essential role in the hydrogen embrittlement of some alloys, information is available only for a few binary hydrides [1]. Some evidence for plastic deformation in compression was observed, particularly at temperature above 300 K; the response to a tensile stress is generally a brittle fracture. The tensile ductility is an important parameter. It is, however, difficult and expensive to produce bulky hydrides and to carry out tensile test on them.

According to our investigation about the influence of hydrides on the mechanical properties of Zircaloy-4 in different heat treated states, it is the ductility of hydrides that controls the behavior of Zircaloy-4 when the hydride volume fraction is higher than a certain value [2,3]. This value often relates to the formation of a continuous network of hydrides. The brittle fracture follows this network [2]. For the  $\beta$  treated state, especially, hydrides precipitate at the interfaces of lamellae in the large prior- $\beta$  grains. The fracture localizes thus within the interfacial hydrides in unfavorably oriented grains, perpendicular to the tensile stress, when they are brittle. The present work intends to show some evidence of a brittle ductile transition of zirconium hydride between 20°C and 350°C, using tensile tests, metallography and image analysis on  $\beta$  treated Zircaloy-4, assuming a relationship between the brittleness of the hydrides and that of the alloy. Some possible explanations of the brittle behavior of hydrided Zircaloy-4 at 350°C are also suggested.

## EXPERIMENTAL PROCEDURE

### Material and Tensile Test :

Tensile specimens used in this study were taken from 0.5 and 3.1 mm thick Zircaloy-4 sheets. The composition of the material and the specimen size are shown in Table 1 and Fig. 1, respectively. Zircaloy-4 was 38% cold-rolled and then  $\beta$  treated (1030°C, 2 min followed by air quenching). A random distribution of basal poles was observed.

The tensile tests were carried out at room temperature (20°C) and 350°C on a screwdriven Instron machine. The specimens were loaded at an engineering strain rate of  $4 \times 10^{-4}$ /s.

Table 1 Chemical composition of Zircaloy-4 (wt%)

Sn	Fe	Cr	O	H
1.50	0.22	0.10	0.13	$\leq 5$ ppm

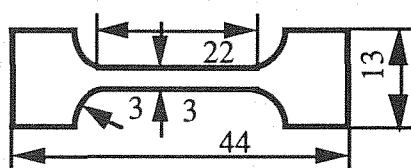


Fig. 1. Tensile specimen geometry

### Hydrogenation and Control :

The material was gaseously hydrided at 400°C in an apparatus at a pressure of 0.12 MPa for different durations. After charging, the hydride distribution was examined by optical metallography. For each specimen, after tensile testing, offcuts near the fracture surface were taken for  $C_H$  analysis at 850°C, using a vacuum desorption technique.

### Hydride Morphology Study :

The hydrides are totally localized at the interfaces of the  $\alpha$ -phase lamellae in the large prior- $\beta$  grains. Hydride thicknesses range from 0.1 to 1  $\mu\text{m}$  according to our TEM analyses [3].

## TENSILE TEST RESULTS

### Tensile Test :

We have tested  $\beta$  treated specimens containing up to 2020 ppm wt% H, at 20 and 350°C. At these two temperatures, the effect on strength of increasing  $C_H$  is not significant in all the range tested [2,3]. However, the ductility is greatly influenced by the hydrides. The hydrided specimens become brittle at 20°C for hydrogen concentration (abbreviated as  $C_H$ ) higher than 100 ppm wt% H, but remain ductile for the same  $C_H$  values at 350°C. However, the ductility (elongation) is reduced to zero (ductile-brittle transition), when a critical  $C_H$  (about 2020 ppm wt%) is reached, as shown in Fig. 2.

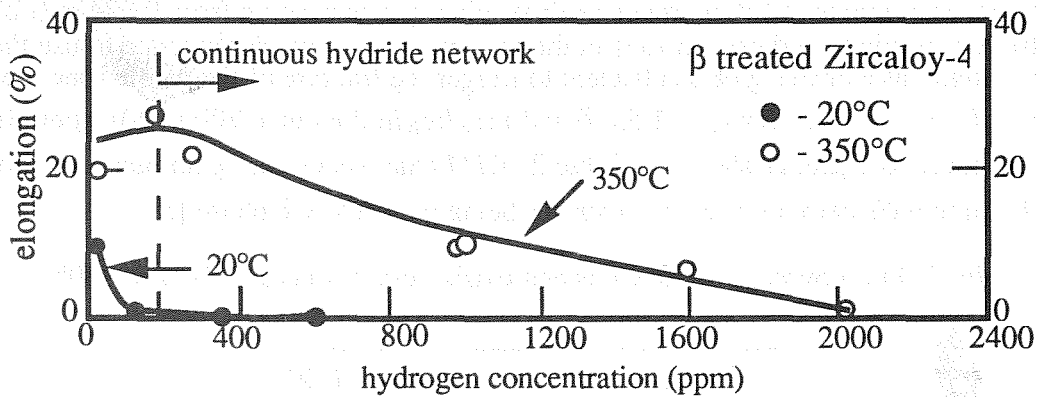


Fig. 2. Influence of hydrides on the ductility of  $\beta$  treated Zircaloy-4 at 20°C and 350°C

**Fracture micromechanisms :**

Metallographic analyses showed that hydride precipitation sites are limited at the interfaces of lamellae. In Fig. 3 is shown the fracture surface observed by SEM after tensile test at 20°C, for a specimen containing 270 ppm wt% H. It is the decohesion at the interfaces of lamellae that is the main fracture mechanism, showing that the hydrides are brittle at this temperature. At 350°C, metallographic observations below the fracture surface reveal that the fracture mechanism is a function of  $C_H$ . For specimens with low and medium  $C_H$ , the fracture is of ductile type with cavity nucleation and coalescence, as shown in Fig 4A. The hydrides now are capable of some plastic deformation. A change of fracture appearance has been observed for  $C_H$  about 1600 ppm wt%, with shear cracking and ductile tearing fracture, see Fig. 4B. For specimens with very high  $C_H$  the fracture path strictly follows the interfacial continuous hydride network (Fig. 4C).

**MODELLING (FULL COVERAGE MODEL)**

The above observations suggest that when a critical hydrogen composition  $C_{HT}$ , corresponding to the full coverage of the prior  $\beta$  grains boundaries and interfaces of lamellae, is reached, the ductility of the alloy is controlled by the one of hydrides. Consequently, the hydrided specimen becomes completely brittle when the hydrides themselves are brittle.

The present authors have proposed an upper-limit model to predict the hydride volume fraction corresponding to the formation of this continuous network [2].

The grain boundary length  $L^*$  per unit area can be measured by image analysis, from which can be deduced the grain boundary surface  $S^*$  per unit volume as  $S^* = 4 L^* / \pi$ . If  $h$  is the hydride thickness at the boundaries or interfaces, a relation can be easily found between the critical composition  $C_{HT}$  and the composition  $x$  of the hydrides  $ZrHx_L$  :

$$C_{HT} \text{ (ppm)} = \frac{x_L}{x_L V_f + 91} 10^6 V_f \tag{1}$$

The local hydrogen concentration  $x_L$  at the interfaces and the volume fraction of hydrides for full coverage are given by:

$$V_f = S^* h = \frac{4}{\pi} L^* h, \quad x(\text{local}) = \frac{x(\text{global})}{V_f} \tag{2}$$



The measurements of  $L^*$  by image analysis give values ranging from 0.094 to 0.210  $\mu\text{m}^{-1}$  for different locations and orientations in the specimen. It seems appropriate to use the lower boundary length, as a brittle spot is sufficient to trigger the fracture of the whole specimen. With this regard,  $C_{HT}$  calculated for  $x_L = 1.53$  ( $\delta$  hydride) lies in the range 200 to 2010 ppm for the  $h$  ranging from 0.1 to 1  $\mu\text{m}$ , as shown in Table 2. TEM analysis on the specimens containing  $C_H$  up to 1200 ppm wt% demonstrates the hydrides being principally  $\delta$  phase [3].

Table 2. Full-coverage calculations and tensile tests results at 20°C and 350°C

$L^*$ ( $\mu\text{m}^{-1}$ )	0.094 - 0.210
$h$ (hydride thickness, $\mu\text{m}$ )	0.10 - 1.0
$C_{HT}$ ppm (calculated)	200 - 2180
$C_{HT}$ ppm (tensile test at 20°C)	200
$C_{HT}$ ppm (tensile test at 350°C)	2020

## DISCUSSION and CONCLUSION

In the general case of isothermal hydriding, hydrides would become thicker if hydrogen is continuously supplied. Nevertheless, due to the high volume change during the hydride precipitation in Zircaloy, this thickening process could be limited by the difficult accommodation of the misfit between the two phases due to high local compression stress. Consequently, for the very high  $C_H$ , the precipitation of  $\epsilon$  phase hydride would be favorable based on the minimization of the total hydride phase transformation energy.

Equations 1 and 2 yield a relation between the stoichiometry  $x$ , the hydride thickness  $h$  and the global hydrogen concentration  $C_H$ :

$$\frac{4}{\pi} L^* h = \frac{1}{x_L} \frac{91 C_H}{10^6 - C_H} \quad (3)$$

As shown in figure 2, at 350°C,  $\beta$  treated Zircaloy is completely brittle when  $C_{HT}$  equals to 2020 ppm. This critical concentration corresponds to either critical thickness  $h$  for a given stoichiometry  $x$  or vice versa. For perfect stoichiometric  $\delta$  hydrides  $Zr_3H_5$  ( $x=1.66$ ) the critical thickness at 350°C would be 0.94  $\mu\text{m}$ . Fig. 5 shows the critical value range of either  $h$  or  $x$ . Probably, it can be suggested that  $\delta$  phase hydrides are ductile, but  $\epsilon$  phase hydrides are brittle at 350°C. At present it is difficult to decide which is the essential parameter. More detailed studies of the hydride thickness by TEM observation and hydride phase determination for very high  $C_H$  would be needed. However it can already be stated that such a method allows the determination of the hydride properties, without recouring to bulky hydride specimen. In fact,  $C_H$  up to 2150 ppm can fulfil those two conditions.

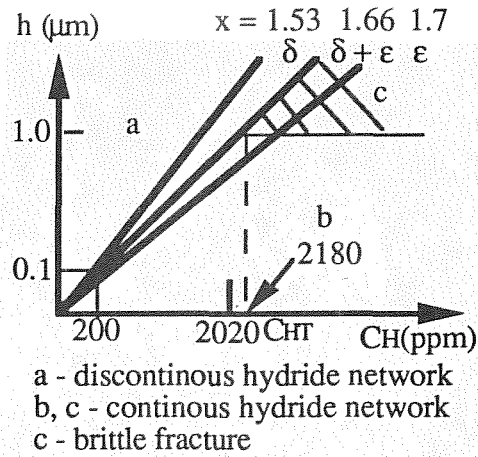


Fig. 5. Relationship between  $h$  and  $C_H$  for stoichiometric  $x$  range.

REFERENCES

- [1] H.K.Birnbaum, J. Less-Common Metals 104 (1984) p.31.
- [2] J.B.Bai, C.Prioul and D.François : Proc. of ICM-6 (Japan, July 28-August 2, 1991), WS8e4, p.731-736.
- [3] J.B.Bai, Ph.D Thesis (1991), Ecole Centrale Paris.

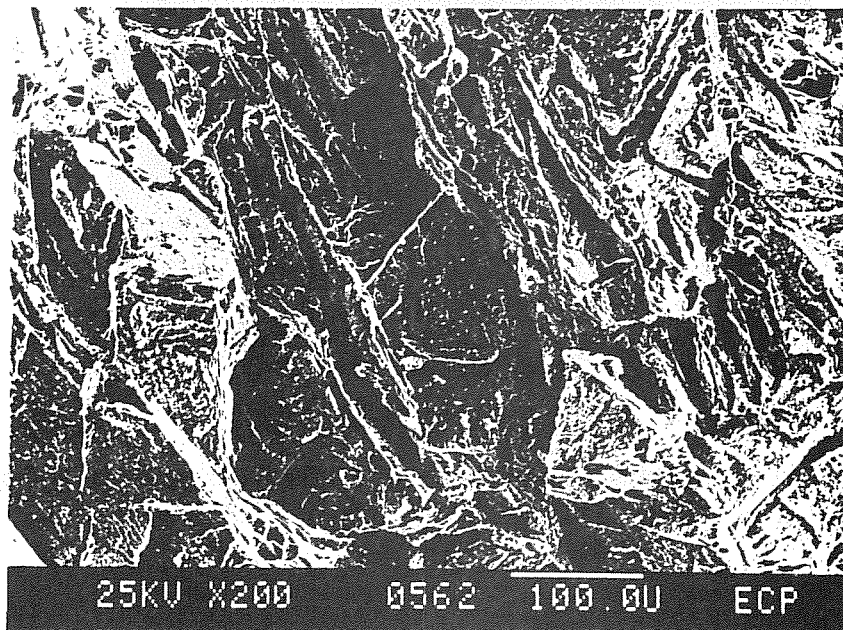


Fig.3 Fracture surface of  $\beta$  treated Zircaloy-4 specimen tested at 20°C (270 ppm wt H).

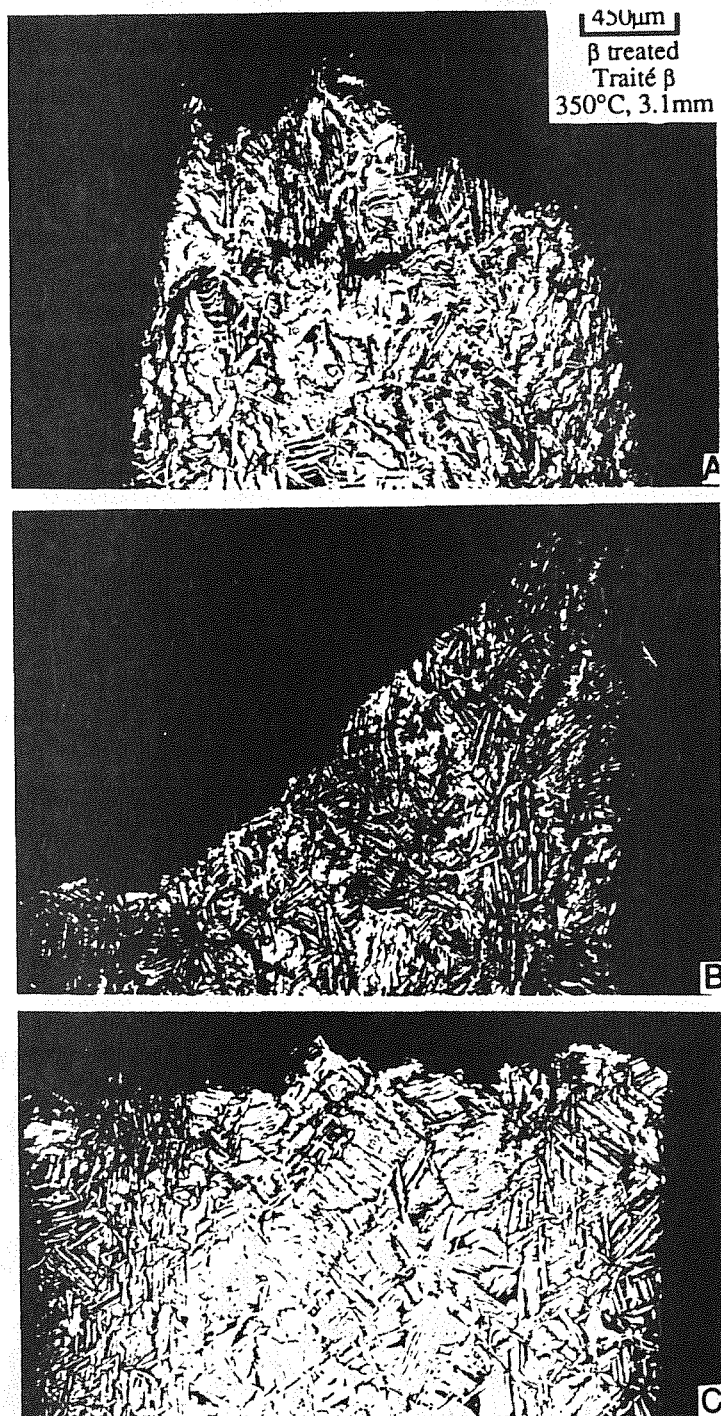


Fig. 4. Profiles of the fracture manner and cracking path for  $\beta$  treated Zircaloy-4 specimens tested at 350°C : A - 270 ppm, B - 1660 ppm, C - 2020 ppm wt H.

**DYNAMIC FRACTURE ENERGY MEASUREMENTS IN HYDROGENATED AUSTENITIC STAINLESS STEELS AT 300°C.**

M. Habashi\*\*, J. Sojka\*, M. Tvrđý\*, J. Galland\*\*, L. Hyspecká\*.

\* Research Institute of Vitkovice, Ostrava, Czechoslovakia.

\*\* Ecole Centrale Paris, C.F.H. lab., Chatenay-Malabry, France

**Résumé.** Les ruptures effectuées par l'hydrogène pour divers aciers inoxydables sensibilisés sont comparées avec les défauts rencontrés sur les réacteurs nucléaires PWR ou BWR. L'hydrogénation est réalisée à 300°C par électrolyse de l'eau injectée dans un bain de sels fondus. Des essais de résilience instrumentés ont été effectués à -180°C. On constate que l'hydrogène affecte principalement la cohésion des joints de grains de l'austénite. D'autres modes de rupture ont été également détectés : joints de mâcles, interfaces phase  $\sigma$  et inclusions avec la matrice.

**Abstract.** Hydrogen embrittlement of various sensitized stainless steels was compared with actual defects found in components of PWR or BWR type nuclear plants. Hydrogen charging was performed at 300°C by electrolysis in a bath of molten salts. Impact toughness instrumented tests were carried out at -180°C. It was found that hydrogen affects mainly cohesion of the austenite grain boundaries. In order of importance other paths of fracture were detected : boundaries of annealing twins,  $\sigma$  phase and inclusions - matrix interfaces.

## 1. INTRODUCTION

One of unclarified problems about the stress corrosion cracking (SCC) of austenitic stainless steels in water at high temperatures and pressures is the role which hydrogen plays in this process [1]. Hydrogen, released by the anodic dissolution of metal at the crack tip, can in particular weaken all the phase boundaries and interfaces. These include grain boundaries, boundaries of annealing twins, interfaces between austenite and ferrite. Other internal surfaces arise during deformation processes, as interfaces between austenite and deformation - induce martensite or as the boundaries of slip bands or deformation twinning. In all of these types of boundaries, we may assume that hydrogen embrittlement (HE) and SCC processes involve particularly the high angle boundaries, which may have been previously weakened by precipitation of carbides or segregation of impurity elements such as phosphorous [2]. If the precipitates are chromium-rich  $M_{23}C_6$  carbides, one might under certain time and

temperature conditions expect the formation of Cr-depleted zones ; undercooling or deformation of these zones might even induce local martensitic transformation [3, 4].

The work reported in this paper exploited a previously evolved technique of electrolytic hydrogen in a bath of molten salts [5] to investigate the HE susceptibility of type 304L, 321, 347 and A-286 steels. The initiation and propagation energies were measured in the case of 347 steel at different sensitization temperatures in the absence or in the presence of hydrogen. The findings thus obtained about the nature of the damage were then compared with actual found in components of type PWR or BWR nuclear power plants (NPP).

## 2. MATERIALS AND TECHNIQUES

The chemical compositions of the examined steels are listed in table 1.

Table 1

Steel	304L		321	347		A-286	
Heat	A	B	D	E	F	G	
C	0.026	0.015	0.080	0.026	0.038	0.007	
Mn	1.790	1.310	1.400	1.620	1.270	0.010	
Si	0.340	0.550	0.470	0.310	0.710	0.008	
P	0.023	0.038	0.012	0.031	0.018	0.003	
S	0.011	0.013	0.007	0.007	0.003	0.003	
Ni	10.300	11.330	9.670	9.280	26.200	26.100	
Cr	18.520	17.600	17.480	18.470	15.200	15.200	
Ti	-	-	0.540	0.520	2.100	2.100	

All the investigated materials were processed into plates of various thicknesses, which were then annealed at 1050°C for the 304 L and 347 grades, 1020°C for the 321 and 980°C for the A-286 steels. Notch toughness specimens taken from these plates were in the laboratory subjected to sensitizing anneals at 500 to 1100°C, which lasted up to 100 hours. The Charpy V - notch specimens were hydrogenated at 300°C in a molten salts mixture of NaHSO<sub>4</sub>, KHSO<sub>4</sub> and Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> with continuous injection of water, at a potential of -2V/(Ag) during 20 hours [5]. After cooling down to -196°C, impact toughness instrumented tests were performed at -180°C.

3. RESULTS AND DISCUSSION

**Grade 304L :** HE reached a maximum effect after sensitizing anneals at 700°C (figure 1). The resultant fractures were up to 95% intergranular. Greater magnifications revealed, however, that the failure micro-mechanism had been either intergranular quasi-cleavage of the kind typical for fractures in martensite [5]. The sensitization process was observed to be strongly dependent on the carbon contents (heats A and B).

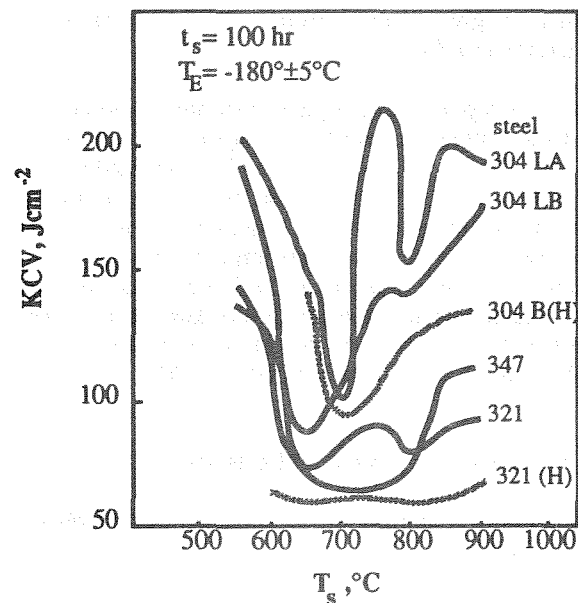


Figure 1 : Impact energy versus  $T_s$  for 304L, 321 and 347 steels. (H)  $\equiv$  with hydrogen.

**Grade 321 :** In this steel the susceptibility to HE was practically related to the temperature of the previous sensitizing anneal (figure 1). The failure mode was intergranular after annealing at 650 to 800°C, when the austenite grain boundaries already showed signs of the presence of  $M_{23}C_6$  carbides.

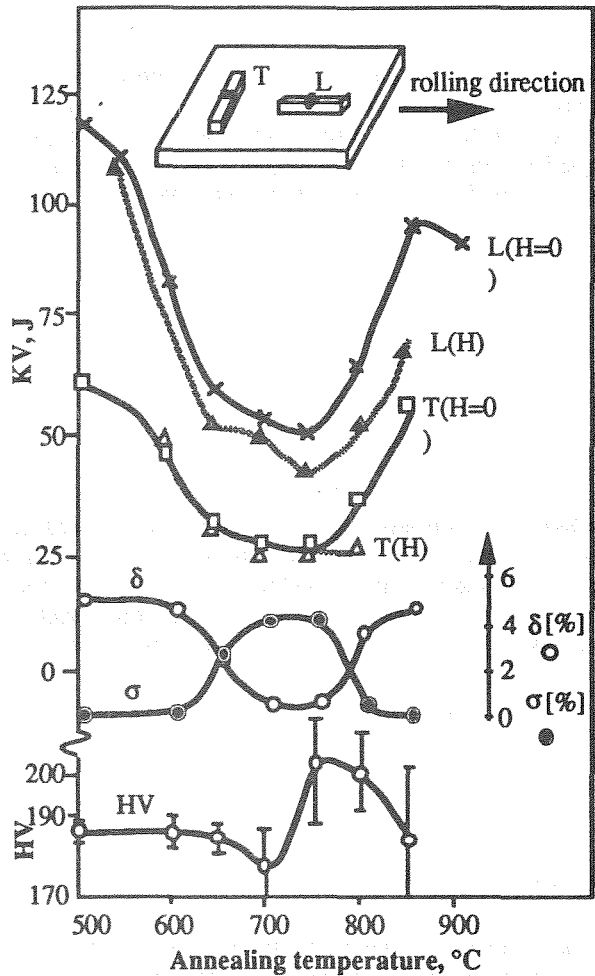


Figure 2 : Effect of sensitization annealing (100 hrs) on the toughness energy of 347 stainless steel with and without H.

**Grade 347 :** The degree of HE of this steel remains roughly constant as in the 321 grade. However, grade 347 steel is sensitive to the annealing temperature, especially after longer annealing times, even in the absence of hydrogen. Consequently its notch toughness displays a fairly marked minimum at 750°C. The fracture surfaces found in hydrogen charged specimens were mainly transgranular ductile and, to small extent, intergranular brittle. An important finding is the great difference between notch toughness levels in the transversal (T) and the longitudinal (L) directions (figure 2). The ratio between the two levels corresponding to T and L directions depends also on the annealing temperature and has a minimum value at 750°C. Quantitative analysis of the presence of both  $\delta$  ferrite and  $\sigma$  phases reveal that the minimum

toughness level corresponds to the maximum of  $\sigma$  phase percentage. It is shown in figure 2 that hydrogen embrittles this steel in the L direction while it is not the case in the T direction except for anneal at 800°C. This fact is confirmed by comparison of "load displacement" curves, obtained in the presence and absence of hydrogen (figure 3).

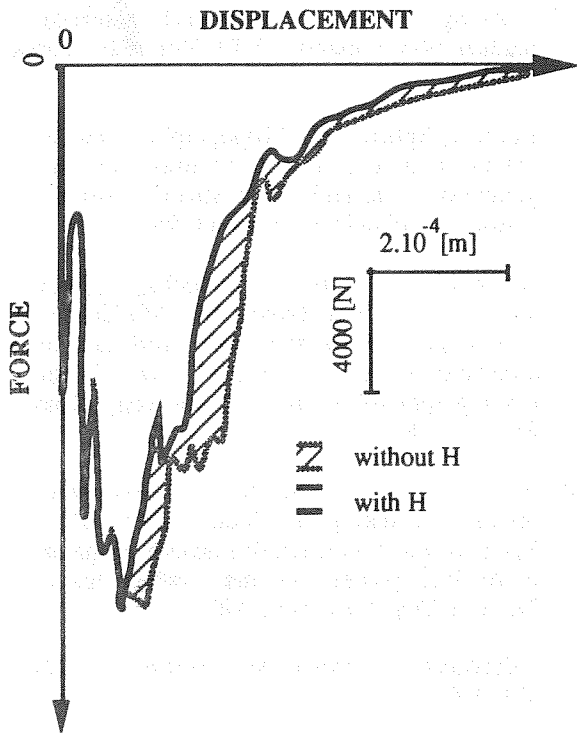


Figure 3 : Impact energy for 304L annealed at 800°C with and without hydrogen.

**Grade A-286 :** This steel with deformation-stable austenite displayed a definite dependence of its impact toughness on the previous annealing temperature, but also marked differences of carbon and impurity elements (see table 1 and figure 4). Subsequent hydrogen charging at 300°C produced no further significant embrittlement [6]. The diminished toughness can again, as in grade 347, be attributed to precipitation strengthening of the matrix, which apart from the Ti(C, N) particles is also to large extent due to coherent precipitation of a  $\gamma'$  phase. The fracture surfaces bore evidence of intergranular failure regardless of whether hydrogen was present or not. A point to note particularly in this grade is that the annealing temperatures that produced the lowest notch toughness coincide with the temperatures recommended for optimum strength levels.

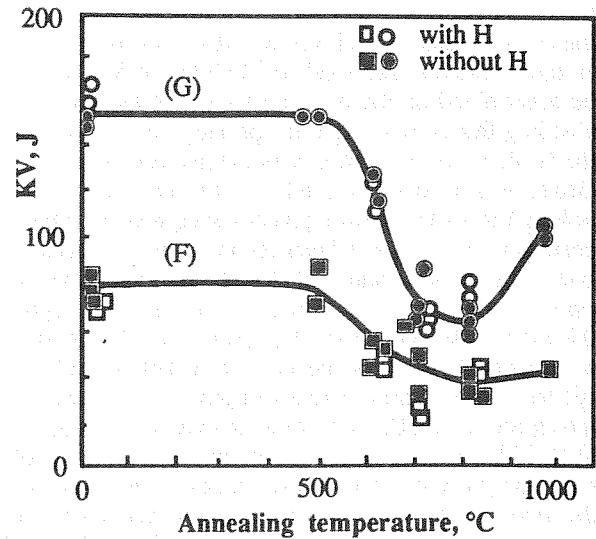


Figure 4 : Effect of sensitization annealing on impact toughness energy of two heats of A-286 steel.

#### 4. DISCUSSION.

The greatest number of cases when grade 304L steel suffered SCC in high temperature water and pressure was recorded in the piping systems of BWR NPP's. If these records are compared with the findings of the HE tests, we find a similarity of failure modes, with predominantly intergranular fracture and the need for prior sensitization of the microstructure by the precipitation  $M_{23}C_6$  particles along the grain boundaries and or the presence of deformation induced martensite [7].

The assumption that hydrogen participates in the SCC process is further supported by the fact that the remedial measures to prevent SCC are identical with the countermeasures against HE. In both cases, carbon content must be down to more than 0.015%, all risk of sensitization must be suppressed, and cold deformation has to be avoided [7]. In any attempt to assess the role of cold working, we must not neglect its effect on the kinetics of phosphorus segregation in these austenitic steels, and hence on the likelihood of phosphorus enrichment of the grain boundaries during long exposition at the service temperature [2].

In titanium-stabilized austenitic steels, SCC has so far been detected in the horizontal steam generators of VVER 440 NPP's, specifically in the heat exchanger tubes and tube collectors [8, 9]. The dominant failure mechanism in these cases was transgranular cracking ; only the secondary or tertiary branches of the main cracks were of an intergranular nature. In the tube collectors, numerous microcracks of mixed transgranular and intergranular nature were observed in the region where the main crack which destroyed the integrity of the component, had originated [8]. However, the examined defects on actual components afforded no unambiguous evidence of crack propagation along the boundaries of annealing twins, as it had been observed during the laboratory experiments with

hydrogen charged specimens. Yet in these cases too, the countermeasures that suppress SCC prevent HE.

In niobium-stabilized steel, the liability to SCC could be ascertained on the outermost layer of the stainless cladding that is exposed to the primary circuit water of the NPP, but no SCC was recorded in these layers.

Grade A-286 steel is used for the manufacture of bolting for nuclear power generating equipment. Stress corrosion cracking has been recorded in such bolting both when it was made of A-286 steel and when it consisted of a similar material, type 05Cr15Ni35W3Ti1.55 steel as utilized in VVER 440, or of Inconel X-750 or Inconel 718 nickel alloys [10]. All the bolting failures examined proved to be cases of intergranular SCC, and some investigators, e.g. in [10], did not rule out that the embrittling effect of hydrogen played a role in the process. The results of the work reported in this paper suggest that in a stable austenitic stainless steel, the embrittling effect of hydrogen is suppressed. Nevertheless, even in the absence of hydrogen, the failure mechanism after a prior sensitizing anneal, which corresponded to the routine manufacturing technique, was partly intergranular.

In conclusion, we may state that of all the examined kinds of phase boundaries or interfaces, those which affect the outcome most strongly are austenite grain boundaries; they are followed in order of importance by the boundaries of annealing twins,  $\sigma$  phase, and inclusion-matrix interfaces. Other investigators have confirmed that slip bands, or their interfaces with the austenite matrix, participate in the intergranular propagation of stress corrosion cracks [11]. In type 304L steels, it has been corroborated that the remedial measures intended to prevent SCC in NPP's also reduce the susceptibility to HE. This finding supports the assumption that hydrogen is involved in the processes of SCC and corrosion fatigue of austenitic stainless steels in water at high temperature and pressure.

## 5. REFERENCES.

- [1] Cullen, W., Gabetta, G., Hänninen, H., "A review of the models and mechanisms for environmentally - assisted crack growth of pressure vessel and piping steels in PWR environments". U.S. Nuclear Regulatory Commission, NUREG CR-4422, Washington (1985).
- [2] Tvrdý, M., Hyspecká, L., Seidl, R., Mazanec, K.: *Theor. Appl. Fract. Mech.* 9, 161-164 (1988).
- [3] Colombier, Z., Hochmann, J., "Aciers inoxydables, aciers réfractaires", Dunod, Paris (1965).
- [4] Habashi, M., Nedbal, I., Tvrdý, M., Hyspecká, L. and Galland, J., "Contribution to the evaluation of fracture characteristic in grade 304L and 321 steels. Symp. on Metallography, House of Technology, Kosice, 37 - 45 (1986).
- [5] Habashi, M., Galland, J., El kohly, A. and Azou, P., *Mem. Sci. Rev. Metall.*, 77, 817 - 827 (1980).
- [6] Huwart, P., Habashi, M., Fidelle, J.P. and Galland, J., *Mém. Et. Sci. Rev. Métall.*, N° 3, 139 -149 (1987).
- [7] Aho - Mantila, I., Hänninen, H., Aaltonen, P. and Törrönen, K., "Environment sensitive cracking research of structural materials in nuclear power plants", VTT Rep. 529, Espoo (1988).
- [8] Burda, J. Splichal, V., "Topography of magistral cracks in tube collectors of horizontal steam generators; reliability of steam generators", House of Technology, Ostrava (1989).
- [9] Hyspecká, L., Tvrdý, M., Matocha, K., Pahuta, P., Barta, J., Sobotkova, M., Mazanec, K., "Hydrogen embrittlement and fracture characteristics of steels" (in Czech.), *Fractography 89*, House of Technology, Kosice, 26 - 36 (1989).
- [10] Hänninen, H., Aho - Mantila, I., "Environment - sensitive cracking of reactor internals", *Int. Symp. on environmental degradation of materials in nuclear power systems - water reactors*, Traverse City, Michigan (1987).
- [11] Nakayama, T., Takano, M., *Corrosion*, 37, 226-231 (1981).