# Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

# XII ENCUENTRO DEL GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA

La Coruña 29, 30 y 31 de Marzo de 1995

# Anales de Mecánica de la Fractura

CIGLILITEDA EDII UNIVERSIDAD DE NAVARRA N. R. 25.041 N. C. R-006 144m

# Nº. 12, Año 1995

# Editado por la Secretaría del Grupo Español de Fractura

Depósito Legal: C-321/95 I.S.S.N. 0213-3725

Imprime: DISEGRAF Avda. Chile, 9 • La Coruña

#### **EDITORIAL**

Este volumen XII de ANALES DE MECANICA DE LA FRACTURA contiene las comunicaciones presentadas en La Coruña con ocasión del duodécimo Encuentro del Grupo Español de Fractura, junto a las conferencias invitadas de los Profs: Keith J. Miller (SIRIUS, Universidad de Sheffield), Andrea Carpinteri (Universidad de Parma), Marc Anglada (Universidad Politécnica de Cataluña) y Jaime Domínguez (Universidad de Sevilla) que han participado en él.

En la distribución de temas se ha mantenido la estructura de anteriores Encuentros del Grupo Español de Fractura (Métodos analíticos y numéricos, métodos experimentales, fractura de materiales metálicos, fractura de materiales no metálicos, fractura de materiales compuestos, fatiga e interacción con el ambiente, aplicaciones), si bien en el presente encuentro las conferencias invitadas tratan sobre diversos aspectos de la fatiga de materiales: modelización, aspectos microscópicos y aplicaciones ingenieriles.

Los editores desean hacer constar su agradecimiento a la Universidad de La Coruña y a la Xunta de Galicia por la ayuda financiera prestada para la organización del Encuentro, al Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad de La Coruña, y por supuesto a todos los autores, sin cuyo esfuerzo y cooperación no hubiera sido posible la publicación de este volumen. Una vez más, la respuesta ha sido excelente, lo que confirma la tradición de anteriores reuniones y augura perspectivas esperanzadoras para futuros Encuentros del Grupo Español de Fractura.

La Coruña, marzo de 1995.

Manuel Elices Calafat Manuel Fuentes Pérez Jesús Toribio Quevedo Estrella Rodríguez Justo

.

# INDICE

•

# CONFERENCIAS INVITADAS

•

Materials science perspective of metal fatigue resistance. K. J. Miller	1
Application of fatigue fracture mechanics to civil engineering structures. A. Carpinteri, R. Brighenti	11
Fatiga de materiales cerámicos. <i>M. Anglada</i>	19
Crecimiento de grietas por fatiga ante cargas de amplitud variable. J. Domínguez, J. Zapatero	33

# 1. METODOS ANALITICOS Y NUMERICOS

Métodos avanzados de ecuaciones integrales de contorno en mecánica de la fractura. R. Gallego, A. Sáez, J. Domínguez	49
Estudio comparativo entre métodos fotoelásticos y numéricos en el análisis de tensiones en defectos de soldadura. J.A. Martínez, J. Espona, J. C. Suárez	55
Determinación numérica y experimental de la influencia de la geometría en la curva R de un acero microaleado de alta resistencia. C. Betegón, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, J.J. del Coz	61
Modelo analítico para la simulación de la respuesta frente a impacto de blindajes cerámica-metal sometidos a impacto de proyectiles. R. Zaera, R. Cortés, C. Briales, M. A. Martínez, V. Sánchez-Gálvez	67
Rotura frágil de PMMA provocada por entallas. F. J. Gómez, A. Valiente, M. Elices	73
Evaluación de K <sub>I</sub> para el ensayo de rotura por cuña. G. V. Guinea, M. Elices, J. Planas	79
Nueva expresión del factor de intensidad de tensiones para la probeta de flexión en tres puntos. J. Y. Pastor, G. V. Guinea, J. Planas, M. Elices	85
Predicción del ángulo de propagación de una grieta situada en un recubrimiento. C. Blanco, J. M. Martínez, J. M. Bastero.	91

# 2. METODOS EXPERIMENTALES

Fracture behaviour close to crack initiation in presence of residual stress fields. M. Pereira, H. Wohlfahrt, M. Schaper	97
Ensayos de impacto en el poliestireno (PS) y en las mezclas del PS con el elastómero SBS. A. B. Martínez, M.R. Díaz, N. Ll. Maspoch	103
Comportamiento a la fractura de mezclas de polipropileno y talco. Parte II: Aplicación de las técnicas de impacto instrumentado. J. I. Velasco, J. A. de Saja, A. B. Martínez	109
Determinación de la energía real de fractura en ensayos de impacto instrumentado sobre aceros frágiles de alto límite elástico. J. J. del Coz Díaz, A. Fdez. Canteli, C. Betegón, J. F. Kalthoff	116
Evaluación del uso de la técnica del punzonado de probetas pequeñas para la determinación de parámetros de fractura de aceros inoxidables austeno-ferríticos. L. Llanes, M. Gómez, L. Iturgoyen, A. Mateo, M. Anglada	122
Problemática asociada a la determinación de la tenacidad de las zonas afectadas térmicamente de las uniones soldadas. F. J. Belzunce, C. Rodríguez, M. J. Cotarelo	128
Influencia de la velocidad de deformación en la rotura de materiales compuestos de matriz polimérica. J. Rodríguez, M. A. Martínez, S. Chocron, V. Sánchez-Gálvez	134
Trayectorias de rotura en Modo Mixto. J. Gálvez, G.V. Guinea, M. Elices	139

# 3. FRACTURA DE MATERIALES METALICOS

Efecto combinado del tamaño de los granos y de las partículas frágiles sobre la fractura frágil de aceros ferríticos y bainíticos. I. Ocaña, A. Martín, J. Gil, M. Fuentes	145
Micromecanismos de fractura frágil a 77 K en probetas preagrietadas y probetas con entalla roma. M. A. Linaza, J. M. Rodríguez, y J. J. Urcela	151
Estimación de la energía especifica $\gamma_{mm}$ en procesos de fractura frágil: su dependencia con la temperatura. <i>M. A. Linaza, J. L. Romero, J. M. Rodríguez, y J. J. Urcola</i>	157
Micromecanismos de fractura frágil en estructuras de ferrita acicular. M. A. Linaza, J. L. Romero, J. M. Rodríguez, y J. J. Urcola	163
Efecto de la aplicación de sobrecargas en el crecimiento de grieta de Titanio de pureza comercial y sus uniones soldadas. F. J. Estensoro, L.M. Plaza, A. Vega de Seoane, A. M. Irisarri	169
Observaciones sobre las características a tracción de probetas PM de base Aluminio aleado mecánicamente. J.M. Gallardo, J. A. Rodríguez, E. J. Herrera	174
Fatiga en soldaduras laser de chapas recubiertas. J. M. Amo, J. Durán, J. Chao	179
Efecto de la triaxialidad sobre el crecimiento de huecos en las proximidades de entallas. J. Toribio, E. Vasseur, E. R. Justo	185
Estudio microscópico de la iniciación y propagación del proceso de fractura en un acero perlítico. J. Toribio, E. Vasseur	191

# 4. FRACTURA DE MATERIALES NO METALICOS

Fracture analysis of concrete microstructure using interface finite elements. <i>C. López, I. Carol</i>	197
Comportamiento térmico del hormigón poroso en ensayos de fatiga. M.A. Pindado, A. Aguado, A. Josa	203
Influencia de la velocidad de aplicación de la carga sobre el crecimiento subcrítico de grietas en la 3Y-TZP. J. Alcalá, M. Anglada	209
Comparación de métodos tenacidad de fractura en materiales cerámicos, I: Probetas entalladas. J. Y. Pastor, J. Planas, M. Elices	215
Comparación de métodos tenacidad de fractura en materiales cerámicos, II: Probetas fisuradas. J. Y. Pastor, J. Planas, M. Elices	221
Variación de la resistencia a la tracción en el ensayo brasileño. C. Rocco, G. V. Guinea, J. Planas, M. Elices	227
Use of splitting-tension test to characterize the toughness of fiber-reinforced concrete S. Carmona, R. Gettu, C. Hurtado, M. A. Martín	233
Single crystal $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> fibers obtained by the self-propagating high temperature synthesis method. M. A. Rodríguez, N. S. Madhonin, J. A. Escriña, I. P. Borovinskaya, M. I. Osendi, M. F. Barba, J. E. Iglesias, J. S. Moya	239
Materiales cerámicos laminados $Si_3N_4$ ( $Al_2O_3$ ) - $Si_3N_4$ ( $Y_2O_3$ ) con función gradiente. S. Mello Castanho, J. S. Moya	243
A fracture dynamic equipment for testing polycarbonate and composite materials under impact loading. G. Hognestad, F. G. Benitez	248
Influencia de tratamientos de recocido sobre la tenacidad de materiales mulliticos C. Baudin, M.I. Osendi	255
Caracterización de la resistencia al choque térmico de materiales cerámicos frágiles C. Baudin, P. Miranzo	261

# 5. FRACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS

Propagación de grietas por fatiga en composites basados en aleaciones hipereutécticas Al/Si: J. Valer-Goñi, J. M. Rodríguez, J. J. Urcola	266
Influencia de diferentes factores sobre el valor de la energía disipada en roturas interlaminares de materiales compuestos Carbono/Epoxi. J. M. Pintado S.	272
Caracteres o rasgos microfractográficos en roturas interlaminares de materiales compuestos Carbono/Epoxi. J. M. Pintado S.	278
Influencia de la temperatura en el deterioro por fricción de materiales compuestos de matriz metálica. A. Martín, M. A. Martínez, J. Llorca	284
Propiedades mecánicas a alta temperatura de materiales compuestos SiC/SiC. J. A. Celemín, A. Martín, J. Y. Pastor, J. Llorca, M. Elices, E. Erauzkin, M. Gutierrez	290
Influencia de la temperatura en los mecanismos de rotura de materiales compuestos de matriz de aluminio. <i>P. Poza, J. Llorca</i>	296
Influencia de la densidad de la espuma de poliuretano en el comportamiento mecánico de paneles sandwich de composite. C. M. Branco	302
Mechanical characterisation of the interface in ceramic matrix composites using nanoindentation techniques. M.R. Elizalde, A. M. Daniel, J.M. Sánchez, I. Puente, A. Martín,	
J. M. Martínez, M. Fuentes, C. P. Beesley.	308
Variabilidad del CAS/SiC en ensayos de tracción I. Puente, J.M. Sánchez, R. Elizalde, A. Martín, J. M. Martínez, M. Fuentes, C. P. Beesley	314
Estudio micromecánico de despegues en la interfase entre fibra y matriz en materiales compuestos.	320
S. C. del Cano, S. Canas, F. Faris, W. Manue, S. Sanchez	520
J. M. Ferreira, J. D. Costa, C. Capela	326
Rotura bajo impacto de blindajes mixtos polvo cerámico/material compuesto. R. Vigil, C. Navarro	332

# 6. FATIGA E INTERACCION CON EL AMBIENTE

	Mecanismos de deformación de la aleación Ti-6Al-4V con estructura martensítica sometida a fatiga oligocíclica. J. M. Manero, F. J. Gil, J. A. Planell	338
	Estudio de la fractura por corrosión bajo tensión de la aleación Aluminio-Zinc- Magnesio AA7028 con distintas condiciones de envejecimiento. A. Calatayud, C. Ferrer, V. Amigó, M. D. Salvador	.343
	Fatiga estática y cíclica de alúmina reforzada con partículas de circona. M. M. Nagl, D. Casellas, L. Llanes, C. Domínguez, M. Anglada	349
-	Influencia de un revestimiento del tipo NiCoCrAlYTa en los mecanismos de fractura de monocristales de superaleacion AM-3 bajo condiciones de fluencia y de fatiga termomecánica. A. Sanz, L. Llanes, J.P. Bernadou, M. Anglada, D. Barreau, Ch. Pallous	355
	Comportamiento a fatiga de dos aleaciones aluminio-silicio moldeadas. F. J. Estensoro, A. Vega de Seoane, A. M. Irisarri	361
•	Manifestations of non-uniqueness of the crack growth kinetics curve in environmentally assisted cracking. V. Kharin, J. Toribio	367
	Predicción de vida para un monocristal de base Ni en condiciones de fatiga termomecánica. M. Arana, J.M. Martínez Esnaola, M. Fuentes	373
	Aleatoriedad del crecimiento de grietas por fatiga bajo cargas de amplitud constante. C. Lapetra, J. Domínguez	379
	Comportamiento a la fatiga de materiales Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub> con estructuras duales. J.F. Bartolomé, J. Requena, J.S. Moya, F. Guiu, Ming Li	386
	Theoretical analysis of hydrogen assisted cracking in metals: validity of fracture mechanics approach. V. Kharin, J. Toribio	395
	Effects of far field and history on hydrogen assisted cracking. V. Kharin, J. Toribio	401

.

# 7. APLICACIONES

Mecánica de la fractura y mantenimiento de estructuras delgadas. J. M. Mínguez	407
Factor de intensidad de tensiones en un detalle constructivo para estructuras metálicas. A. Valiente, M. Elices	413
Reconstrucción de probetas Charpy: Estudio comparativo mediante péndulo instrumentado. J. Lapeña, F. J. Perosanz, J. Serrano	419
Análisis de álabes de turbina y determinación de las posibles causas de sus fisuras. A. Priegue, E. Porto, F. Iglesias, P. Merino	426
Rotura generalizada de un enrejado de acero perteneciente a una central hidroeléctrica. E. J. Herrera, L. Soria, J.M. Gallardo	431
Fratura de una virola por corrosión bajo tensiones. A. Priegue, E. Porto, F. Iglesias, X.R. Novoa, G. Pena	437
Rotura en servicio de una pala y sus pernos de sujeción en una hélice de paso variable. A. Priegue, E. Porto, F. Iglesias, G. Pena, P. Merino	441
Estudio experimental del efecto de escala en vigas de hormigón débilmente armadas. G. Ruiz, J. Planas	446

# Anales de Mecánica de la Fractura

CIGLILITEDA EDII UNIVERSIDAD DE NAVARRA N. R. 25.041 N. C. R-006 144m

# Nº. 12, Año 1995

# Editado por la Secretaría del Grupo Español de Fractura

Depósito Legal: C-321/95 I.S.S.N. 0213-3725

Imprime: DISEGRAF Avda. Chile, 9 • La Coruña

#### **EDITORIAL**

Este volumen XII de ANALES DE MECANICA DE LA FRACTURA contiene las comunicaciones presentadas en La Coruña con ocasión del duodécimo Encuentro del Grupo Español de Fractura, junto a las conferencias invitadas de los Profs: Keith J. Miller (SIRIUS, Universidad de Sheffield), Andrea Carpinteri (Universidad de Parma), Marc Anglada (Universidad Politécnica de Cataluña) y Jaime Domínguez (Universidad de Sevilla) que han participado en él.

En la distribución de temas se ha mantenido la estructura de anteriores Encuentros del Grupo Español de Fractura (Métodos analíticos y numéricos, métodos experimentales, fractura de materiales metálicos, fractura de materiales no metálicos, fractura de materiales compuestos, fatiga e interacción con el ambiente, aplicaciones), si bien en el presente encuentro las conferencias invitadas tratan sobre diversos aspectos de la fatiga de materiales: modelización, aspectos microscópicos y aplicaciones ingenieriles.

Los editores desean hacer constar su agradecimiento a la Universidad de La Coruña y a la Xunta de Galicia por la ayuda financiera prestada para la organización del Encuentro, al Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad de La Coruña, y por supuesto a todos los autores, sin cuyo esfuerzo y cooperación no hubiera sido posible la publicación de este volumen. Una vez más, la respuesta ha sido excelente, lo que confirma la tradición de anteriores reuniones y augura perspectivas esperanzadoras para futuros Encuentros del Grupo Español de Fractura.

La Coruña, marzo de 1995.

Manuel Elices Calafat Manuel Fuentes Pérez Jesús Toribio Quevedo Estrella Rodríguez Justo

.

# INDICE

•

# CONFERENCIAS INVITADAS

•

Materials science perspective of metal fatigue resistance. K. J. Miller	1
Application of fatigue fracture mechanics to civil engineering structures. A. Carpinteri, R. Brighenti	11
Fatiga de materiales cerámicos. <i>M. Anglada</i>	19
Crecimiento de grietas por fatiga ante cargas de amplitud variable. J. Domínguez, J. Zapatero	33

# 1. METODOS ANALITICOS Y NUMERICOS

Métodos avanzados de ecuaciones integrales de contorno en mecánica de la fractura. R. Gallego, A. Sáez, J. Domínguez	49
Estudio comparativo entre métodos fotoelásticos y numéricos en el análisis de tensiones en defectos de soldadura. J.A. Martínez, J. Espona, J. C. Suárez	55
Determinación numérica y experimental de la influencia de la geometría en la curva R de un acero microaleado de alta resistencia. C. Betegón, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, J.J. del Coz	61
Modelo analítico para la simulación de la respuesta frente a impacto de blindajes cerámica-metal sometidos a impacto de proyectiles. R. Zaera, R. Cortés, C. Briales, M. A. Martínez, V. Sánchez-Gálvez	67
Rotura frágil de PMMA provocada por entallas. F. J. Gómez, A. Valiente, M. Elices	73
Evaluación de K <sub>I</sub> para el ensayo de rotura por cuña. G. V. Guinea, M. Elices, J. Planas	79
Nueva expresión del factor de intensidad de tensiones para la probeta de flexión en tres puntos. J. Y. Pastor, G. V. Guinea, J. Planas, M. Elices	85
Predicción del ángulo de propagación de una grieta situada en un recubrimiento. C. Blanco, J. M. Martínez, J. M. Bastero.	91

# 2. METODOS EXPERIMENTALES

Fracture behaviour close to crack initiation in presence of residual stress fields. M. Pereira, H. Wohlfahrt, M. Schaper	97
Ensayos de impacto en el poliestireno (PS) y en las mezclas del PS con el elastómero SBS. A. B. Martínez, M.R. Díaz, N. Ll. Maspoch	103
Comportamiento a la fractura de mezclas de polipropileno y talco. Parte II: Aplicación de las técnicas de impacto instrumentado. J. I. Velasco, J. A. de Saja, A. B. Martínez	109
Determinación de la energía real de fractura en ensayos de impacto instrumentado sobre aceros frágiles de alto límite elástico. J. J. del Coz Díaz, A. Fdez. Canteli, C. Betegón, J. F. Kalthoff	116
Evaluación del uso de la técnica del punzonado de probetas pequeñas para la determinación de parámetros de fractura de aceros inoxidables austeno-ferríticos. L. Llanes, M. Gómez, L. Iturgoyen, A. Mateo, M. Anglada	122
Problemática asociada a la determinación de la tenacidad de las zonas afectadas térmicamente de las uniones soldadas. F. J. Belzunce, C. Rodríguez, M. J. Cotarelo	128
Influencia de la velocidad de deformación en la rotura de materiales compuestos de matriz polimérica. J. Rodríguez, M. A. Martínez, S. Chocron, V. Sánchez-Gálvez	134
Trayectorias de rotura en Modo Mixto. J. Gálvez, G.V. Guinea, M. Elices	139

# 3. FRACTURA DE MATERIALES METALICOS

Efecto combinado del tamaño de los granos y de las partículas frágiles sobre la fractura frágil de aceros ferríticos y bainíticos. I. Ocaña, A. Martín, J. Gil, M. Fuentes	145
Micromecanismos de fractura frágil a 77 K en probetas preagrietadas y probetas con entalla roma. M. A. Linaza, J. M. Rodríguez, y J. J. Urcela	151
Estimación de la energía especifica $\gamma_{mm}$ en procesos de fractura frágil: su dependencia con la temperatura. <i>M. A. Linaza, J. L. Romero, J. M. Rodríguez, y J. J. Urcola</i>	157
Micromecanismos de fractura frágil en estructuras de ferrita acicular. M. A. Linaza, J. L. Romero, J. M. Rodríguez, y J. J. Urcola	163
Efecto de la aplicación de sobrecargas en el crecimiento de grieta de Titanio de pureza comercial y sus uniones soldadas. F. J. Estensoro, L.M. Plaza, A. Vega de Seoane, A. M. Irisarri	169
Observaciones sobre las características a tracción de probetas PM de base Aluminio aleado mecánicamente. J.M. Gallardo, J. A. Rodríguez, E. J. Herrera	174
Fatiga en soldaduras laser de chapas recubiertas. J. M. Amo, J. Durán, J. Chao	179
Efecto de la triaxialidad sobre el crecimiento de huecos en las proximidades de entallas. J. Toribio, E. Vasseur, E. R. Justo	185
Estudio microscópico de la iniciación y propagación del proceso de fractura en un acero perlítico. J. Toribio, E. Vasseur	191

# 4. FRACTURA DE MATERIALES NO METALICOS

Fracture analysis of concrete microstructure using interface finite elements. <i>C. López, I. Carol</i>	197
Comportamiento térmico del hormigón poroso en ensayos de fatiga. M.A. Pindado, A. Aguado, A. Josa	203
Influencia de la velocidad de aplicación de la carga sobre el crecimiento subcrítico de grietas en la 3Y-TZP. J. Alcalá, M. Anglada	209
Comparación de métodos tenacidad de fractura en materiales cerámicos, I: Probetas entalladas. J. Y. Pastor, J. Planas, M. Elices	215
Comparación de métodos tenacidad de fractura en materiales cerámicos, II: Probetas fisuradas. J. Y. Pastor, J. Planas, M. Elices	221
Variación de la resistencia a la tracción en el ensayo brasileño. C. Rocco, G. V. Guinea, J. Planas, M. Elices	227
Use of splitting-tension test to characterize the toughness of fiber-reinforced concrete S. Carmona, R. Gettu, C. Hurtado, M. A. Martín	233
Single crystal $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> fibers obtained by the self-propagating high temperature synthesis method. M. A. Rodríguez, N. S. Madhonin, J. A. Escriña, I. P. Borovinskaya, M. I. Osendi, M. F. Barba, J. E. Iglesias, J. S. Moya	239
Materiales cerámicos laminados $Si_3N_4$ ( $Al_2O_3$ ) - $Si_3N_4$ ( $Y_2O_3$ ) con función gradiente. S. Mello Castanho, J. S. Moya	243
A fracture dynamic equipment for testing polycarbonate and composite materials under impact loading. G. Hognestad, F. G. Benitez	248
Influencia de tratamientos de recocido sobre la tenacidad de materiales mulliticos C. Baudin, M.I. Osendi	255
Caracterización de la resistencia al choque térmico de materiales cerámicos frágiles C. Baudin, P. Miranzo	261

# 5. FRACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS

Propagación de grietas por fatiga en composites basados en aleaciones hipereutécticas Al/Si: J. Valer-Goñi, J. M. Rodríguez, J. J. Urcola	266
Influencia de diferentes factores sobre el valor de la energía disipada en roturas interlaminares de materiales compuestos Carbono/Epoxi. J. M. Pintado S.	272
Caracteres o rasgos microfractográficos en roturas interlaminares de materiales compuestos Carbono/Epoxi. J. M. Pintado S.	278
Influencia de la temperatura en el deterioro por fricción de materiales compuestos de matriz metálica. A. Martín, M. A. Martínez, J. Llorca	284
Propiedades mecánicas a alta temperatura de materiales compuestos SiC/SiC. J. A. Celemín, A. Martín, J. Y. Pastor, J. Llorca, M. Elices, E. Erauzkin, M. Gutierrez	290
Influencia de la temperatura en los mecanismos de rotura de materiales compuestos de matriz de aluminio. <i>P. Poza, J. Llorca</i>	296
Influencia de la densidad de la espuma de poliuretano en el comportamiento mecánico de paneles sandwich de composite. C. M. Branco	302
Mechanical characterisation of the interface in ceramic matrix composites using nanoindentation techniques. M.R. Elizalde, A. M. Daniel, J.M. Sánchez, I. Puente, A. Martín,	
J. M. Martínez, M. Fuentes, C. P. Beesley.	308
Variabilidad del CAS/SiC en ensayos de tracción I. Puente, J.M. Sánchez, R. Elizalde, A. Martín, J. M. Martínez, M. Fuentes, C. P. Beesley	314
Estudio micromecánico de despegues en la interfase entre fibra y matriz en materiales compuestos.	320
J. C. aet Cano, J. Canas, F. Faris, W. Manuc, J. Sanchez	520
Estudio del comportamiento mecánico del composite PMMA/Si J. M. Ferreira, J. D. Costa, C. Capela	326
Rotura bajo impacto de blindajes mixtos polvo cerámico/material compuesto. R. Vigil, C. Navarro	332

# 6. FATIGA E INTERACCION CON EL AMBIENTE

	Mecanismos de deformación de la aleación Ti-6Al-4V con estructura martensítica sometida a fatiga oligocíclica. J. M. Manero, F. J. Gil, J. A. Planell	338
	Estudio de la fractura por corrosión bajo tensión de la aleación Aluminio-Zinc- Magnesio AA7028 con distintas condiciones de envejecimiento. A. Calatayud, C. Ferrer, V. Amigó, M. D. Salvador	.343
	Fatiga estática y cíclica de alúmina reforzada con partículas de circona. M. M. Nagl, D. Casellas, L. Llanes, C. Domínguez, M. Anglada	349
-	Influencia de un revestimiento del tipo NiCoCrAlYTa en los mecanismos de fractura de monocristales de superaleacion AM-3 bajo condiciones de fluencia y de fatiga termomecánica. A. Sanz, L. Llanes, J.P. Bernadou, M. Anglada, D. Barreau, Ch. Pallous	355
	Comportamiento a fatiga de dos aleaciones aluminio-silicio moldeadas. F. J. Estensoro, A. Vega de Seoane, A. M. Irisarri	361
•	Manifestations of non-uniqueness of the crack growth kinetics curve in environmentally assisted cracking. V. Kharin, J. Toribio	367
	Predicción de vida para un monocristal de base Ni en condiciones de fatiga termomecánica. M. Arana, J.M. Martínez Esnaola, M. Fuentes	373
	Aleatoriedad del crecimiento de grietas por fatiga bajo cargas de amplitud constante. C. Lapetra, J. Domínguez	379
	Comportamiento a la fatiga de materiales Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub> con estructuras duales. J.F. Bartolomé, J. Requena, J.S. Moya, F. Guiu, Ming Li	386
	Theoretical analysis of hydrogen assisted cracking in metals: validity of fracture mechanics approach. V. Kharin, J. Toribio	395
	Effects of far field and history on hydrogen assisted cracking. V. Kharin, J. Toribio	401

.

# 7. APLICACIONES

Mecánica de la fractura y mantenimiento de estructuras delgadas. J. M. Mínguez	407
Factor de intensidad de tensiones en un detalle constructivo para estructuras metálicas. A. Valiente, M. Elices	413
Reconstrucción de probetas Charpy: Estudio comparativo mediante péndulo instrumentado. J. Lapeña, F. J. Perosanz, J. Serrano	419
Análisis de álabes de turbina y determinación de las posibles causas de sus fisuras. A. Priegue, E. Porto, F. Iglesias, P. Merino	426
Rotura generalizada de un enrejado de acero perteneciente a una central hidroeléctrica. E. J. Herrera, L. Soria, J.M. Gallardo	431
Fratura de una virola por corrosión bajo tensiones. A. Priegue, E. Porto, F. Iglesias, X.R. Novoa, G. Pena	437
Rotura en servicio de una pala y sus pernos de sujeción en una hélice de paso variable. A. Priegue, E. Porto, F. Iglesias, G. Pena, P. Merino	441
Estudio experimental del efecto de escala en vigas de hormigón débilmente armadas. G. Ruiz, J. Planas	446

# Materials science perspective of metal fatigue resistance

K. J. Miller

An interdisciplinary view of metal fatigue in polycrystalline metals is presented. Fatigue resistance is defined in terms of the difficulty of crack growth in one of two possible directions, the first being related to the texture of a material, and the second to the orientation of the applied loading system. The fatigue initiation phase is considered to be negligible for polycrystalline metals, and fatigue limits are equated to one of two threshold conditions, one quantified in terms of microstructural fracture mechanics, and the other determined by continuum mechanics. The importance of the intensity and distribution of microstructural barriers to fatigue crack growth is underlined, especially in relation to mechanical conditions such as stress-strain state and to material conditions such as grain size and the shape and orientation of inclusions and their size relative to microstructural barriers. MST/1883

🕐 1993 The Institute of Materials. Manuscript received 13 April 1993; in final form 28 May 1993. An earlier version of this paper was presented at The Royal Society, London on 24 November 1992. The author is at the Structural Integrity Research Institute, University of Sheffield (SIRIUS), Sheffield, South Yorkshire. (Reproduced by kind Permission of The Institute of Materials, London).

#### Introduction

Metal fatigue has been the subject of numerous research studies conducted by mechanical engineers, materials scientists, physicists, chemists, mathematicians, and structural engineers over more than 150 years. Although valuable contributions to knowledge have been provided by all these disciplines, an interdisciplinary understanding has been difficult to achieve because of two factors, namely, a limited appreciation of the boundary conditions of an individual approach when applied by a different discipline, and the disparate nature of the requirements of each separate discipline.

Thus, the mechanical engineer is mainly concerned with the effect on lifetime of external loading parameters (e.g. torque, bending moments, pressure) and the derivation of equivalent stresses and strains, safety factors, stress concentration factors, etc. that are used to provide a reliable design. This is usually attempted via a monoloading fatigue endurance S-N curve (where S denotes stress and N denotes number of cycles to failure), for example, a reversed bending lifetime characteristic for the material.

In recent years significant advances have been made by mathematicians who determined the elastic and elasticplastic stress fields surrounding the tip of two- and threedimensional singularities (cracks). They also produced finite element programs to provide local and global stress-strain field solutions pertaining to the complex three-dimensional geometries of engineering components and structures which could also be subjected to complex three-dimensional loading systems.

Materials scientists meanwhile continued their studies of the development of dislocation morphologies, extrusions/ intrusions, slip band formation, and the initiation of fatigue cracks.

All this research has been fruitful and well documented, but in the past few years significant advances have been made, particularly in the fields of cumulative damage, fatigue at notches, in phase and out of phase multiaxial loading conditions, and mixed mode crack growth. Consequently it is now possible, and opportune, to draw together several common threads from all the disciplines and to underline the growing importance of materials science in advancing current knowledge in fatigue failure analyses.

This may well be welcome news, but the advances to be made will require materials scientists working on metal fatigue research to become involved in the mathematics of plasticity fracture mechanics and microstructural fracture mechanics. Conversely, it will be necessary for the design engineer to relate the external loading systems applied to a component to the critical crack growth planes which lead to failure, and for the fracture mechanics expert to learn more about the microprocesses of fracture and the mechanical behaviour of materials. In summary, an interdisciplinary approach is now more desirable than ever to advance metal fatigue research. This paper concentrates on new perspectives for the materials scientist.

#### S-N curve

Figure 1 presents four S-N curves. The maximum fatigue resistance is obtained from a smooth specimen (curve A). This resistance is reduced by inserting a shallow notch around the periphery of the specimen (curve B). Should the notch be severe, then curve C results. Resistance can be further reduced (curve D) by inserting a cracklike defect.

Concentrating on the upper and lower curves, fatigue resistance can be increased in a plain specimen by decreasing the grain size, whereas the resistance of a cracked specimen may be increased by increasing the grain size.<sup>1</sup> As will be seen below, the resistance of notched specimens (intermediate curves B and C in Fig. 1) can also be related to grain size but in a more complex manner.





Four different S-N curves for same material but 1 different geometries: LEFM, EPFM, and MFM refer to linear elastic, elastic-plastic, and microstructural fracture mechanics, respectively



a crack stopped at twin boundary in brass; b crack stopped at grain boundary in Waspaloy; c crack stopped at pearlite zone in medium carbon steel

2 Non-propagating cracks (see Ref. 1)

First, however, it is necessary, and now possible, to quantify the meaning of the 'fatigue resistance' of metals.

#### Fatigue crack initiation

In single crystals this initial phase of fatigue life can take a considerable time.<sup>2</sup> In polycrystalline metals it can be safely assumed that the crack initiation phase does not exist.<sup>3</sup> This is because the surface of an engineering component, typically involving approximately  $10^6$  grains cm<sup>-2</sup> has a variety of surface stress concentration features. These include grain boundaries, triple points, machining marks, surface breaking inclusions, and large notches, which separately, or in a variety of combinations, can immediately



3 Crack growth behaviour and appropriate characterisation regimes for cracks that propagate slowly from different initial lengths: broken lines indicate stress levels below which cracks do not propagate

initiate a crack. Such a crack will propagate until it is decelerated by a microstructural barrier or a reducing stress-strain field, or both. Examples of microstructural barriers to crack growth are twin boundaries, grain boundaries, and pearlite zones which cannot accommodate continued crack growth in the original direction: *see* Fig. 2.

It follows that fatigue resistance can be equated to the limiting conditions for the propagation of a crack. As a consequence of this, the fatigue limit of a metal is related to the inability of a crack to propagate, or in simple mathematical terms the crack growth rate da/dN is zero, where *a* is crack length and *N* is number of cycles.

#### **Fatigue crack propagation**

Figure 3 presents the most important type of diagram required from any fatigue fracture study. In the following, it will be seen that fatigue damage can and should be related to current crack length (and its orientation) and so the rate of damage accumulation is related to crack growth rate. Obviously the development of cyclic strain softening or hardening in the bulk material will affect crack growth rates but these important effects are of secondary relevance. Initially long cracks, e.g. 1 cm (see Fig. 3) require only a relatively low cyclic stress to drive them. A low stress level creates a negligible crack tip plastic zone which implies that a linear elastic fracture mechanics (LEFM) methodology can be used to quantify crack growth behaviour. Should the stress range be reduced from  $\Delta \sigma_5$  to  $\Delta \sigma_6$  then the 1 cm crack together with the value of  $\Delta \sigma_6$  will jointly represent a fatigue limit condition, but only in the LEFM regime.

Should the initial crack size be reduced by two orders of magnitude to 0.1 mm, then the bulk stress level required to propagate it  $\Delta\sigma_3$  may be of the order of the cyclic yield stress, hence it will be necessary to invoke plasticity mechanics to quantify the behaviour. For this crack length of 0.1 mm the fatigue limit, in stress terms, is  $\Delta\sigma_4$ .

When the surface is polished or honed, the best possible condition of only a 1  $\mu$ m crack (e.g. a surface scratch) may be achieved. However, such a defect can readily propagate



LOG CRACK LENGTH

4 Fatigue limit of polycrystalline metal expressed as contour of zero crack growth rate: conventional fatigue limit is associated with major obstacle to continued propagation (zones A, B, and C typify barriers such as twin boundaries, grain boundaries, and pearlite band, respectively)

immediately, should the resolved applied shear stress be in sympathy with a critical slip system of the material (e.g. a {111} plane in a fcc material). Indeed, within about 10<sup>6</sup> crystals, several shear cracks should exist; however, these cracks will be stopped at microstructural barriers if the stress level is low, i.e.  $\Delta \sigma_2$ . Should the stress level be increased to  $\Delta \sigma_1$  then the crack will be able to continue propagation, albeit slowly, through the barrier, driven by its appropriate resolved shear stress in the new direction of growth. It follows that the strongest barrier in the microstructural system of a given material defines the fatigue limit of a plain specimen.

The period marked X-X in Fig. 3, representing the crack crossing through or around the barrier, can be a dominant phase in the fatigue lifetime of a specimen.

#### **Fatigue limits**

It can now be readily understood why non-propagating fatigue cracks exist at stress levels below the fatigue limit. Indeed, the fatigue limit can be seen from Fig. 3 to be a function of the maximum non-propagating crack length associated with a particular stress level. This has always been understood in terms of LEFM but similar conditions also apply to shorter cracks, for which elastic-plastic fracture mechanics (EPFM) characterises growth. Finally, considering the extremely small cracks, these are influenced in their behaviour by the texture of the given material, therefore requiring the implementation of microstructural fracture mechanics (MFM). Texture in this context refers to all aspects of the microstructure that control the orientation, shape, and speed of cracks before they become sufficiently long to be described in continuum mechanics terms. Hence, textural effects include crystallographic orientation and the size and shape of grains as well as the size and distribution of second phases and inclusions, plus cyclically induced micro- and macroanisotropy.

Figure 4 is a plot of the fatigue limit of a material as defined by the crack growth rate being zero. This curve shows the zones of applicability of LEFM, EPFM, and MFM. It also illustrates that it is inappropriate to designate cracks as 'long' or 'short' since a 'long' crack cannot be described in its behaviour by LEFM should the stress level be sufficiently high to produce a significantly large crack tip plastic zone. The limit of applicability of LEFM assumptions may alternatively be expressed by the condition that the applied cyclic stress range  $\Delta\sigma$  does not exceed approximately  $0.7\sigma_{\rm cy}$ , where  $\sigma_{\rm cy}$  is the cyclic yield

stress of the material. It can be seen from Fig. 4 that the fatigue limit stress level can be reduced by increasing the distance that the crack can grow before it reaches the strongest barrier in its path, and thereby increasing the intensity of its crack tip stress-strain field. Thus the transcrystalline crack which becomes the failure crack is that located in the largest grain.

In fracture mechanics terms, the MFM crack growth regime can be described by the function

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}N} = A\Delta\gamma^{\alpha}(d-a)$$

which will be equal to zero at the fatigue limit. Here A and  $\alpha$  are material constants and  $\Delta \gamma$  is the applied shear strain range. The parameter d refers to the largest possible distance a crack can grow to the strongest barrier or between such barriers, in a given texture, and it is this distance which must be reduced to increase the fatigue limit of a material.

It is also evident from Fig. 4 that cracks can grow at a constant stress range below the fatigue limit of a material but be arrested at various intermediate and weak barriers which can only be overcome by increasing the stress level. Eventually, however, the fatigue limit of the material is reached, which can be equated to the crack growth distance to the strongest barrier in the system, together with the stress level required to overcome that barrier.

#### Physical aspects of various crack lengths

Some of the fundamental differences between LEFM, EPFM, and MFM are presented in summary form in Fig. 5. A long crack experiencing a low applied tensile stress does not depend on microstructure to any marked extent. A crack only 1 cm in length will already be longer than 500 grains of 20  $\mu$ m mean diameter. For such a crack to continue growth in a coplanar manner the crack tip plasticity will exceed a few grain sizes but will not seriously perturb the dominant elastic stress field surrounding the crack tip. Crack growth in the LEFM regime can be quantified, to retain a uniformity in expressions, in shear strain range terms, rather than the more conventional tensile stress range, i.e.

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}N} = C[\Delta\gamma(\pi a)^{1/2}]^{\mathrm{n}} - \Delta K_{\mathrm{th}}$$

where C and n are material constants and  $\Delta K_{\text{th}}$  is the threshold shear strain intensity range.

When the crack is only 0.1 mm in length, the stress required to propagate it may well be of the order of the bulk yield stress but even if it were only 70% of the yield stress the plastic zone would be of a size comparable to the crack itself, and so the assumptions of small scale yielding are not applicable and it is necessary to invoke EPFM to characterise the behaviour of these physically small cracks. Thus a typical EPFM equation will be of the form

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}N} = B\Delta\gamma a^{\beta} - D$$

where B and  $\beta$  are material constants and D represents threshold.

Should a crack be as small as 1 or  $2 \mu m$  (which may be found on the surface of the best possible surface finish prepared via grinding and polishing operations) it can still propagate if the stress level is sufficiently high. Such a crack will be difficult to locate and monitor since it will be situated within a single grain but the substantial plasticity necessary to drive it, for example in the form of a persistent



5 Three distinct regimes of long cracks, physically small cracks, and microstructurally short cracks: each type of crack requires its own form of mechanics to characterise propagation behaviour (*a* is crack length and  $r_p$  is plastic zone size)

slip band (PSB) which can extend across the entire grain and so be of the order  $50 \times 50 \,\mu\text{m}$  in area, will have a specific crystallographic orientation. The critical PSB will be aligned to the maximum applied shear stress direction and be in the largest possible grain, thereby giving the maximum extent of plasticity. The micromechanical description of its growth will not be adequately expressed by continuum mechanics and so it is necessary to introduce MFM. At relatively low stress levels, close to the fatigue limit, the initial crack will be able to grow very rapidly across the first grain as a stage I shear crack,<sup>4</sup> but will then experience great difficulty in its continued growth and may be arrested, a condition which describes the fatigue limit.

#### Stage I-stage II crack growth transition

As a first example, consider a stress level just above the fatigue limit, which indicates that the crack will continue its growth. To escape from the first grain, the crack will have to reorientate itself when passing into each of the surrounding grains: *see* Fig. 6. Because of the three-dimensional nature of grains, none of the slip systems will exactly match the initial crack plane or PSB and so two alternatives are possible. The initial crack could meet an internal grain at a critical location such as a high angle grain boundary where, because of the high local stress concentration, it will cause a new slip band to form in the next grain, from which further crack extension will start.





#### 6 Fracture surface of crack after initiation in largest surface grain

Alternatively, the crack could induce a local high stress concentration inside the second grain and produce an internal crack which will snap back to meet the first crack. There is some evidence to support the second alternative<sup>5</sup> and so the severity of the microstructural barrier can be quantified by the extent of the near grain boundary steps, in both the first and the second grains, that link the major crack in its propagation across the first two grains.

Should the angle of slip mismatch in surrounding grains be reduced, as will occur in multislip systems such as those in pure fcc metals, then the fatigue resistance offered by grain boundaries will be minimal as is indeed found in pure aluminium and copper.

As the crack grows longer, and thereby develops its own continually increasing plastic zone size, the resistance to growth offered by successive barriers will decrease. Microstructural barriers between grains will, however, be located in both tangential and normal directions to the advancing crack front (*see* Fig. 6).

As the crack advances past the first dominant microstructural barrier it will still be decelerated as it approaches subsequent barriers, but to a decreasing extent, before accelerating to a continually increasing extent as it escapes the influence of successive barriers.

Eventually the crack will (i) become insensitive to microstructural barriers and (ii) develop two mutually perpendicular shear planes through which it will grow owing to equal shear decohesion on each shear plane.<sup>6</sup> This will appear to cause the crack to propagate by tensile forces applied perpendicular to the crack face. These stage II cracks, which develop at cyclic stress levels above the fatigue limit, will start at a depth of between 5 and 10 grains depending on the strength of the material, itself a function of grain size and texture. Thus in a large grained material with easy and numerous slip systems, stage II



7 Fatigue resistance indicated in terms of difficulty of initial stage I shear crack becoming stage II, tensile opening mode crack

cracks will rapidly develop and the creation of a fatigue limit will become increasingly difficult, if not impossible.

#### Fatigue resistance

The fatigue resistance of metals may be quantified as the resistance to crack propagation offered by the material. This resistance can be studied by examining the following two conditions.

Intensity and spacing of microstructural barriers If a crack is obstructed in its path by many closely packed barriers which deflect the path of crack growth, then the fatigue resistance is high. It follows that small grains offer the maximum resistance to crack advance in a material (see Fig. 1).

If the grain boundaries have a necklace type structure which inhibits the steplike faceted crack extensions across grain boundaries, then the intensity of the barrier is increased, as is the fatigue resistance of the metal.

*Crack tip plastic zone size* As a crack grows longer at a constant cyclic stress range its plastic zone size, which controls crack growth rate, increases. However, the actual onset and the extent of crack tip plasticity are functions of the cyclic stress-strain curve. A material having a high yield strength and exhibiting cyclic strain hardening behaviour will have a smaller plastic zone size and a smaller crack growth rate compared with a lower yield strength material that cyclically softens. Many materials that have a low yield strength/ultimate tensile strength ratio, however, frequently exhibit cyclic strain hardening and vice versa.<sup>7</sup> It follows that fatigue resistance is largely attributable to the first cause given above.

To increase the fatigue endurance limit of a material, shot peening is often recommended<sup>8</sup> and it is frequently intimated that this introduces compressive residual stresses. However, stage I shear cracks are not strongly affected by



8 Two fundamentally different fatigue thresholds: microstructural barrier threshold d, and long crack LEFM threshold  $a_{\rm th}$ 

a mean elastic compressive stress;<sup>9</sup> indeed, even very long stage I cracks can continue their growth under a far field cyclic compressive stress. It is the opinion of the present author that it is the crystallographic distortion produced by the shot peening process that is the important effect since this will induce many different facets in the crack face morphology. In short, to achieve the maximum fatigue resistance it is important that there be as many different directions of initial crack growth as possible. Expressed differently, it is important to introduce many and variable forms of textural barriers to stop the development of a stage II crack.

Fatigue resistance is therefore primarily due to the difficulty of a stage I crack becoming a stage II crack (*see* Fig. 7). In push-pull fatigue, as will be seen below, it is most fortunate that stage I cracks develop. If stage II cracks were to develop immediately, there would be a dramatic reduction in the resistance to fatigue failure.

#### **Characterisation of crack growth rates**

The literature abounds with plots of crack growth rate as a function of theoretically derived terms such as  $\Delta K$ (LEFM),  $\Delta J$  (non-linear EFM),  $r_p$  or  $\delta_c$  (EPFM). These cyclic range terms refer to, respectively, the stress intensity factor, the J contour integral, the plastic zone size, and the crack tip opening displacement. Such curves are derived from experimental data such as those illustrated in Fig. 3, and therefore are not as important as the original data, especially since they can be misinterpreted should they not be the appropriate crack tip characterising parameter. Figure 8 is a typical, but schematic, experimentally derived crack growth rate plot. It shows two threshold conditions. The first is the classical LEFM solution, where

#### $a_{\rm th} = Y (\Delta K_{\rm th} / \Delta \sigma_2)^2$

Here  $\Delta K_{\rm th}$  can be termed a mechanical threshold condition since it is only strongly dependent on crack length and the applied stress range. The parameter Y is a factor depending on both the geometry of loading and the geometry of the cracked specimen.

The second threshold d in Fig. 8, is a material threshold and represents the distance a crack must grow to meet the major microstructural barrier in a given material.

Figure 8 indicates the zones in which cracks can grow below the LEFM threshold condition, thereby illustrating the limitations of LEFM analyses. Additionally it shows



9 Fatigue limit of notched specimens (After Ref. 10), showing boundary between non-propagation and propagation of cracks due to material threshold condition (AB) and mechanical threshold condition (BC)

that microstructure is important in early growth, but as the crack becomes progressively longer, the effect of microstructure diminishes and crack growth can then be quantified in terms of EPFM.

The existence of two distinct thresholds is important when considering the transition from stage I (shear) crack growth to stage II (tensile) crack growth, a transition zone which is dependent on many factors as illustrated in this paper. Obviously a major objective of the designer of materials is to separate the two thresholds as far as possible. The material threshold, marked d in Fig. 8, can be decreased by decreasing the spacing of the dominant barriers, e.g. by decreasing grain size. In fatigue resistance terms it is also important to increase the strength of such barriers. The mechanical threshold can be increased at low mean stress levels by increasing the grain size: *see* Fig. 1.

Fatigue resistance can be reduced by imposing conditions that bring the two thresholds closer together. Indeed, in some situations the two thresholds can overlap, especially should the LEFM or mechanical condition be reduced as a result of a high applied R ratio ( $R = \sigma_{\min}/\sigma_{max}$ ) and the material threshold condition increased owing to incorrect heat treatments that reduce the strength and increase the spacing of microstructural barriers; see also the section on 'Inclusions' below.

#### Notches

Returning to Fig. 1, where shallow and sharp notches are seen to be intermediate in their S-N behaviour between smooth specimens (which require a long transition period from stage I to stage II crack growth) and precracked specimens (which require a negligible period of transition) it is now possible to appreciate the behaviour of notches in terms of the two threshold conditions shown in Fig. 8 that mark this transition. Figure 9 is the classical diagram due to Frost<sup>10</sup> on which are superimposed typical experimental results of fatigue limits for a variety of notch configurations classified in terms of their stress concentration factor  $K_{\rm T}$ . Above a critical value of  $K_{\rm T}$  the stress concentration factor does not affect fatigue lifetime. The reason is simply that the notch is so sharp that a crack is rapidly generated that is governed by the mechanical threshold state. This was originally shown in two papers by Smith and Miller,<sup>11,12</sup> who indicated the irrelevance of notch sensitivity factors and the limitations of  $K_T$  factors when designing against fatigue.

For shallow notches, the region between non-failure and failure is governed by the material threshold state and the ability or inability of a crack to pass through the transition phase. Of interest in the context of this explanation is the use of precracked LEFM type specimens such as the compact tension (CT) specimen, which some investigators convert to a keyhole type specimen by transforming the tip of the long cracklike notch into a hole of a given radius, thereby blunting the crack. This can only be totally effective if the radius of the hole is so large as to transform the geometry of the specimen such that the mechanical threshold is replaced by the material threshold condition. Recent work by Yates and Brown<sup>13</sup> on the threshold behaviour (fatigue limits) of notches is another landmark in understanding notches. Essentially this was done by separately studying the material threshold behaviour in a form similar to Fig. 4, and the mechanical response of a cracked notch.

#### Fatigue damage

In previous studies, fatigue damage has been equated to the deformation response of a material. For example, the work of Coffin,<sup>14</sup> Manson,<sup>15</sup> and many others led to the establishment of the strain range approach to S-Ncurves, and further developments including strain range partitioning and frequency modified lifetimes, despite the earlier work of Tomkins<sup>6</sup> who related the deformation approach to stage II cracking. Recent work by de los Rios and co-workers<sup>16,17</sup> has linked the deformation of materials to both stage I cracking and the transition phase to stage II. It is therefore now possible to link the entire lifetime and the accumulation of damage to fatigue crack growth.

Many studies on the transition behaviour of a material have been carried out in which the monotonic stress-strain curve changes to a cyclic stress-strain curve<sup>7</sup> with consequential changes in the yield point and strain hardening behaviour. However, the question still remains of whether the change of texture, for example in terms of dislocation patterns, is important in terms of fatigue damage.

Undoubtedly the major parameter of damage is current crack length, as may be demonstrated by experiments where a thin layer of the surface is periodically removed from a fatigued specimen (thereby eliminating the early stages of short crack growth). Testing such renovated specimens at the same stress-strain level indicates that no damage has been introduced into the bulk of the material, despite changes in its cyclic stress-strain response, because the full lifetime is restored.<sup>18</sup>

Nevertheless, the changes in the stress-strain response of a material due to cyclic deformation are of some importance, especially in relation to the response of a crack tip. For example, the fracture toughness of a material will change<sup>19</sup> and small deviations of the mechanical threshold have been reported.<sup>20</sup> Cyclic hardening and cyclic softening of a material will modify the opening/closing/sliding behaviour of a crack tip and consequently its crack growth rate. Additionally, under out of phase loading, different directions of PSBs will result and so act as barriers to crack extension.

Although these latter factors are important, it is the opinion of the present author that bulk deformation changes are secondary when assessing cyclic damage effects in comparison with the equating of damage to current crack length. This argument is extended below in the section on multiaxial stress-strain systems ('Threedimensional strain fields'). However, at high temperatures and long lifetimes, where bulk damage can be introduced by time dependent processes in the form of voids. such



10 Important phase (broken line showing defect extension due to aggressive environment) between two limiting threshold conditions which pertain to stress levels below fatigue limit in non-aggressive environment

damage can interact with crack growth, especially when the amounts of damage in terms of crack length and void volume fraction are of a similar magnitude.

#### **Environmental effects**

Recent work by Akid and Miller (e.g. see Refs. 21 and 22) has illustrated the significance of an environmental (chemical) attack in fatigue crack growth which can bridge the gap between the two different threshold conditions mentioned above (see Fig. 10). Indeed, the most critical aspect of the environmental effect is to permit a fatigue crack to grow across from one threshold state to the other, thereby eliminating both thresholds. This consideration is more important than examining the effect of environment on long crack growth, since it is the elimination of both thresholds, where da/dN = 0, that removes the plain specimen fatigue limit (see curve A in Fig. 11) and produces a finite life at low stress levels applicable to the short crack growth regime. The possible crossover of curves such as A and B in Fig. 11 at higher stresses is due to the possible reduction of crack growth rate because of environmental debris reducing the cyclic crack opening displacement, and hence crack growth rate, thereby extending life.

The implication of the above linking phenomenon between the thresholds is that the 'environmental' effect on





A tested in non-aggressive environment; B tested in aggressive environment





the S-N curve (see curves A and B in Fig. 11) can be observed simply by carrying out an interrupted type of test as follows:

- (i) test in air until the first threshold condition is reached
- (ii) continue the test, but now in a corrosive environment permitting synergism between cyclic and chemical processes, so that the crack extends from d (see Fig. 10) to a little beyond  $a_{th}$ , at which point the aggressive environment can be removed
- (iii) complete the test in a non-aggressive environment until failure.

In such a test as described above, it is possible that the lifetime of the specimen or component will be less than if the test were conducted entirely within an aggressive environment, because the crack wedging phenomena mentioned above (i.e. from debris) would not always be available to reduce the crack growth rate.

#### **Three-dimensional strain fields**

When a material is stressed in any mode, including uniaxial cyclic tension, the critical volume in which fatigue damage occurs experiences three-dimensional strains that can be represented by the three principal strains  $\varepsilon_1 \ge \varepsilon_2 \ge \varepsilon_3$ .

Figure 12 shows two identical volumes experiencing the same cyclic three-dimensional strain field and consequently the same fatigue damage in terms of stage I and stage II crack growth and their directions. The orientation of stage I (shear) crack growth follows the direction of maximum shear  $\gamma$ , where  $\gamma/2$  is given by  $(\varepsilon_1 - \varepsilon_3)/2$ , or the radius of the maximum Mohr's circle of strain: see Fig. 13. Eventually a stage II (tensile) crack can develop, having an orientation such that the normal to the stage II crack plane is in the direction of  $\varepsilon_1$ . Although the two diagrams in Fig. 12 appear to be identical, there is one fundamental difference which leads to different fatigue lives. In Fig. 12a the crack growth directions are parallel to the surface plane, shown partially shaded, whereas in Fig. 12b, the more dangerous situation, the cracks are growing away from the surface into the bulk material.

Cracks of the type shown in Fig. 12*a* are commonly found in torsion whereas those shown in Fig. 12*b* can be found in uniaxial, plane strain, and equibiaxial loading.<sup>23</sup> Three books on multiaxial fatigue<sup>24-26</sup> have now been published and serve as a major reference source. One of the principal parameters controlling fatigue crack growth rate is  $\varepsilon_n = (\varepsilon_1 + \varepsilon_3)/2$  (Ref. 27) which is the strain normal to the plane of maximum shear, thereby opening the maximum shear planes and hence enhancing the cyclic crack opening displacement and crack growth rate. On



13 Mohr's circles of strain: two parameters which govern crack propagation are maximum shear strain  $\gamma_{max}$ , where  $\gamma_{max}/2 = (\epsilon_1 - \epsilon_3)/2$ , and strain  $\epsilon_n$ , which is equal to  $(\epsilon_1 + \epsilon_3)/2$  and is perpendicular to maximum shear plane

Fig. 13, the parameter  $\varepsilon_n$  can be seen to be the location in strain space of the maximum shear strain vector.

The subject of multiaxial stress-strain fatigue is now vast and expanding because it has been realised that all engineering components, owing either to their complex shape or to their loading patterns, experience threedimensional strain fields which may be constant in orientation or rotating because of out of phase loading conditions. Nevertheless, the important point to stress is that all cracks grow as stage I or stage II types. Usually one of these stages dominates in the lifetime. It is possible for either of the stages to precede the other. For example, a cylinder subjected to high temperature and torsion may initially crack by stage II in a brittle oxide surface coating. This can then be followed by stage I crack growth.

#### Sequential loading

The previous section was presented to illustrate the effect of sequential loading, which can produce startlingly different results: see Fig. 14. According to many theories of fatigue damage, if a specified fraction F of fatigue life  $N_f$  is expended at a given stress range level, then the remaining fraction of life at the same stress range will be (1 - F). However, it can be seen in Fig. 14 that if a specified lifetime is applied in a reversed torsion test (i.e. for a fraction F of  $N_f$ ) and this is followed by the application of tensioncompression axial loading at a stress level appropriate to the same value of  $N_f$ , then there is a dramatic decrease in life. Hence, most of the classical theories of cumulative damage are incorrect, particularly those that do not take crack growth into account.

The reverse situation applies if the loading sequence is reversed, i.e. tension-compression is applied first, followed by reversed torsion loading. This effect, like most fatigue problems, can best be answered by considering how the appropriate fatigue cracks behave.

Should torsion be applied first, then stage I shear cracks can grow around the circumference of a cylindrical specimen and in a radial direction. These stage I (mode III) cracks can naturally be considered to be stage II cracks when the tension-compression loading is finally applied. This implies







that the fatigue resistance of the material, in terms of the transition phase between stage I and stage II growth, is bypassed, and so the fatigue lifetime is dramatically reduced.

When tension-compression cycling is applied first, the initial stage I crack growth directions are inclined away from the surface. However, it should be noted that they can be growing on a wide variety of plane orientations, each plane having only one essential feature, namely, that it sustains the direction of the maximum resolved shear stress. This unique factor of uniaxial cyclic loading of specimens is because  $\varepsilon_2 = \varepsilon_3$  in all radial locations. Thus, with respect to the direction of the uniaxial loading, the maximum shear planes will intersect the surface of a cylindrical specimen at any angle between 0 and 45°. None of these planes, whatever their orientation, are in sympathy with the orientation of any form of crack that would naturally develop in torsion. The consequence of this is that when torsion is eventually applied, new stage I cracks must develop,<sup>1</sup> If these new cracks were not impeded in their growth then the previously tested push-pull specimen would now behave as a virgin torsion specimen, but as is seen in Fig. 14, the lifetime achieved can be greater than that of a virgin specimen: see point X and the shaded area in Fig. 14. This is because the previous cracks impede the growth of the new cracks simply by blocking the direction the new cracks wish to take. Thus cracks themselves can be regarded as barriers in fatigue if they are inclined in such a direction as to hinder the growth of a dominant crack that eventually leads to failure.

#### Inclusions

The presence of inclusions can have a deleterious effect on the fatigue and fracture resistance of a material. Inclusions





very small, ie, x/d << 1.0





*a* size factors: note that stress concentration factor  $K_T$  is not always relevant (*see* Fig. 9); *b* inclusion/grain size ratios: note that inclusion size in schematic shown here is constant but grain size is not; *c* orientation factors: note that only one orientation shown here is dangerous; *d* shape factors

15 Importance of inclusions in fatigue behaviour

introduce localised strain concentrations because of the mismatch of mechanical, physical and chemical properties with the surrounding material. For example, owing to different cooling rates and thermal expansion coefficients they can introduce either compressive or tensile residual stress fields. Accordingly they are frequently the sites of crack initiation either on the surface or just below the surface. Now that fatigue resistance is a quantifiable term, a reevaluation of the role of inclusions can be attempted: see Fig. 15, where inclusion size, grain size, inclusion orientation, and shape factors are summarised. Concerning the important aspect of inclusion size, it should be noted that the stress concentration factor  $K_{\rm T}$  is shape but not size dependent, and so it is usually preferable simply to consider the inclusion as the preliminary crack and how such a crack may propagate.

An important factor, not yet discussed in the literature, is the relationship of the inclusion with the dominant microstructural barrier, particularly with regard to inclusion/grain size ratio. This ratio, as can be seen from Fig. 15b, is more important than the size of the inclusion itself. A large ratio can lead to the transition between stage I and stage II crack growth being avoided. It follows that it is essential that the inclusion/grain size ratio be much less than unity, a condition which is difficult to achieve in a small grained, high strength material.

Figure 15 also illustrates how the orientation of inclusions can affect fatigue resistance in respect of the length of the stage I-stage II transition path. In the two companion diagrams of Fig. 15c, the size of the inclusion and the inclusion/grain size ratio are the same, but in one case the inclusion can be detrimental whereas in the other it could be advantageous if it acts to stop the crack. Recent work, in which a rotor steel was tested in both push-pull and torsion provides an example of the effect of inclusion orientation on fatigue resistance.<sup>9,28</sup> In push-pull the inclusion had a minimal effect but in torsion the inclusion was the site of instantaneous crack growth and its length could be regarded as the initial crack length.

Finally, inclusion shape is another important consideration. It is never advisable for the material to contain sharp angular inclusions, although if they are aligned in a specific direction, they may not be particularly dangerous. Should inclusions be concentrated in their volume by being spherical, the optimum conditions are attained, especially when the not unusual loading condition of rotating principal stress fields occurs owing to out of phase loading conditions.

#### Conclusions

Many factors controlling the fatigue resistance of a metal have been summarised. Fatigue resistance is equated to crack propagation resistance since the initiation phase is considered to be negligible in polycrystalline metals. The major factor in the resistance of a material to crack propagation is the effect of microstructural texture in retarding the development of a dominant crack which propagates to failure. In this respect the orientation of the microstructure relative to the loading system for a given specimen or component geometry is most important.

#### Acknowledgements

The author acknowledges, with grateful thanks, the support of the Science and Engineering Research Council, several UK industries, The Royal Society, The British Council, and many overseas government agencies, who, over many years, have supported the interdisciplinary research work conducted in SIRIUS on the subject of metal fatigue, which forms the basis of much of the work reported in this paper

#### References

- 1. K. J. MILLER: Proc. Inst. Mech. Eng., 1991, 205(C5), 291-304.
- L. M. BROWN and S. L. OGIN: in Proc. Eshelby Memorial Symp. 'Fundamentals of deformation and fracture', (ed. B. A. Bilby et al.), 501–528; 1985, Cambridge, Cambridge University Press.
- 3. K. J. MILLER: in Proc. Eshelby Memorial Symp. 'Fundamentals of deformation and fracture', (ed. B. A. Bilby *et al.*), 477–500; 1985, Cambridge, Cambridge University Press.
- P. J. E. FORSYTH: in Proc. Symp. on 'Crack propagation', 76-94; 1971, London, HMSO.
- 5. G. S. LI: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 1993, 16, (1), 21-35.
- 6. B. TOMKINS: Philos. Mag., 1968, 18, 1041-1066.
- 7. K. J. MILLER: J. Strain Anal., 1970, 5, (3), 185-192.
- H. WOHLFAHRT, R. KOPP, and O. VOHRINGER (eds.): 'Shot peening', 1987, Oberursel, Germany, Deutsche Gesellschaft fur Metallkunde eV.
- 9. C. H. WANG and K. J. MILLER: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 1993, 16, (2), 181–198.
- 10. N. E. FROST: Proc. Inst. Mech. Eng., 1959, 173, (35), 811-836.
- 11. R. A. SMITH and K. J. MILLER: Int. J. Mech. Sci., 1977, 19, 11-12.
- 12. R. A. SMITH and K. J. MILLER: Int. J. Mech. Sci., 1978, 20, 201-206.
- 13. J. R. YATES and M. W. BROWN: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 1987, 10, (3), 187–201.
- 14. L. F. COFFIN, Jr: Metall. Trans., 1974, 5, 1053-1060.
- 15. s. s. MANSON: in 'Fatigue at elevated temperatures', STP 520, 744-782; 1973, Philadelphia, PA, ASTM.

- 16. A. NAVARRO and E. R. de los RIOS: Philos. Mag., 1988, 57, 37-50.
- Z. Y. SUN, E. R. de los RIOS, and K. J. MILLER: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 1991, 14, (2-3), 277-291.
- 18. N. THOMPSON and N. J. WADSWORTH: Adv. Phys., 1958, 7, 72-170.19. V. T. TROSHCHENKO, A. V. PROKOPENKO, and V. V. POKROVSKY:
- Fatigue Eng. Mater. Struct., 1979, 1, (2), 247–266.
  20. W. V. VAIDYA: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 1986, 9, (4), 305–317.
- R. AKID and K. J. MILLER: in 'Environment assisted fatigue', European Structural Integrity Society (ESIS) Publication 7, (ed. P. Scott and R. A. Cottis), 415-434; 1990, Bury St Edmunds, Mechanical Engineering Publications.
- 22. R. AKID and K. J. MILLER: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 1991, 14, (6), 637-649.
- M. W. BROWN and K. J. MILLER: Proc. Inst. Mech. Eng., 1973, 187, (65/73), 745–755; also see Discussion pp. D229–D244.
- K. J. MILLER and M. W. BROWN (eds.): 'Multiaxial fatigue', STP 853; 1985, Philadelphia, PA, ASTM.
- M. W. BROWN and K. J. MILLER (eds.): 'Biaxial and multiaxial fatigue', European Group on Fracture (ESIS) Publication 3; 1989, Bury St Edmunds, Mechanical Engineering Publications.
- K. F. KUSSMAUL, D. L. McDIARMID, and D. F. SOCIE (eds.): 'Fatigue under biaxial and multiaxial loading', ESIS Publication 10; 1991, Bury St Edmunds, Mechanical Engineering Publications.
- 27. K. KANAZAWA, K. J. MILLER, and M. W. BROWN: *Trans. ASME J. Eng. Mater. Technol.*, 1977, **99**, 222–228.
- 28. C. H. WANG and K. J. MILLER: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 1992, 15, (12), 1223-1236.

#### APPLICATION OF FATIGUE FRACTURE MECHANICS TO CIVIL ENGINEERING STRUCTURES

#### Andrea Carpinteri and Roberto Brighenti

#### University of Parma Department of Civil Engineering Viale delle Scienze, 43100 Parma, Italy

**Abstract.** Fatigue fracture mechanics concepts can usefully be applied in the field of civil engineering for both metallic and reinforced concrete structures. Two examples are shown in this paper. Firstly, the fatigue growth of surface cracks in metallic round bars is examined by numerically obtaining the propagation patterns for different material properties and loading conditions. Secondly, the behaviour of a reinforced concrete beam cross-section subjected to a cyclic bending moment is analyzed by a fracture mechanics model and, in particular, the energy dissipated during the loading and unloading processes is calculated from the hysteretic loops in the moment-rotation diagram. Experimental tests validate the theoretical results obtained for the two above problems.

Abstract (Italian). Concetti di "meccanica della frattura e fatica" possono essere utilmente applicati nel campo dell'ingegneria civile per strutture metalliche o in calcestruzzo armato. Due esempi vengono illustrati in questa nota. Dapprima viene esaminata la crescita a fatica di fessure superficiali in barre metalliche di sezione circolare, ottenendo per via numerica i percorsi di propagazione per diversi materiali e condizioni di carico. Successivamente viene analizzato il comportamento della sezione trasversale di una trave in calcestruzzo armato soggetta a momento flettente ciclico mediante un modello basato sulla meccanica della frattura e, in particolare, l'energia dissipata durante i processi di carico e scarico viene calcolata dai cicli di isteresi nel diagramma momento-rotazione. Prove sperimentali convalidano i risultati teorici ottenuti per i due problemi esaminati.

#### **1. INTRODUCTION**

As is well-known, several failures of civil engineering structures occur due to cyclic loading. As a matter of fact, a cyclically time-varying loading reduces the material strength and can provoke a fatigue failure which consists of three stages: (a) crack initiation (from microcrack initiation to engineering-size flaw formation), (b) crack propagation, and (c) catastrophic failure. The conventional (or classical) fatigue design approach, which involves the use of the "stress fatigue life" (S-N) curves developed from endurance tests, does not distinguish between crack initiation and crack propagation, while the approach currently used is the fatigue fracture mechanics approach, the aim of which is to understand the fatigue crack initiation and propagation phenomena since it is often very important to predict the fatigue life of a structural component after a crack has initiated [1].

Two applications of fatigue fracture mechanics concepts to civil engineering structures are shown in the following. Firstly, the crack growth patterns for elliptical-arc surface flaws in ciclically loaded metallic round bars are obtained by a numerical investigation based on Paris-Ergodan law [2]. The replacement of an actual part-through defect by an equivalent ellipticalarc flaw is reasonable since many experimental analyses support this assumption. Different initial crack sizes, material properties and loading conditions are considered and, for each case examined, it is deduced that these flaws tend to follow preferred propagation paths which converge to an inclined asymptote in the diagram of flaw aspect ratio against relative crack depth of the deepest point on the crack front.

Secondly, a reinforced concrete beam cross-section under cyclic bending moment is analyzed. A shakedown phenomenon due to steel plastic flow occurs when the maximum bending moment is greater than or equal to the value of slippage or yielding of the reinforcement and lower than the value of unstable fracture of concrete. When a crack develops, the hysteretic loops described in the moment-rotation diagram shift toward the right-hand side and a numerical procedure can follow the fatigue crack growth and calculate the energy dissipated during the phenomenon.
## 2. FATIGUE CRACK PROPAGATION IN METALLIC ROUND BARS

## 2.1 Stress-Intensity Factors for Surface Cracks

Many authors have analyzed the stress-intensity factor variation along the front of surface flaws in metallic round bars [3-20], and the reader can find additional references on the subject in Ref.[1]. The results of these analyses are very useful for reliable predictions of fatigue crack propagation.

Consider an elliptical-arc edge flaw under tension or bending loading (Fig.1). The flaw aspect ratio r = a/band the relative depth  $\xi = a/D$  of the deepest point A on the defect front define the crack configuration being examined. The generic point P along the front is identified by the normalized coordinate  $\zeta/h$ . The axial force F acts perpendicularly to the crack plane, while the bending moment M acts about an axis parallel to the semi-major axis b of the elliptical front.

The parameter  $\xi$  is made to vary from 0.1 to 0.6, whereas the aspect ratio r ranges from 0.0 (straight front) to 1.0 (circular-arc front). For each couple of values assumed for the above geometrical parameters, the stress field has been obtained through a threedimensional finite element analysis carried out by using 20-node isoparametric solid elements [16,17]. The stress square-root singularity was modelled by shifting the finite element midside nodes near the crack front to quarter-point positions.

As is known, the singularity power at the flaw border point B depends on the material Poisson ratio v and on the intersection angle  $\beta$  between crack front and external surface, and is generally different from 0.5 even if it does not remarkably deviate from this value. Therefore, the use of quarter-point finite elements (square-root singularity) does not produce reliable results in a boundary layer near point B, but this effect is confined only in a small zone.

The dimensionless stress-intensity factors for both tension and bending are obtained as follows :

$$\widetilde{K}_{I,F} = \frac{K_{I,F}}{\sigma_{F} (\pi a)^{1/2}}$$
(1)

$$\widetilde{K}_{I,M} = \frac{K_{I,M}}{\sigma_M (\pi a)^{1/2}}$$
(2)

where

 $\sigma_{\mathbf{F}} = F / (\pi D^2 / 4) =$  applied uniform tensile stress,  $\sigma_{\mathbf{M}} = M / (\pi D^3 / 32) =$  maximum bending stress.

As discussed in Refs [1,17], for each value of the crack depth  $\xi$  the maximum stress-intensity factor is attained

near the external surface in the case of r = 1.0 (circulararc flaw) and at point A in the case of r = 0.0 (straightfronted flaw) (Fig.2). Therefore it is possible to qualitatively predict that, for both tension and bending, a circular-arc crack tends to flatten, while a straight crack tends to become curved, as deduced by other authors [5,8,9].

For intermediate values of flaw aspect ratio (0.0 < r < 1.0), a transition phenomenon is noticed, that is, the stress-intensity factor reaches the maximum at point A for  $r \le r_t$  and near point B for  $r \ge r_t$ , with  $r_t$  = transition aspect ratio. For example, Figure 2 shows that, when  $\xi = 0.3$ , the above transition occurs for  $r_t = 0.70$  in the case of tension and for  $r_t = 0.55$  in the case of bending.

### 2.2 Fatigue Crack Propagation

Several authors have analytically and experimentally deduced that the front of a surface flaw in a metallic round bar can be modelled quite accurately by an elliptical arc during the whole fatigue growth [1,5,6,8, 9,19,20]. On the other hand, the aspect ratio r changes under cyclic loading, and this significantly affects the fatigue life prediction for round bars. The above problem can be examined by a two-parameter model based on the Paris-Erdogan law [2]:

$$da / dN = A \left(\Delta K_{I}\right)^{m}, \qquad (3)$$

where

da/dN = crack propagation rate,  $\Delta K_{I} = stress-intensity factor range,$ A and m = constants of the material.

If the ellipse centre is assumed to lie on the bar circumference (Fig.3), the crack front with semi-axes a and b will grow after one cyclic loading step to the new configuration [19]:

$$x^{2} y^{2} = 1$$

$$(b^{*})^{2} (a^{*})^{2}$$

$$(4)$$

where the two unknowns  $a^*$  and  $b^*$  can be obtained by the condition that the coordinates of the points  $A^*$  and  $C^*$ , deduced from Eqn (3), must satisfy Eqn (4).

As an example, Figure 4 shows the propagation patterns (thick lines) numerically obtained for cyclic tension loading with constant stress range  $\Delta \sigma_F = 100 \text{ Nmm}^{-2}$ . The initial flaws examined have relative crack depth  $\xi = a/D$  equal to 0.05, 0.10 or 0.20, and crack aspect ratio r = a/b equal to 0.001 (straight front), 0.25, 0.50 or 1.00 (circular front). For each initial crack configuration analyzed, the propagation path tends to converge to an inclined asymptote in the diagram of r against  $\xi$ :

$$r = -1.144 \xi + 1.365$$
(5)



Fig. 1. Elliptical-arc flaw in a metallic round bar : geometrical parameters.



Fig. 2. Dimensionless stress-intensity factors for both tension and bending loading [1,17].



Fig. 3. Crack propagation after one cyclic loading step [19].



Fig. 4. Fatigue propagation paths (thick lines) for different initial crack configurations under tension, with  $\Delta \sigma_F = 100$  N mm<sup>-2</sup>, m = 2 and A = 1.64 x 10<sup>-10</sup>. Some iso-K curves (thin lines) are also displayed, with K ranging from 250 to 3,000 N mm<sup>-3/2</sup>.



Fig. 5. Intersection angle  $\beta$  against relative crack depth  $\xi$  for the propagation paths plotted in Fig.4 (cyclic tension).



Fig. 6. Fatigue propagation paths under combined tension and bending, with  $\Delta \sigma_t = 100 \text{ N mm}^{-2}$ , m = 2 and A = 1.64 x 10<sup>-10</sup>. The relative loading eccentricity e/R (with e = M / F and R = D / 2) is equal to 0, 0.1, 0.5 and  $\infty$ , respectively.

Note that some iso-K curves (thin lines) are also displayed in Fig.4, that is, the crack configurations where the maximum stress-intensity factor attains a given value are connected in the above diagram. More precisely, the maximum stress-intensity factor value ranges from 250 to 3,000 N mm<sup>-3/2</sup>, with the curves plotted every 250 N mm<sup>-3/2</sup>. It can be remarked that the iso-K curves become about vertical for  $K_I \ge 1,500$ N mm<sup>-3/2</sup>. In other words, when K<sub>I</sub> is greater than the above value, the stress-intensity factor is almost independent of the parameter r, and that occurs for  $\xi > \xi$  $0.4 \sim 0.5$ . Moreover, for  $\xi > 0.5 \sim 0.6$  the K<sub>I</sub> values are greater than the fatigue fracture toughness KfC of the metallic materials usually employed in the civil engineering field, which means that the theoretical propagation paths in Fig.4 are real only for relative crack depth smaller than the above values.

The intersection angle  $\beta$  (Fig.1) against the parameter  $\xi$  is shown in Fig.5 for the seven cases examined in Fig.4 (note that two curves in Fig.5 are superimposed). From fracture energy considerations, some authors have theoretically deduced that the crack growth process requires a square-root singularity and, consequently,  $\beta$  has to be equal to about 100° for v = 0.3 and Mode I [1]. As can be observed in Fig.5, the intersection angle numerically obtained tends to values very close to the above theoretical result.

The same conclusions on the fatigue crack growth in round bars can be drawn for different initial crack sizes, material properties and loading conditions. For example, the propagation paths for combined tension and bending with stress range  $\Delta\sigma_t = 100 \text{ N mm}^{-2}$  are presented in Fig.6 for two initial crack configurations and different values of the relative loading eccentricity e/R, where

$$\Delta \sigma_{t} = \Delta \sigma_{F} + \Delta \sigma_{M} = \Delta \sigma_{F} \left[ 1 + 4 \left( e/R \right) \right]$$
 (6)

with e = M / F and R = D / 2. Note that e / R = 0 corresponds to pure extension and  $e / R = \infty$  to pure bending. It can be remarked that the propagation paths do not change appreciably for e / R greater than about 1 (one), that is, bending effect dominates in this range.

## 3. CYCLICALLY LOADED REINFORCED CONCRETE BEAM CROSS-SECTION

#### 3.1 Hysteretic Fracture Mechanics Model

Several authors have analyzed the behaviour of reinforced concrete structural elements, pointing out the hysteretic phenomena which can occur under cyclic loading [21-24]. The fracture mechanics model proposed in Refs [25-28] examines the response of a rectangular reinforced concrete beam cross-section subjected to a cyclic bending moment M (Fig.7). If a through-thickness edge crack is assumed to develop in the stretched part, the bending moment M tends to open the crack whereas the eccentric axial force F due to the steel reinforcement reaction tends to close it.



Fig. 7. Reinforced concrete beam cross-section under cyclic bending moment.

The rotation of the cross-section is assumed to be equal to zero up to the moment when steel yields :

$$\phi = \lambda_{MM} [M - F(b/2 - h)] + \lambda_{MF} [-F] = 0$$
 (7)

where  $\lambda_{MM}$  and  $\lambda_{MF}$  are the local compliances for bending and extension/bending interaction, respectively. These compliances depend on  $\xi$  and the mechanical and geometrical properties of the cross-section [1,25-28]. Applying this congruence condition, the bending moment M<sub>P</sub> of steel plastic flow can be computed :

$$M_{P} = F_{P} b \left[ 0.5 - (h/b) + r(\xi) \right]$$
(8)

where Fp represents the force of yielding  $f_y A_s$ , with  $f_y$  = steel yield strength and  $A_s$  = steel area, and  $r(\xi)$  is a function of  $\xi$ , with  $\xi = a / b$ . When the force of yielding is higher than the force of pulling-out, Fp indicates the latter, and a slippage phenomenon occurs.

If the maximum cyclic bending moment M is greater than M<sub>P</sub> (point A in Fig.8), a residual rotation remains when the cross-section is unloaded (point B), and therefore the concrete compresses the steel reinforcement. By assuming a rigid - perfectly plastic behaviour of the steel, the congruence condition for obtaining the unknown steel compression is that the residual rotation is equal to the under-loading rotation :

$$\lambda_{MM} [F (b/2 - h)] + \lambda_{MF} [F] =$$
  
=  $\lambda_{MM} [M - F_P (b/2 - h)] + \lambda_{MF} [-F_P]$  (9)

Therefore the bending moment  $M_{SD}$  of plastic shakedown for which the steel compression is equal to  $F_P$  can be determined from Eqn (9) :

$$M_{SD} = 2 F_{P} b [0.5 - (h/b) + r(\xi)]$$
(10)

By comparing Eqn (8) with Eqn (10), it can be deduced that  $M_{SD}=2 M_P$ .



**Fig. 8.** Reinforced concrete beam cross-section : (A) under maximum loading; (B) after unloading.



Fig. 9. Bending moment against rotation for the steel reinforcement [25-28].



Fig. 10. Dimensionless bending moments against relative crack depth (for h/b = 0.1 and Np = 0.3) [27-28].



Fig. 11. Fatigue crack growth from  $\xi_1$  to  $\xi_2$  and related hysteretic loops in the moment rotation diagram [27-28].

In conclusion, if the beam cross-section is subjected to a cyclic bending moment with maximum value M, the following situations can occur (Fig.9):

- (1) elastic behaviour for  $0 \le M < M_P$ ;
- (2) elastic shake-down for  $M_P \le M < M_{SD}$ ;
- (3) plastic shake-down for  $M_{SD} \le M < M_{I}$ , where  $M_{I}$  is the unstable concrete fracture bending moment calculated by equalling the stress-intensity factor to the concrete fracture toughness.

In case No.3 the energy dissipated in each hysteretic loop (area 1-2-3-4 in Fig.9) can easily be calculated [25-28]. Note that the cyclic loading has been assumed to be unidirectional (see Figs 8 and 9), but analogous conclusions could be drawn for reversed cyclic loading.

## 3.2 Fatigue Crack Growth

The bending moments  $M_{\rm SD}$  and  $M_{\rm F}$  can be written in dimensionless form as functions of the parameters h/b,  $\xi$  and  $N_{\rm P}$ , with  $N_{\rm P}$  dependent on the mechanical and geometrical properties of the reinforced concrete beam cross-section [27,28].

The above dimensionless bending moments against the relative crack depth are plotted in Fig.10 for h/b = 0.1 and Np = 0.3, and qualitatively analogous diagrams can be obtained for different values of these two parameters. In particular, the dimensionless  $\widetilde{M}_{SD}$  increases by increasing  $\xi$ , while the other curve decreases. The two curves intersect at a critical point, the coordinates of which are  $\xi_{CR}$  and  $\widetilde{M}_{CR}$  (Fig.10). Therefore, the plastic shake-down phenomenon cannot occur for  $\xi \geq \xi_{CR}$  because it is preceded by the unstable concrete fracture ( $\widetilde{M}_F \leq \widetilde{M}_{SD}$ ).

Since it has been shown that  $\xi_{CR}$  decreases by increasing N<sub>P</sub> [27,28], the plastic shake-down can occur only for low values of  $\xi$  if N<sub>P</sub> is large. Note that the parameter N<sub>P</sub> is large for high values of the size b, the steel percentage and the steel yield strength and/or for low values of concrete fracture toughness.

If the generic crack depth is equal to  $\xi_1$ , the hardening line slope is  $\lambda_{MM}^{-1}$  calculated for  $\xi = \xi_1$  (Fig.11), and the energy dissipated in each cycle is represented by the area 1-2-3-4. When the relative crack depth increases up to  $\xi_2$ , the hardening line becomes more inclined, and the energy dissipated per cycle is equal to the area 5-6-7-8 (Fig.11). If  $\xi$  increases again, the hardening line is more and more inclined and the energy dissipated in the steel reinforcement can be calculated at each step.

In the case of dimensionless maximum bending moment  $\widetilde{M}$  greater than or equal to  $\widetilde{M}_{CR}$  (Fig.10) [27,28], the fatigue crack growth occurs from the initial relative crack depth ( $\xi_I$ ) to the unstable fracture value ( $\xi_{E'}$ ), and the whole shake-down phenomenon is plastic. On the other hand, for  $\widetilde{M} < \widetilde{M}_{CR}$  the crack growth occurs from  $\xi_I$  to  $\xi_F$ , but the shake-down is plastic only up to  $\xi_{SD}$ (relative depth for which  $\widetilde{M} = \widetilde{M}_{SD}$ ). The R.C. cross section behaviour predicted by the above fatigue fracture mechanics model was experimentally confirmed [26,28].

#### 4. CONCLUSION

Fatigue fracture mechanics concepts have usefully been applied to civil engineering problems. Experimental tests validate the theoretical results obtained for both metallic and reinforced concrete structures subjected to cyclic loading.

#### 5. REFERENCES

- A. Carpinteri (Editor), "Handbook of Fatigue Crack Propagation in Metallic Structures", Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam, The Netherlands (1994).
- P.C. Paris and F. Erdogan, "A critical analysis of crack propagation laws", Trans. American Soc. Mechanical Engineers (ASME), J. Basic Engng 85D, 528-534 (1963).
- [3] W.S. Blackburn, "Calculation of stress intensity factors for straight cracks in grooved and ungrooved shafts", Engng Fract. Mech. 8, 731-736 (1976).
- [4] M.A. Astiz and M. Elices, "On the application of the stiffness derivative method to two and threedimensional fracture problems", Proc. 2nd Int. Conf. Numer. Meth. Fract. Mech., pp. 93-106 (1980).
- [5] A. Athanassiadis, J.M. Boissenot, P. Brevet, D. François and A. Raharinaivo, "Linear elastic fracture mechanics computations of cracked cylindrical tensioned bodies", Int. J. Fract. 17,553-566 (1981).
- [6] W.D. Dover, "Crack shape evolution studies in threaded connections using A.C.F.M.", Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. 5, 349-353 (1982).
- [7] H. Nisitani and D.H. Chen, "Stress intensity factor for a semi-elliptical surface crack in a shaft under tension", Trans. Japanese Society Mechanical Engineers (1984); in Stress Intensity Factors Handbook (Edited by Y. Murakami et al.), Vol. 2, pp.654-656, Pergamon Press, Oxford, U.K. (1987).
- [8] R.G. Forman and V. Shivakumar,"Growth behavior of surface cracks in the circumferential plane of solid and hollow cylinders", In Fracture Mechanics:Seventeenth Volume, ASTM STP 905, pp. 59-74 (1986).
- [9] M. Caspers, C. Mattheck and D. Munz, "Fatigue crack propagation in cylindrical bars", Z. Werkstofftech. 17, 327-333 (1986).
- [10]M.A. Astiz, "An incompatible singular elastic element for two- and three-dimensional crack problems", Int.J.Fract. 31, 105-124 (1986).
- [11] I.S. Raju and J.C. Newman, "Stress intensity factors for circumferential surface cracks in pipes and rods",

In Fracture Mechanics : Seventeenth Volume, ASTM STP 905, pp. 789-805 (1986).

- [12]J. Llorca and V. Sánchez-Gálvez, "Fatigue threshold determination in high strength cold drawn eutectoid steel wires", Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. 26, 869-882 (1987).
- [13]J. Llorca, J.M. Varona, V. Sánchez-Gálvez and F. Gutiérrez-Solana, "Fatigue behaviour of wire ropes", Mater. Struct. 22, 411-419 (1989).
- [14]J. Toribio, V. Sánchez-Gálvez, M.A. Astiz and J.M. Campos, "Stress intensity factor solutions for a cracked bolt under tension, bending and residual stress loading", Engng Fract. Mech. **39**, 359-371 (1991).
- [15]J. Toribio, J.M. Campos and V. Sánchez-Gálvez, "X-ray measurement of residual stresses in a rolled bolt : application to the calculation of stress intensity factors after cracking", J. Strain Anal. 26, 103-109 (1991).
- [16]A. Carpinteri, "Stress-intensity factors for straightfronted edge cracks in round bars", Engng Fract. Mech. 42, 1035-1040 (1992).
- [17]A. Carpinteri, "Elliptical-arc surface cracks in round bars", Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. 15, 1141-1153 (1992).
- [18]J. Toribio, "Stress intensity factor solutions for a cracked bolt loaded by a nut", Int.J.Fract. 53, 367-385 (1992).
- [19]A. Carpinteri, "Shape change of surface cracks in round bars under cyclic axial loading", Int. J. Fatigue 1 5, 21-26 (1993).
- [20]A. Levan and J. Royer, "Part-circular surface cracks in round bars under tension, bending and twisting", Int. J. Fract. 61, 71-99 (1993).
- [21]S.P. Shah, "Prediction of cumulative damage for concrete and reinforced concrete", Mater. Struct. 17, 65-68 (1984).
- [22]F.C. Filippou, E.P. Popov and V.V. Bertero, "Analytical studies of hysteretic behavior of R/C joints", J. Struct.Division (ASCE) 112, 1605-1622 (1986).
- [23]M.L. Wang and S.P. Shah, "Reinforced concrete hysteresis model based on the damage concept", Earthquake Engng Struct. Dynam. 15, 993-1003 (1987).
- [24]S.P. Shah, M.L. Wang and L. Chung, "Model concrete beam-column joints subjected to cyclic loading at two rates", Mater. Struct. 20, 85-95 (1987).
- [25]Al. Carpinteri and An. Carpinteri, "Hysteretic behavior of R.C. beams", J. Struct. Engng (ASCE) 110, 2073-2084 (1984).
- [26]A. Carpinteri and F. Zaupa, "Behavior of R.C. beam cross sections under unidirectional cyclic

bending moments", Proceedings of the 8th Biennial European Conference on Fracture, pp. 828-833, Turin, Italy (1990).

- [27]A. Carpinteri, "Energy dissipation in R.C. beams under cyclic loadings", Engng Fract. Mech. 39, 177-184 (1991).
- [28]A. Carpinteri, "Reinforced concrete beam behavior under cyclic loadings", In Applications of Fracture Mechanics to Reinforced Concrete (Editor Al. Carpinteri), pp. 547-578, Elsevier Science Publishers, U.K. (1992).

## FATIGA DE MATERIALES CERÁMICOS

M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica ETS de Ingenieros Industriales de Barcelona, Universidad Politécnica de Cataluña Avda. Diagonal 647, 08028-Barcelona.

**Resumen**. En este artículo se revisan los avances recientes en la investigación de la degradación de los materiales cerámicos bajo esfuerzos fluctuantes. En primer lugar, se describen algunas de las técnicas más utilizadas para la formación de la fisura inicial, ya que a menudo éste es el proceso crítico en la preparación de las probetas para el análisis experimental de la propagación de fisuras. Se describen después las principales observaciones realizadas en fatiga así como los mecanismos propuestos para su explicación que se clasifican en dos tipos distintos: a) mecanismos intrínsecos, los cuales engloban a mecanismos únicos al modo de carga cíclica; b) mecanismos extrínsecos, los cuales incluyen a todos los mecanismos que degradan el apantallamiento de la punta de la grieta responsable del aumento de la tenacidad del material. También se analiza la propagación de fisuras bajo cargas cíclicas de compresión en probetas entalladas lo cual ha sido atribuído a la deformación inelástica delante de la entalla producida por microfisuración. Finalmente se analiza la aplicabilidad de los resultados al diseño.

Abstract. This paper presents an overview of the recent advances on the study of the degradation of ceramic materials under fluctuating loads. Firstly, the main techniques for the formation of the initial crack are described since this is usually the critical step in the preparation of specimens for measuring crack growth. Then, the main observations of fatigue as well as the main mechanisms proposed in order to explain the observed behaviour. These are of two different types: a) intrinsic mechanisms which involve a fracture mode unique to cyclic loading, and b) extrinsics mechanisms which include processes which result in degradation of the crack tip shielding mechanism used to toughen the ceramic. The crack growth from notches under compression-compression loading is also analized and it is associated to the inelastic deformation of a microcracked zone in front of the notch tip. Finally, the application of the results of crack growth to mechanical design are discussed.

## 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años se ha puesto de manifiesto que los materiales cerámicos policristalinos y los materiales compuestos de matriz cerámica pueden degradarse cuando son sometidos a cargas fluctuantes. Este fenómeno es diferente de la degradación que tiene lugar por interacción con el medio bajo una carga constante (fatiga estática). Es un efecto relacionado con la carga y descarga de la grieta y se denomina fatiga cíclica, fatiga mecánica, o bien, simplemente fatiga.

El término fatiga cíclica en cierta manera es redundante pero a veces se utiliza por contraposición al término "fatiga estática" que es utilizado en la literatura ceramista.

El efecto se pone claramente de manifiesto por el hecho que el tiempo a la rotura bajo cargas cíclicas es menor que bajo cargas estáticas y también porque bajo cargas fluctuantes existe propagación de grietas bajo factores de intensidad de tensiones inferiores al umbral de propagación bajo cargas constantes.

El fenómeno de fatiga ha sido estudiado en los metales desde hace mucho tiempo. En estos materiales dúctiles se ha puesto de manifiesto que la causa de la fatiga es la formación de una grieta y su propagación debido al movimiento irreversible de las dislocaciones durante las etapas de carga y descarga del ciclo de fatiga.

En materiales frágiles con fuertes enlaces covalentes o iónicos, por el contrario, existe muy poca tendencia al movimiento de dislocaciones, de manera que la plasticidad de los materiales cerámicos a temperatura ambiente es prácticamente inexistente. Por esta razón, durante mucho tiempo se ha supuesto que estos materiales no pueden degradarse por fatiga.

Sin embargo, en los últimos años se han investigado

diversos materiales cerámicos y se ha puesto de relieve la existencia de fatiga tanto en cerámicas monolíticas como en cerámicas reforzadas con fibras cerámicas. Uno de los trabajos pioneros en este campo fue realizado por Guiu [1], aunque la existencia del fenómeno de fatiga había sido ya observada en algunos trabajos anteriores [2-3].

Hasta el presente, el fenómeno de fatiga solamente ha sido estudiado en unos pocos materiales y todavía en un menor número se han puesto de relieve de forma clara los mecanismos de fatiga. En este artículo se presenta una revisión centrada fundamentalmente en las cerámicas estructurales avanzadas tales como alúmina, soluciones sólidas de circona y nitruro de silicio las cuales han sido las más estudiadas. Se destacan las técnicas experimentales especiales utilizadas para el estudio de la fatiga de estos materiales así como los mecanismos que han sido propuestos para explicar la propagación estable de la grieta a temperatura ambiente.

## 2. MÉTODOS EXPERIMENTALES

Para la realización de ensayos de fatiga en probetas lisas, el ensayo más adecuado en principio es el mismo que se utiliza en metales, es decir, ensayos de traccióncompresión bajo control de carga en probetas cilíndricas con una superficie perfectamente pulida. No obstante, a causa del coste de mecanización de estos materiales así como de las dificultades de sujeción de las probetas en las mordazas, este tipo de ensayo no es ampliamente utilizado. Además es necesario conseguir un buen alineamiento de la probeta con el eje de carga ya que, en caso contrario, las fuerzas de flexión incontroladas que se originan pueden influir en el resultado. Estas son las razones por las cuales los ensayos de fatiga en probetas lisas se hayan realizado fundamentalmente en flexión por tres o cuatro puntos, flexión rotativa, etc.

Un problema básico para realizar ensayos de fatiga en los materiales cerámicos es la formación de la grieta inicial. Esta es difícil de producir de forma controlada mediante técnicas similares a las utilizadas en los materiales dúctiles. Si se parte de una entalla con un radio de curvatura en la punta finito, la carga cíclica que origina una grieta en la punta de la entalla puede ser superior a la necesaria para su propagación inestable y, por consiguiente, a menudo es difícil utilizar esta técnica para producir grietas finas mediante fatiga. A continuación se describen los métodos más ampliamente utilizados:

### a) Cargas cíclicas de compresión en probetas entalladas.

En este método se aplican cargas cíclicas de compresión en probetas pre-entalladas CT o de flexión en la dirección perpendicular a la entalla. El método ha sido propuesto por Ewart y Suresh [4]. En principio, no es posible conocer la tensión necesaria para nuclear la grieta ni tampoco ajustar la magnitud de la fuerza según la longitud de la entalla y su radio de curvatura. Por otra parte, la longitud de las grietas en ambas superficies de la probeta a menudo tienen valores distintos aunque la diferencia suele ser despreciable comparada con la longitud total de la entalla más grieta. La causa de la propagación de la grieta bajo cargas cíclicas de compresión se analiza en el apartado 4.

#### b) Puente de carga.

Este método fue propuesto para prefisurar aleaciones de metal duro y ha sido utilizado también en cerámicas para preparar grietas en probetas de flexión [5]. Mediante un penetrador Vickers se practica una indentación o se mecaniza una entalla en la superficie de la probeta. Después se sitúa en un dispositivo y se somete a flexión con la fisura Vickers o entalla situada en la superficie sometida a tracción. Al aumentar la carga se forma una grieta la cual se propaga hacia la zona de compresión donde se detiene. Las condiciones de carga para producir la grieta no son conocidas a priori ya que dependen de las dimensiones y características del material, de la fuerza aplicada durante la indentación, etc. A menudo es útil detectar la generación de la grieta por emisión acústica, para controlar mejor el proceso.

#### c) Cargas cíclicas de tracción en probetas entalladas.

Este método ha sido utilizado por Dauskard y Ritchie [6] para nuclear grietas en probetas CT entalladas. Se mecaniza una entalla en forma de "chevron" y la probeta es fatigada a frecuencias altas aplicando una onda sinusoidal con R = 0.1 hasta que se detecta la grieta. El proceso de prefisuración puede durar algunos días y el porcentaje de fracturas inestables puede ser elevado. También se puede generar la grieta aplicando una carga constante durante un tiempo si el material es sensible a la fatiga estática en el medio del laboratorio.

#### d) Fisuras producidas por un penetrador Vickers.

El método más sencillo de crear una grieta en un material cerámico es mediante un penetrador Vickers. El contacto de la punta del penetrador con la superficie produce una deformación local permanente y varios sistemas de grietas [7]. En el caso de grietas semicirculares, al retirar el penetrador la grieta está sometida al campo de tensiones residuales, el cual se modela como originado por una carga puntual situada en el centro y, por consiguiente, el factor de intensidad de tensiones correspondiente viene dado por [8]:

$$K = \chi P/c^{3/2} \tag{1}$$

donde  $\chi$  es una constante, P la carga máxima de indentación y c la semilongitud de la grieta.

Las fisuras semicirculares producidas por un penetrador Vickers han sido ampliamente utilizadas para medir la tenacidad de fractura de materiales cerámicos y también la propagación subcrítica de grietas bajo cargas estáticas o cíclicas. La evaluación cuantitativa de la resistencia a fatiga hace necesario el conocimiento tanto de la forma exacta de la grieta como de las tensiones residuales, lo cual a menudo no es conocido con precisión.

# 3. FATIGA BAJO CARGAS CÍCLICAS DE TRACCIÓN

La velocidad de propagación de grietas con respecto al número de ciclos, (da/dN), se puede relacionar al factor de intensidad de tensiones aplicado tanto en los materiales dúctiles como en los frágiles. En el caso de los materiales metálicos si se representa en un gráfico doble logarítmico, da/dN en función de la variación del factor de intensidad de tensiones aplicado ( $\Delta K$ ), se obtiene una curva sigmoidal. Por lo tanto,  $\Delta K$  es, en general, un parámetro adecuado para caracterizar el crecimiento subcrítico de grietas por fatiga, siempre que el tamaño de la zona inelástica en la punta de la grieta sea pequeño comparado con el tamaño de la grieta y del ligamento.

Un parámetro importante es el valor umbral de  $\Delta K$  para la propagación ( $\Delta K_o$ ), el cual se define convencionalmente como el valor correspondiente a velocidades de propagación de 10<sup>-11</sup> m/ciclo. En la Fig. 1 se representan las curvas da/dN frente a  $\Delta K$  para algunos metales y cerámicas.



## Fig.1. Velocidad de propagación en función del factor de intensidad de tensiones [44].

 $\Delta K_{o}$  es sensible al cociente entre los valores extremos del factor intensidad de tensiones aplicado en cada ciclo  $(R = K_{min}/K_{máx})$ . En materiales metálicos, el valor máximo de K en el umbral de fatiga  $(K_{máx,o} = (\Delta K_{o})(1-R))$ , es, en general, del orden de 10 MPa $\sqrt{m}$ . Es

decir, tiene un valor que es aproximadamente un orden de magnitud inferior a la tenacidad de fractura. Sin embargo, en los materiales cerámicos que presentan fatiga, este umbral suele ser de alrededor de la mitad de la tenacidad a fractura del material.

En el régimen de Paris, es decir, para valores intermedios de  $\Delta K$ , la velocidad de propagación suele ser simplemente proporcional a una potencia de  $\Delta K$ :

$$da/dN = C \Delta K^{m}$$
(2)

donde C y m son constantes dependientes del material. En el caso de los metales los valores típicos de m están comprendidos entre 2 y 5, mientras que en las cerámicas varían entre 10 y 30. La velocidad de propagación es afectada por diversos mecanismos que se discuten en el apartado siguiente.

### 4. MECANISMOS

El deterioro de los materiales policristalinos sometidos a cargas cíclicas está relacionado a diversos procesos de deformación inelástica, tales como microfisuración, cambios de volumen originados por transformación de fase, degradación de los granos o fibras que unen puntualmente las caras de la grieta, entre otros múchos que se resumen en el esquema de la Fig. 2 donde se clasifican en mecanismos intrínsecos y extrínsecos. Los primeros producen una zona deteriorada delante de la punta de la grieta y el avance de ésta podría producirse de forma similar al caso de metales, es decir, por enromamiento y aguzamiento de la punta de la misma. Por otra parte, en los mecanismos extrínsecos la fisura puede avanzar por los mecanismos propios de la fractura bajo carga constante. En este segundo caso, la influencia de la carga cíclica está restringida a una disminución del apantallamiento de la grieta y, por tanto, puede aumentar el factor de intensidad de tensiones en la punta de la misma.

#### 4.1. Cerámicas no transformables.

El primer intento de explicar la degradación de las cerámicas por cargas cíclicas fue realizado por Williams [1] quien propuso que el calentamiento por fricción en la punta de la grieta podría ser capaz de producir la rotura de la fase vítrea intergranular en la alúmina policristalina. Si esto fuera cierto, se esperaría un efecto de la frecuencia sobre el comportamiento a fatiga en vacío. Sin embargo, este efecto no es observado ([9,10]).

El umbral de propagación en la alúmina medido bajo cargas cíclicas es inferior al determinado a carga constante en probetas de 10 µm de tamaño de grano[9].



Fig. 2. Posibles mecanismos de fatiga según Ritchie et al [20]

El diferente comportamiento bajo cargas estáticas y cíclicas ha sido explicado mediante un mecanismo basado en la generación de un efecto de cuña en la punta de la grieta debido precisamente al contacto entre las caras de ésta (ver Fig.2). Este mecanismo induce deslizamiento en la punta de la grieta y, por consiguiente, el material es cargado adicionalmente en modo II y en modo III. Sin embargo, es interesante mencionar que no se observaron diferencias fractográficas entre la propagación bajo cargas cíclicas y bajo cargas estáticas. Sin embargo, observaciones in-situ de la grieta en SEM bajo la acción de esfuerzos cíclicos de tracción han permitido determinar la existencia de acumulación de partículas desprendidas provenientes de los granos cuyas facies sufren fricción y que conectan las caras de la grieta [10].

Otro material ampliamente estudiado es el nitruro de silicio, cerámica que se caracteriza por tener buena

resistencia mecánica aún a altas temperaturas. Además, es posible producir este material con cierta proporción de granos alargados que permanecen intactos uniendo las caras de la grieta y que confieren al material tenacidades del orden de 6 MPa√m.

La fatiga de dos tipos de nitruro de silicio producidos por HIP ha sido estudiada por Mutoh et al [11] en términos de la propagación de grietas grandes y pequeñas. Se observó que la velocidad de propagación bajo cargas cíclicas es más elevada que la obtenida a carga constante para valores pequeños del factor de intensidad de tensiones correspondientes a velocidades de propagación menores que  $10^{-7}$  m/s. La cinética de crecimiento depende del cociente R, siendo las velocidades un poco superiores con R = 0.1 que con R = 0.5. En sus observaciones fractográficas, detectaron el desprendimiento de asperezas en los frentes de la grieta a medida que ésta se propagaba. Estas partículas de nitruro de silicio permanecen entre las caras de la grieta produciendo el efecto de cuña indicado anteriormente.

Okazaki et al [12-13] realizaron observaciones similares en el nitruro de silicio y desarrollaron una ecuación que rige la propagación bajo cargas cíclicas basándose en la generación del efecto de cuña por partículas desprendidas en el proceso de fatiga. Todos estos trabajos en nitruro de silicio así como el de Horibe y Hirahara [14] en carburo de silicio, han puesto de relieve que el crecimiento de grietas grandes por fatiga es un proceso relacionado con la creación de microfisuras intergranulares durante el cierre de la grieta debida a un efecto de cuña; el cierre está relacionado con las asperezas producidas como resultado de la fractura intergranular y a la presencia de partículas provenientes de esta microfisuración. Sin embargo, en grietas pequeñas para las cuales el cierre de grieta sea insignificante, el efecto de fatiga estática puede ser superior al de fatiga cíclica.

Horibe e Hirahara [14] evaluaron el comportamiento a fatiga de grietas generadas por indentación Vickers en probetas de flexión de varios nitruros de silicio y carburos de silicio elaborados con distintos aditivos utilizando diferentes procesos de fabricación. En cuanto a comportamiento a fractura, se observó una gran diferencia entre los distintos materiales. En los materiales que fracturaron de forma transgranular, no se pudo detectar un efecto de fatiga. Además, se observó fatiga en un nitruro de silicio de alta pureza en el que no existía fase vítrea intergranular, por lo tanto, ésta no parece ser un requisito para el desarrollo de fatiga en estos materiales. También se observó generación de partículas en las superficies de fractura.

La degradación de los agentes responsables del aumento de la resistencia a la extensión de fisuras bajo cargas monotónicas (curva R) es uno de los principales mecanismos que han sido propuestos para explicar la propagación subcrítica bajo cargas cíclicas [15-18]. En el caso de materiales con aumento de resistencia a la propagación causada por granos no fisurados que conectan las caras de la grieta ("bridging"), el factor de intensidad de tensiones de apantallamiento depende no solamente de la longitud de la grieta, sino también del coeficiente de fricción entre las facies deslizantes de los puntos de enganche entre estos granos. Se espera entonces que en la medida que el material sea sometido a esfuerzos cíclicos, el efecto de la fricción en los puntos de interacción y bloqueo de los granos hará disminuir el apantallamiento. Por tanto, es posible explicar mediante este mecanismo el hecho que la alúmina con tamaño de grano mayor sea más sensible a la degradación por cargas cíclicas que la alúmina con menor tamaño de grano [10].



Fig. 3. Mecanismos propuestos para explicar las formas de las curvas carga-abertura de grieta en alúmina en un ciclo de carga y descarga completo (según Ref. 17).

Guiu et al [17] midieron las curvas de carga-abertura de grieta y encontraron ciclos de histéresis los cuales fueron asociados a la existencia de disipación de energía por fricción entre granos. Consideraron que la grieta puede ser modelada como formada por segmentos no constreñidos, libres de tracciones y separados por granos que conectan las caras de la grieta y que producen ligamentos elásticos (e) y disipativos (f) (ver Fig 3): (1) inicialmente todos los ligamentos son elásticos y sólo los segmentos libres se abren en respuesta a la carga aplicada; (2) en la medida que la carga aumenta y las fuerzas de fricción son vencidas, los granos empiezan a deslizar y algunos de los ligamentos elásticos pasan a ser disipativos; (3) el mismo proceso ocurre al disminuir la carga; (4) cuando la carga es cero, permanece una abertura de grieta residual; (5) es necesario aplicar cargas de compresión con el fin de cerrarla. Una importante conclusión de este estudio es que la contribución de la componente elástica de los ligamentos a la fuerza total de unión entre las caras de la grieta es

mayor que la componente debida a la fricción. Otra importante conclusión es que las cargas de compresión aumentan la velocidad de propagación de grietas.

Por otra parte, Dausskardt [18] ha propuesto recientemente un modelo de degradación por fatiga basado en un mecanismo de desgaste por fricción de los granos que unen las caras de la grieta. En este modelo se relaciona la reducción en la tensión de fricción para separar los granos que unen las caras de la grieta, y, por tanto, la reducción en el apantallamiento de la zona de ligamentos, con los parámetros microestructurales y las variables mecánicas (Fig.4). dado por:

$$K_t = K_a + K_s \tag{3}$$

donde  $K_s$  es el factor de intensidad de tensiones debido al mecanismo de transformación.

### 4.2.1. Mg-PSZ

La Mg-PSZ se caracteriza por ser un material con precipitados finos de naturaleza tetragonal, los cuales sufren una transformación t-m al ser sometidos a esfuerzos externos. Cuando el material ha sido tratado térmicamente de forma adecuada para promover el



Fig. 4. (a) Granos que unen los labios de la fisura; Tensión de "bridging", la cual disminuye a medida que los granos son extraídos de la matriz bajo cargas monotónicas (b) o cíclicas (c) [18].

También en el trabajo de Hu y Mai [19] se estudia la degradación por fatiga de los granos que unen las caras de la grieta mediante la variación de la flexibilidad. El estudio está basado en la modelización de la distribución de las tensiones entre las caras de la grieta mediante mediciones de la flexibilidad en ensayos monotónicos y cíclicos. En los cíclicos, debido a que existe degradación de los ligamentos entre las caras de la grieta, la distribución de esfuerzos es diferente al caso monotónico.

#### 4.2. Materiales cerámicos transformables de circona

En los materiales que incrementan su tenacidad mediante mecanismos de transformación, el K efectivo  $\left(K_{t}\right)\,$  viene dado por

crecimiento de los precipitados tetragonales hasta un tamaño crítico que favorece su transformación, presenta una curva de resistencia a la propagación de grietas creciente de forma gradual y la fractura es transgranular.

El comportamiento a fatiga de la Mg-PSZ ha sido estudiado por Ritchie y sus colaboradores [6, 21-22]. Dauskardt et al [6] envejecieron de forma adecuada al material para obtener un amplio rango de tenacidades (desde 3 MPa $\sqrt{m}$  hasta 16 MPa $\sqrt{m}$ ). Los umbrales de propagación de los materiales ensayados abarcaron valores de K<sub>max</sub> entre 1.4 MPa $\sqrt{m}$  y 8.3 MPa $\sqrt{m}$ correspondientes a los materiales de menor a mayor tenacidad respectivamente (Fig. 5). Además, se comprobó que factores tales como el aire húmedo o el Estos autores propusieron la siguiente expresión para la ley de Paris de propagación de grietas:

$$da/dN = C [K_{max} (K_o/K_c)]^m$$
(4)

donde  $K_o$  es la tenacidad intrínseca (sin apantallamiento por transformación) y  $K_c$  es la tenacidad máxima del material. Con esta ecuación es posible racionalizar el comportamiento a fatiga para los materiales envejecidos por distintos tiempos obteniéndose una sola curva con un valor de C igual a 3.5 x 10<sup>-15</sup>, m = 22 y  $\Delta K_{to}$  (valor de  $\Delta K_t$  umbral para la propagación) comprendido entre 0.5 MPa $\sqrt{m}$  y 1 MPa $\sqrt{m}$ .



Fig. 5. Velocidad de crecimiento de grietas en función del factor de intensidad de tensiones aplicado en Mg-PSZ con distintos tratamientos térmicos [6].

El efecto del apantallamiento sobre el comportamiento a fatiga de la Mg-PSZ ha sido también utilizado por Dauskardt et al [21] para predecir efectos transitorios en la velocidad de propagación debidos a cambios bruscos en el factor de intensidad de tensiones aplicado. Por ejemplo, al aumentar K<sub>a</sub> desde 5,30 a 5,60 MPa√m la velocidad de crecimiento de la grieta sufre una aceleración transitoria antes de alcanzar el valor estacionario (Fig. 6). La extensión de la grieta sobre la cual ocurre este efecto es igual a cinco veces la anchura de la zona transformada lo cual es consistente con los cálculos de apantallamiento los cuales predicen que se alcanza el máximo apantallamiento estacionario después de extensiones aproximadamente iguales a cinco veces la anchura de la zona. Ya que el apantallamiento por transformación depende de las cargas aplicadas durante la propagación de grietas, es razonable considerar la posibilidad de que exista un efecto de "grieta pequeña" en este tipo de materiales. Es decir, que el apantallamiento desarrollado en grietas con caras reducidas sea menor que el correspondiente a grietas mayores, las cuales se encuentran más apantalladas debido a su propagación. Según la ec.(3) es previsible un incremento de K<sub>t</sub> en grietas menores, y por consiguiente, un aumento en la velocidad de propagación de éstas.

El efecto de grieta pequeña ha sido estudiado por Steffen et al[22] en la misma Mg-PSZ descrita hasta el momento. En este trabajo, las grietas pequeñas fueron nducidas en probetas sujetadas en voladizo y sometidas a esfuerzos cíclicos. La velocidad de propagación de estas grietas, generadas de forma natural, inicialmente



Fig. 6. Efectos transitorios en el crecimiento de grieta en la Mg-PSZ [21].

es inversamente proporcional al factor de intensidad de tensiones aplicado. En este estudio se determinó también el número de ciclos a rotura para R = 0 y -1 en la Mg-PSZ de tenacidad intermedia, encontrándose que la fatiga en condiciones de tensión-compresión disminuye más la vida del material. Se determinó además la existencia de un límite de fatiga igual а aproximadamente la mitad de la resistencia a tracción. Un resultado importante es que mediante microscopía óptica con contraste diferencial Nomarski fue posible observar la, generación de microgrietas preferencialmente en zonas superficiales distorsionadas por transformación t-m, y que la densidad superficial de microgrietas era mayor con R = -1 que con R = 0.

Un punto a considerar en el estudio de los mecanismos de fatiga en materiales de circona es la posible naturaleza reversibile de la transformación t-m [23]; esta reversibilidad disminuiría el efecto de apantallamiento en las etapas de descarga del ciclo de fatiga. No obstante, este fenómeno ha sido descartado por Dauskardt y col. como causa de fatiga [6] ya que ésta también ocurre en el material sobreenvejecido, el cual es incapaz de sufrir transformación t-m. Por esta razón, estos autores consideran que la fatiga en la Mg-PSZ es debida al daño microestructural en la punta de la grieta que tiene lugar durante la etapa de descarga.

Chen y Liu [25] realizaron ensayos de fatiga uniaxial en Mg-PSZ y a partir de la forma de los ciclos de histéresis obtenidos. propusieron que la transformación martensítica y la microfisuración son los mecanismos responsables de la fatiga en este material. Los ciclos de esfuerzo-deformación inelástica permitieron detectar mayores esfuerzos de fluencia a compresión que a tracción para una misma deformación inelástica. Además, estos ciclos fueron muy dependientes de la velocidad de deformación y de la temperatura de ensayo. Estas observaciones pueden explicarse mediante mecanismos de deformación controlados por transformación t-m generadora de dilatación en el material [24].

#### 4.2.2. Y-TZP

La Y-TZP, en comparación a la Mg-PSZ, posee una alta dureza y resistencia. Sin embargo, tiene unas características de "plasticidad por transformación" muy limitadas (escasa proporción de fase *m* transformada, máxima alrededor del 30% y medible casi exclusivamente en las superficies de fractura). En términos de propiedades mecánicas, la Y-TZP presenta una curva-R muy pronunciada hasta alcanzar la tenacidad límite. Su tamaño de grano medio suele estar entre 0.3 y 0.5  $\mu$ m.

El comportamiento a fatiga de la Y-TZP ha sido estudiado por Liu y Chen [25, 26], quienes propusieron un mecanismo de microfisuración como explicación de las características de los ciclos de histéresis (esfuerzo-deformación inelástica) medidos en probetas lisas sometidas a fatiga uniaxial. En este estudio se descartó el efecto de la transformación *t-m* sobre la respuesta cíclica (evaluada mediante ciclos de histéresis) debido a que la plasticidad por transformación resulta solamente importante en la punta de una grieta, ya que únicamente se pudo detectar en las superficies de fractura y no en las superficies laterales de las probetas. En la propagación de grietas pequeñas generadas por un penetrador Vickers [26,27] se puso de manifiesto la importancia del cociente R sobre la propagación de grietas bajo cargas cíclicas. Los ensayos se realizaron con probetas recocidas para eliminar los esfuerzos residuales de indentación. Al graficar los resultados de da/dN frente a  $\Delta K$  se observaron curvas con umbrales muy variables (0.5 MPa $\sqrt{m}$  - 5 MPa $\sqrt{m}$ ) dependientes de R, siendo la velocidad de propagación mayor para valores mayores de R (Fig. 7 (a) ). Esta dispersión se redujo considerablemente al graficarse los resultados en función de K<sub>max</sub> en lugar de  $\Delta K$ . En esta última gráfica (Fig. 7 (b)) se observó una tendencia al desarrollo de velocidades de propagación mayores con cocientes R menores.



Fig. 7. (a) Velocidad de crecimiento de grietas en Y-TZP para diferentes valores de R. (b) los mismos resultados graficados en función de  $K_{max}$ [27].

27

Alcalá et al[28-29] también investigaron la cinética de propagación de grietas en Y-TZP generadas por un penetrador Vickers, poniéndose de manifiesto que el apantallamiento generado por transformación juega un papel importante en la velocidad de propagación de grietas: a mayor apantallamiento menor velocidad de propagación. Se observó también un efecto de grieta pequeña (disminución de la velocidad de propagación con el factor de intensidad de tensiones aplicado) para probetas de Y-TZP no recocidas después de realizar la indentación. Este comportamiento indica que los esfuerzos residuales por si solos, son capaces de generar un efecto de grieta pequeña. El comportamiento de grieta pequeña desaparece si el factor de intensidad de tensiones aplicado y el residual (ec.(1)) se toman en consideración. La cinética de crecimiento calculada con este factor de intensidad de tensiones neto para grietas sin alivio de tensiones, es muy similar a la de grietas con alivio de tensiones estudiada previamente. En ensayos con grietas grandes en probetas recocidas, se observa también un efecto de "grieta pequeña" producido por el desarrollo del apantallamiento por transformación (Fig. 8).



Fig. 8. Región de "grieta pequeña" en Y-TZP en ensayos cíclicos y a carga constante[45].

### 4.2.3. Ce-TZP

La Ce-TZP es un material que sufre una amplia transformación t-m y, por consiguiente, posee buenas características de plasticidad por transformación. Estas propiedades le confieren una curva-R creciente, aún para crecimientos de grieta grandes, y alta tenacidad a fractura. Al igual que la Mg-PSZ, una desventaja de este material es que posee un bajo esfuerzo de fluencia.

Tsai et al [30] han estudiado el comportamiento a fatiga de la Ce-TZP con 10% en peso de alúmina. Estos autores obtuvieron materiales con un amplio rango de esfuerzos de fluencia (244-405 MPa) dependiendo de las temperaturas de sinterización y observaron una disminución de las características plásticas con el esfuerzo de fluencia. El comportamiento a fatiga fue evaluado en probetas C(T) las cuales, posteriormente a la prefisuración, fueron recocidas revertiéndose la transformación *t-m* en las caras de la grieta. Los resultados demostraron un claro efecto de fatiga a cargas menores que las necesarias para causar propagación de grietas asistida por el medio ambiente en el material.

Un resultado interesante del estudio de Tsai et al [30] es el correspondiente al cálculo del apantallamiento inducido por diferentes condiciones de carga. Este cálculo es posible ya que en la Ce-TZP la transformación t-m producida en la punta de la grieta genera una deformación de dilatación suficientemente grande como para ser observada por microscopia óptica diferencial con contraste de Nomarski. EI apantallamiento generado por fatiga fue mayor que el correspondiente a cargas aplicadas monotónicamente; por lo tanto, esto no explica la razón del incremento en la velocidad de propagación bajo cargas cíclicas. Según estos autores, la propagación de grietas por fatiga puede ser debida a la degradación progresiva y fractura de granos generadores de "bridging" en el material. Alternativamente, la acción tipo cuña producida por granos y residuos de la fractura puede reducir el efecto del apantallamiento. Las evidencias experimentales de este segundo mecanismo fueron obtenidas al comparar las superficies de fractura producidas bajo crecimiento cuasi-estático con las generadas a fatiga. Las segundas tenían una apariencia más degradada que las primeras, causada probablemente por contacto de las caras de la grieta.

La importancia relativa de la fatiga con respecto a la fatiga estática ha sido estudiada por Liu y Grathwohl en Ce-TZP con diferentes tamaños de grano [31]. La vida de las probetas sometidas a carga constante es de 2 a 3 ordenes de magnitud mayor que las sometidas a fatiga. Además, el límite a fatiga es menor (aproximadamente un 20%) con R = -1 que con R = 0.2. Un aumento del tamaño de grano reduce la vida a fatiga, siendo mayor la proporción de fractura transgranular en el material con mayor tamaño de grano.

Una característica importante del material son las bandas anchas de transformación inducidas en el entorno de la punta de una entalla, propagándose las grietas de fatiga siempre dentro de éstas, tal como fue observado por Cardona et al[32] así como también por Tsai et al [30]. Una característica diferente entre ambos estudios es que los primeros observaron importantes fluctuaciones en las curvas da/dN -  $\Delta$ K; por lo tanto, fue necesario aumentar la carga aplicada cada vez que se producían retardos en la velocidad de propagación. Estas discontinuidades fueron atribuidas a la formación de bandas de transformación, las cuales crecían en la medida que el ensayo progresaba. Debe indicarse que el ensayo cíclico de una muestra recocida posteriormente a su fisuración mostró crecimiento de grieta a partir de  $K_{max}$  igual a 2.1 MPa $\sqrt{m}$  hasta 21.7 MPa $\sqrt{m}$ . Una muestra del importante efecto del mecanismo de transformación *t-m* sobre la propagación de grietas bajo cargas cíclicas se pone de manifiesto si se tiene en cuenta que en el ensayo a 400 °C (temperatura a la que la transformación no ocurre) la fractura inestable se observa a tan sólo 1.9 MPa $\sqrt{m}$ .

# 5. FATIGA BAJO ESFUERZOS CÍCLICOS DE COMPRESIÓN.

En contraste con el conocimiento existente sobre la rotura de materiales frágiles bajo cargas estáticas de compresión, en el caso de cargas cíclicas el conocimiento es muy escaso.

El estudio de la fatiga de cerámicas bajo cargas cíclicas de compresión ha sido realizado utilizando probetas de dos tipos: a) probetas rectangulares con una entalla en el borde; b) probetas rectangulares con orificios circulares en su centro. En el primer caso, las grietas se propagan bajo cargas aplicadas de compresión, aunque tal como se pone de manifiesto más adelante, debido al comportamiento no lineal del material en la punta de la entalla, se generan tensiones residuales de tracción durante la descarga. En el segundo caso, las microfisuras se forman en los "polos" norte y sur de los orificios, y el análisis de las tensiones pone de manifiesto que existen cargas de tracción en estos puntos. Por consiguiente, esta segunda geometría no será considerada en esta sección.



Fig. 9. Grieta en la punta de la entalla originada por fatiga bajo cargas cíclicas de compresión [33].

Al cabo de un tiempo de aplicar una onda sinusoidal de compresión, se observa la formación de una grieta, la cual crece con el número de ciclos a velocidades decrecientes hasta que se detiene (Fig.9). La detención de la grieta ocurre normalmente después de propagarse una longitud del orden del radio de la entalla. A menudo se encuentra que existen pequeñas diferencias en las longitudes de las grietas en ambas caras de la probeta, lo cual se ha atribuido a pequeños desalineamientos en la aplicación de la carga.

También es frecuente observar[4,9] que se desprenden pequeñas partículas de las superficies de las microfisuras, las cuales se depositan sobre los platos de compresión, o bien, quedan atrapadas entre las superficies de la grieta (Fig.10). En este último caso, estas partículas producen un efecto de cierre de grieta y contribuyen, por tanto, a disminuir la velocidad de propagación de la grieta. Esto se pone de manifiesto si la probeta es retirada periódicamente de la máquina de ensayos y limpiada con ultrasonidos: al continuar el ensayo se observa una velocidad de propagación mayor.



Fig.10. Partículas atrapadas entre las caras de la grieta[33].

El fenómeno de propagación de grietas bajo cargas cíclicas de compresión en probetas entalladas ha sido observado en distintas cerámicas monolíticas policristalinas tales como Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [4,33,34], policristales de circona tetragonal ([35]), así como en alúmina [36] y mullita[37] con partículas dispersas de circona, policristales de circona parcialmente estabilizada con varias composiciones de magnesia[38], así como en composites cerámica-cerámica (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> + 20 vol% SiC<sub>w</sub> [38], Al<sub>2</sub>0<sub>3</sub> -SiC[39]) y en aleaciones de metal duro [40-41]. Sin embargo, no ha sido observado en alúmina monocristalina [4]. Es decir, la presencia de bordes de grano parece ser fundamental para que se produzca extensión de la grieta. El vapor de agua presente en el medio del laboratorio parece no tener efecto significativo sobre la extensión de la grieta ya que las extensiones observadas en vacío son muy similares a las observadas en aire[34] (Fig.11).

Una vez generada la grieta por cargas cíclicas de

compresión, si la probeta es rota por flexión por tres puntos y se examinan las superficies de fractura, se observa que la morfología correspondiente a la propagación por fatiga es bien distinta de la correspondiente a la fractura inestable. En el primer caso, la fractura es predominantemente intergranular con pequeñas partículas en la superficie, mientras que en el segundo caso la fractura es más bien de tipo mixto, es decir, transgranular e intergranular[33].



Fig. 11. Extensión de la grieta a partir de la punta de la entalla en función del número de ciclos en la fase β'' de la alúmina en aire y en vacío [34].

El análisis de las superficies de fractura pone de relieve que la grieta se propaga con un frente recto en el interior de las probetas (Fig.12), pero su longitud es ligeramente mayor en los puntos cercanos a las superficies de la probeta. Tal como ha sido sugerido por Ewart y Suresh[4], este efecto puede ser debido a que en los puntos cercanos a las superficies existe un menor cierre de grieta ya que las partículas pueden desprenderse hacia afuera con mayor facilidad que en el interior.



Fig.12. Aspecto general de la superficie de fractura donde puede observarse claramente el frente de la grieta de fatiga[33].

Al aplicar una carga de compresión, el esfuerzo en los puntos próximos a la punta de la entalla se incrementa de forma considerable. Es posible estimar los valores locales de la tensión en las proximidades de la punta de la entalla y se obtiene que existe una zona de varias décimas de milímetro en la cual la tensión local de compresión alcanza valores superiores a la resistencia a compresión bajo esfuerzos uniaxiales. Es decir, al aplicar cargas cíclicas de compresión de casi un orden de magnitud inferior a la resistencia a compresión, se pueden producir microfisuras en la zona adyacente a la punta de la entalla.



Fig.13. Comportamiento constitutivo del material microfisurado en la punta de la entalla[4]. A, camino seguido durante el proceso de carga; B, C, D posibles caminos durante la descarga según el grado de cierre de las microfisuras: B, cierre total; C total las fisuras permanecen abiertas; D, cierre parcial.

El mecanismo propuesto por Brockenbrough y Suresh [42] para explicar la propagación de la fisura en modo I en la punta de la entalla se basa en que las caras de las microfisuras pueden deslizar de forma irreversible una respecto a otra, durante la aplicación de la carga de compresión de manera que una fracción importante de microfisuras pueden permanecer parcialmente abiertas durante el semiciclo de descarga. Esto conduce a un cambio en las características elásticas del material adyacente a la punta de la entalla, lo cual se pone de relieve mediante una disminución del límite elástico. El material en la zona de proceso está rodeado por material cuyo comportamiento es perfectamente elástico y su comportamiento constitutivo está esquematizado en la Fig.13. Durante el proceso de carga, las microfisuras se forman cuando el esfuerzo alcanza el valor A y a partir de éste el comportamiento es no lineal. Si durante la descarga las microfisuras se cerraran de nuevo, el camino seguido sería el B. Sin embargo, si se desplazan las caras de las microfisuras de forma irreversible, éstas no pueden cerrarse completamente y el camino seguido por la carga es el D, es decir, al descargar queda una deformación permanente en el material, lo cual genera tensiones residuales de tracción.



Fig.14. Esfuerzos residuales de tracción según el modelo de Brockenbrough y Suresh [42]. Se ha representado la variación del esfuerzo residual de tracción con la distancia a la punta de la entalla durante el primer ciclo de carga.

Los resultados del cálculo numérico realizado por Brockenbrough y Suresh [42] se presentan en la Fig.14. El parámetro  $\lambda$ , que aparece en la figura se define de la manera siguiente:

$$\lambda = 1 - (\beta_u / \beta_{máx}) \tag{5}$$

donde  $\beta_u$  es la densidad de microfisuras que se cierran completamente al descargar desde la carga máxima nominal de compresión y  $\beta_{máx}$  es la densidad total de microfisuras que existen en el momento en que se aplica la carga máxima de compresión. Es decir,  $\lambda = 0$  si todas las microfisuras se cerraran durante la descarga, en cuyo caso no se producirían deformaciones permanentes (camino B de la Fig. 13), mientras que si todas las microfisuras permanecieran abiertas entonces  $\lambda = 1$  (camino C de la Fig. 13).

#### 5.1. Influencia de la descarga

La velocidad de crecimiento de la grieta en la punta de la entalla depende del esfuerzo máximo de compresión así como del factor R. Si el esfuerzo máximo de compresión es pequeño la grieta no se forma, tal como ha sido puesto de manifiesto en distintos trabajos.

Por otra parte, la fuerza motriz que promueve la propagación de las microfisuras para formar una grieta microscópica en la punta de la entalla son las tensiones residuales de tracción. Estas aumentan durante la descarga a partir de la carga máxima de compresión. Por consiguiente, según el modelo de Brockenbrough y Suresh [42], cabe esperar que cuanto mayor sea la descarga, mayores cargas residuales de tracción se formen, lo cual aumentaría la velocidad de propagación de la grieta. Esto ha sido observado por Sabadell y Anglada[43] en alúmina y en policristales de circona tetragonal. Observaciones similares han sido realizadas en la fase  $\beta''$  de la alúmina por James et al[34]. Estos últimos autores también han puesto de relieve que la longitud final de la grieta aumenta ligeramente al disminuir la frecuencia desde 170 a 1 Hz, lo cual pone de relieve una pequeña influencia de la fatiga estática sobre la propagación de la grieta por fatiga cíclica.

## 6. IMPLICACIONES DE LA FATIGA CÍCLICA DE CERÁMICAS EN EL DISEÑO ESTRUCTURAL.

El diseño mecánico basado en el deterioro tolerado se fundamenta en la integración de las curvas da/dN frente a  $\Delta K$  para estimar el número de ciclos necesarios para que la grieta inicial, presente en el material, crezca hasta alcanzar su longitud crítica. Sin embargo, no existe todavía en los materiales cerámicos un modelo de propagación aceptado para todos ellos. Además el exponente de la ecuación de Paris es muy elevado y al integrar la ecuación, el número de ciclos a la rotura resulta ser inversamente proporcional a  $(\Delta \sigma)^m$  donde  $\Delta \sigma$ es el rango de la tensión aplicada. Una variación del doble en  $\Delta \sigma$  se traduce en el caso de metales (donde m varía entre 2 y 4) en una disminución de un orden de magnitud en la vida estimada. Para el caso de materiales cerámicos, con un exponente m mucho mayor, la misma variación en el nivel de esfuerzos implicará una disminución de más de 10 ordenes de magnitud [44]. Por lo tanto, un pequeño error en el cálculo de la amplitud de carga puede afectar drásticamente la vida de la estructura.

Un enfoque distinto al problema antes mencionado podría estar en considerar el umbral de propagación cíclico como el valor máximo del factor de intensidad de tensiones aplicable a la estructura. Este criterio no solamente puede implicar la disminución en un factor de dos de la tenacidad a fractura (el valor umbral de propagación tiende a ser un 50% de la tenacidad a fractura) sino que puede inducir graves errores ya que en estos materiales se ha demostrado la existencia del fenómeno de grieta pequeña, tal como anteriormente se ha comentado. Este fenómeno implica que el umbral de propagación medido con grietas grandes no puede ser usado en grietas pequeñas, ya que éstas tienden a crecer

31

mucho más rápido con factores de intensidad de tensiones menores. Pero son precisamente las grietas pequeñas las inevitables en estos materiales, siendo además de difícil detección.

## 7. CONCLUSIONES

a) En la presente revisión, se ha puesto de manifiesto la existencia de un fenómeno de fatiga en materiales cerámicos.

b) Existen diferentes mecanismos microscópicos responsables de la degradación por fatiga. Los mecanismos intrínsecos necesariamente involucran la acumulación de deterioro delante de la punta de la grieta, disminuyendo así la resistencia del material. Los mecanismos que generan deformación irreversible y microfisuración son los más representativos de esta clase. Los mecanismos extrínsecos son aquellos en que el ciclo de descarga modifica el apantallamiento producido durante la propagación de la grieta.

c) A pesar del mayor conocimiento actual del fenómeno de fatiga de los materiales cerámicos, los mecanismos responsables no son suficientemnte conocidos para poder elaborar criterios generales de diseño que permitan, entre otras cosas, el tratamiento del efecto de "grieta pequeña" el cual es de gran relevancia práctica.

## 8. AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo ha sido financiado por la CICYT a través del proyecto MAT93/0328. El autor expresa su agradecimiento a Jorge Alcalá cuyo trabajo de tesis de doctorado ha contribuido de forma importante a la realización de esta revisión.

## 9. BIBLIOGRAFÍA

- F. Guiu, "Cyclic Fatigue of Polycrystalline Alumina in Direct Push-Pull," J. Mater. Sci. Lett., 13 [6] 1357-61 (1978)
- L.S. Williams, "Stress Endurance of Sintered Alumina," *Trans. Br. Ceram. Soc.*, 55 [5] 287-312 (1956).
- 3. D.A. Krohn y D.P.H. Hasselman, "Static and Cyclic Fatigue Behaviour of a Polycristaline Alumina", *J. Am Ceram. Soc.*, **55** [4] 208-211 (1972).
- 4. L. Ewart, y S. Suresh, "Crack propagation in ceramics under cyclic loads", *J. Mater. Sci.*, 22 (1987) 1173-1192.
- 5. R. Warren y B. Johanneson, "Creation of Stable Cracks in Hard Metals Using 'Bridge' Indentation," *Powder Metall.*, **27** [1] 25-29 (1984).
- 6. 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] 893-903 (1990).

- 7. R. F. Cook y G. M. Pharr, "Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** [4] 787-817 (1990).
- B. Lawn, Fracture Mechanics of Brittle Solids, second edition, Cambridge University Press, Cambridge 1993.
- 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] 348-52 (1989).
- S. Lathabai, J. Rodel y B.R. Lawn, "Cyclic Fatigue from Frictional Degradation of Bridging Grains in Alumina", J. Am. Ceram. Soc., 74 [6] 1340-48 (1991).
- Y. Mutoh, M. Takahashi, T. Oikawa y H. Okamoto, "Fatigue Crack Growth of Long and Short Cracks", *Fatigue of Advanced Materials*, Editado por R.O. Ritchie, R. H. Dauskardt y B.N Cox, 211-225 (1991).
- M. Okazaki, A. J. McEvily y T. Tanaka, "On Fatigue Crack Growth in Silicon Nitride," *Fatigue* of Advanced Materials, Editado por R.O. Ritchie, R. H. Dauskardt y B.N Cox, 227-238 (1991).
- M. Okazaki, A. J. McEvily y T. Tanaka, "On the Mechanism of Fatigue Crack Growth in Silicon Nitride", *Met. Trans.*, 22 [4] 1425-34 (1991).
- S. Horibe y R. Hirahara, "Cyclic Fatigue of Ceramic Materials: Influence of Crack Path and Fatigue Mechanisms", *Acta Metall. Mater.*, 39, 1309-17 (1991).
- 15. S. Lathabai, J. Rödel y B. R. Lawn, "Cyclic Fatigue from Frictional Degradation at Bridging Grains in Alumina", J. Am. Ceram. Soc., 74 [6] 1340-48 (1991).
- Y.W. Mai y B. R. Lawn, "Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: II. Theoretical Fracture Mechanics Model", J. Am. Ceram. Soc., 70 [4] 284-94 (1987).
- F. Guiu, M. J. Reece y D. A. J. Vaughan, "Cyclic Fatigue in Some Structural Ceramics," *Fatigue of Advanced Materials*, Editado por R.O. Ritchie, R. H. Dauskardt y B.N Cox, 193-210 (1991).
- R.H. Dauskardt, "A Frictional-Wear Mechanism for Fatigue-Crack Growth in Grain Bridging Ceramics", *Acta Metall. Mater.*, 41 [9] 2765/2781 (1993).
- 19. X. Hu y Y.-W. Mai, "Crack- Bridging Analysis for Alumina Ceramics under Monotonic and Cyclic Loading," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75** [4] 848-53 (1992).

- R. O. Ritchie, R.H. Dauskardt, W. Yu y A.M. Brendzel, " Cyclic fatigue crack propagation, stress corrosion, and fracture toughness behavior in pyrolitic carbon-coated graphite for the prosthetic heart valve applications", J. Biomedical Materials Research, 24, 189-206 (1990).
- R. H. Dauskardt, W. C. Carter, D. K. Veirs y R. O. Ritchie, "Transient Subcritical Crack-Growth Behavior in Transformation-Toughned Ceramics," *Acta Metall. Mater.*, 38 [11] 2327-36 (1990).
- A. A. Steffen, R. H. Dauskardt, and 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] 1256-68 (1991).
- 23. A. H. Heuer, M. Ruhle y D. B. Marshall, "On the Thermoelastic Martensitic Transformation in Tetragonal Zirconia", J. Am. Ceram. Soc. 73 [4] 1084-93 (1990).
- I.W. Chen y P.E. Reyes Morrel, "Transformation Plasticity and Transformation Toughening in ZrO2 Containing Ceramics: I, Shear and Dilatation Effects", J. Am. Ceram. Soc. 69 [3] 181-89 (1986).
- 25. I.W. Chen y S.-Y. Liu, "Constitutive Relations for Mechanical Fatigue in Zirconia Ceramics", *Fatigue of Advanced Materials*, Editado por R.O. Ritchie, R. H. Dauskardt y B.N Cox, 153-168 (1991).
- 26. 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] 1197-1205 (1991).
- 27. S.- Y. Liu y I.-W. Chen, "Fatigue of Yttria-Stabilized Zirconia: II, Crack Propagation, Fatigue Striations, and Short-Crack Behavior", J. Am. Ceram. Soc., 74 [6] 1206-16 (1991).
- J. Alcalá, L. Iturgoyen y M. Anglada, "Crecimiento por Fatiga de Grietas de Indentación en Y-TZP Bajo Condiciones de K Creciente y Decreciente-Efecto del Apantallamiento", *Anales* de Mecánica de Fractura, Vol 9, 42-47 (1992).
- 29. J Alcalá, L. Iturgoyen y M. Anglada, "Cyclic Fatigue Crack Growth of Indentation Cracks in Y-TZP", *Fatigue 93* Vol III, Editores J.-P. Bailon y J.I. Dickson, Emas, 1269-74 (1993).
- J.F. Tsai, C-S Yu y D. K. Shetty, "Fatigue Crack Propagation in Ceria Partially Stabilized Zirconia (Ce-TZP)-Alumina Composites", J. Am. Ceram. Soc., 73 [10] 2992-3001 (1990).
- 31. T. Liu y G. Grathwohl, "Static and Cyclic Fatigue of Transformation Toughned Y-TZP(A) and Ce-TZP Ceramics", *Fatigue of Advanced Materials*, Editado por R.O. Ritchie, R. H. Dauskardt y B.N Cox, 265-286 (1991).
- 32. D. C. Cardona, P. Bowen and C. J. Beevers, "Through Thickness Fatigue Crack Growth in

CeO<sub>2</sub>-PSZ(TZP)", *Fatigue of Advanced Materials*, Editado por R.O. Ritchie, R. H. Dauskardt y B.N Cox, 265-286 (1991).

- J.M. Sabadell, M. Batlle y M. Anglada, "Fatiga de alúmina bajo cargas cíclicas de compresión", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 6 (1989) 137-143.
- 34. M.N. James, R.B. Tait y D.G. Mech, "Compression fatigue in  $\beta$ '' alumina", *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.* **14** (1991) 227-235.
- 35. M. Anglada, M. A. Campillo y J. Alcalá, "Cyclic fatigue of Y-TZP under compressive loads", paper E14, Second Conference of the European Ceramic Society, Augbsburg 1991.
- J.M. Sabadell y M. Anglada, "Crack propagation in alumina under cyclic compressive loads, 7th World Ceramics Congress, Montecatini (1990).
- 37. A. M. Lasheras, J.M. Sabadell y M. Anglada, "Estudio de la propagación de grietas de fatiga en mullita-circona en probetas entalladas sometidas a cargas cíclicas de compresión, XXX Congreso Nacional de Cerámica y Vidrio, Santiago de Compostela 1990.
- 38. S. Suresh y J. R. Brockenbrough, "Theory and Experimentals of fracture in cyclic compression: single phase ceramics, transforming ceramics and ceramic composites", *Acta metall.* **36** (1988) 1455-470.
- 39. A.Morrone, A.A. Nutt, S.R. y Suresh, S. Fracture toughness and fatigue crack growth behaviour of an  $Al_2O_3$  -SiC composite, J. Mater. Sci. 23 (1988) 3206-3213.
- M.N. James, A.M. Human. y S. Luyckx, "Fracture toughness testing of hard metals using compression-compression precracking", *J. Mater. Sci.* 25 (1990) 4810-4814.
- H. Iizuka, y M. Tanaka, "Fracture toughness measurements with fatigue-precracked single edgenotched beam specimens of WC-Co hard metal", *J. Mater. Sci.* 26 (1991) 4394-4398.
- 42. J.R. Brockenbrough y S. Suresh, "Constitutive behaviour of a microcracking brittle solid in cyclic compression", J. Mech. Phys. Solids 35 (1987) 721-722.
- 43. J.M. Sabadell y M. Anglada, "Influence of the load ratio on the subcritical crack propagation in alumina under cyclic compressive loads", J. Mater. Sci. Lett. 9 (1990) 964-966.
- 44. R. H. Dauskardt y R. O. Ritchie, "Cyclic Fatigue of Ceramics," *Fatigue of Advanced Materials*, Editado por R.O. Ritchie, R. H. Dauskardt y B.N Cox, 133-151 (1991).
- J. Alcalá, "Propagación subcrítica de grietas bsajo cargas cíclicas, constantes y monotónicas en la Y-TZP", tesis de doctoral, UPC, 1994.

### CRECIMIENTO DE GRIETAS POR FATIGA ANTE CARGAS DE DE AMPLITUD VARIABLE

#### J. Domínguez' y J. Zapatero''

<sup>\*</sup>Universidad de Sevilla Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales E.T.S.I.I., Avda. Reina Mercedes, s/n, 41012 Sevilla

## <sup>\*\*</sup>Universidad de Málaga Departamento de Ingeniería Mecánica E.T.S.I.I., Pl. El Ejido, s/n, 29013 Málaga

**Resumen**. En este trabajo se presenta una visión de los métodos para la predicción de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga ante cargas de amplitud variable. En primer lugar se analiza brevemente un aspecto importante, diferenciador del comportamiento de los metales ante cargas de este tipo en comparación con las cargas de amplitud constante, como es el efecto de secuencia. Seguidamente se indican los pasos necesarios para tratamiento de los registros de carga desde el punto de vista de fatiga, antes de ser empleados en la simulación o el ensayo de elementos sometidos a cargas como las analizadas. Este tratamiento permitirá obtener registros de carga representativos de los producidos durante la vida del elemento objeto de estudio. Se presentan también algunos modelos numéricos empleados en la simulación del efecto de secuencia. Finalmente, se muestrean algunos métodos de análisis del crecimiento de grietas ante cargas de amplitud variable, usando tanto procedimientos ciclo a ciclo como otros con tratamiento global desde un punto de vista estadístico.

Abstract. This paper shows a short overview of methods to predict the fatigue crack growth under variable amplitude loading in metals. First of all it is analyzed a very important aspect that makes different the fatigue crack growth in metals under variable amplitude loading. It is the sequence effect. The necesary steps to transform the real loading histories into a history to be applied during simulation or testing are described. This new loading history must be representative of all those which can be produced during the life of the system under loading. Some numerical models to simulate the sequence effect are also considered. Finally, some methods to analyse the fatigue crack growth under irregular and random loading, either cycle by cycle or global statistical methods, are described.

#### 1. INTRODUCCIÓN

El análisis del crecimiento de grietas por fatiga se hace normalmente a partir de datos obtenidos en ensayos con carga de amplitud constante. Sin embargo, las condiciones a que está sometida una estructura real son distintas a las de los ensayos. Las cargas aplicadas sobre las estructuras son normalmente de amplitud variable y la mayoría de las veces aleatorias.

La extrapolación del conocimiento y de los datos experimentales obtenidos en crecimiento de grietas con carga de amplitud constante a los casos reales de carga no es un problema sencillo. Por un lado, si las cargas son aleatorias o semialeatorias, no se conocerán exactamente las solicitaciones que van a producirse en el futuro y deberán definirse estadísticamente. Además, durante el crecimiento de una grieta con cargas de amplitud variable se produce lo que se denomina efecto de secuencia o de interacción debido a la irregularidad de la carga. En este caso, el incremento de longitud en cada ciclo no tiene que ser igual al que se produce para las mismas cargas con amplitud constante. Dicho incremento depende, no sólo de los valores máximo y mínimo del ciclo y de la longitud de la grieta, sino también de la historia previa de carga.

Cuando a un elemento se somete a ciclos con  $\Delta K$  constante y se le aplica una sobrecarga, como se muestra en la Figura la, se produce una disminución de la velocidad de crecimiento de la grieta, que puede ser más o menos instantánea. A medida que la grieta continúa creciendo, la velocidad va aumentando y, al cabo de cierto número de ciclos, vuelve a los valores previos a la sobrecarga. El valor de la reducción de velocidad de crecimiento y la duración del efecto dependen de la magnitud de la sobrecarga y su relación con el valor máximo de los ciclos de amplitud constante.

Efecto de secuencia se produce también cuando, durante un proceso de carga de amplitud constante, se aplica un ciclo en el que la carga mínima es menor que los mínimos de los ciclos de amplitud constante. En este caso aparece lo que se denomina aceleración del crecimiento: la velocidad de crecimiento durante los ciclos inmediatamente posteriores al mínimo será superior a la previa. En general, puede apreciarse efecto de secuencia siempre que existan dos ciclos sucesivos que difieran sustancialmente en su valor máximo, en el mínimo o en ambos. En cada caso, la duración del efecto dependerá de diversos factores.

Con este comportamiento del material es muy difícil extrapolar los valores y modelos obtenidos mediante el estudio del crecimiento ante cargas de amplitud constante, al caso de cargas de amplitud variable.

En general, en la predicción del crecimiento de grietas ante cargas de amplitud variable, incluyendo las aleatorias, pueden distinguirse varios aspectos cuya consideración es importante: el análisis y predicción de las cargas que van a producirse; el establecimiento de un modelo que permita reproducir el comportamiento del material ante estas solicitaciones; y la aplicación de dicho modelo considerando al proceso de carga previsto. Esto último puede hacerse mediante la simulación ciclo a ciclo del proceso de fatiga, hasta que se produzca el fallo, o de una forma global, a partir de la definición estadística del proceso de carga, determinando la vida esperada del elemento y, dependiendo del modelo estadístico, su distribución. A continuación se tratará cada uno de estos aspectos mencionados.

#### 2. EFECTO DE SECUENCIA.

El efecto de la secuencia de las cargas sobre el crecimiento de grietas fue puesto de manifiesto en la década de los 60. Diversos trabajos experimentales [1] demostraron que la aplicación de una sobrecarga origina una velocidad de crecimiento en los ciclos posteriores a ella mucho menor que la que se produce si no existe dicha sobrecarga. En determinadas condiciones, la sobrecarga puede llegar a detener completamente el crecimiento de la grieta [2].

La figura 1 muestra esquemáticamente el comportamiento de una grieta después de una sobrecarga. Antes de ella, con ciclos de amplitud constante (Fig. 1a), la velocidad de crecimiento es constante (da/dN)<sub>1</sub> (Fig. 1c). Al producirse la sobrecarga (K<sub>2max</sub>), se produce una modificación progresiva de la velocidad de crecimiento de la grieta. Durante la sobrecarga e inmediatamente después de ella, con ciclos iguales a los iniciales, se produce un incremento de la velocidad de crecimiento. La extensión de la grieta sobre la que se produce el aumento de velocidad y el valor de dicho incremento depende de diversos factores, entre los que sobresale el nivel de tensiones, la relación de sobrecarga rot y si las condiciones de propagación son de tensión plana o de deformación plana [3]. Seguidamente, comienza a producirse una reducción progresiva de la velocidad de crecimiento hasta llegar a un mínimo. Dicha desaceleración continúa hasta que la grieta ha crecido cierta distancia d a través de la zona plástica producida por la sobrecarga, denominada distancia de retraso ("delay distance").



Fig. 1. Efecto de secuencia en el crecimiento de una grieta después de una sobrecarga.

El valor de esta distancia es próximo al 25% del tamaño de la zona plástica producida por la sobrecarga [4]. Este fenómeno de disminución progresiva de la velocidad durante el crecimiento posterior a la sobrecarga se denomina retardo atrasado ("delayed retardation").

Una vez alcanzado el mínimo, la velocidad de crecimiento comienza a aumentar hasta llegar de nuevo al valor previo a la sobrecarga  $(da/dN)_1$ , estabilizándose en ese valor. La distancia sobre la que se producen los efectos transitorios de la sobrecarga  $\Delta a^*$  (Fig 1b), depende de diversos factores, entre los que se incluyen: estado de tensiones,  $\Delta K$ , R, R<sub>oL</sub>, microestructura del material y condiciones ambiente [3,5,6].

Otros aspectos resaltables del efecto de secuencia producido por las sobrecargas son:

- Valores de R<sub>oL</sub> suficientemente altos, normalmente entre 2 y 3, pueden llegar a producir la detención de la grieta.
- Varias sobrecargas consecutivas aumentan el efecto de retardo, reduciéndose además el "delayed retardation", pudiendo llegar a desaparecer.
- El aumento del valor de R produce generalmente una reducción del efecto de retardo. Valores negativos de R reducen también el efecto de secuencia, siendo menor la influencia de la sobrecarga a medida que disminuye R [7].
- 4. El incremento de longitud producido por la sobrecarga es superior al generado por un ciclo con el mismo  $\Delta K$  con carga de amplitud constante.
- En el caso de grietas pequeñas, el efecto de secuencia indicado es menos acusado. Incluso, dependiendo de la longitud de la grieta y condiciones de carga, puede desaparecer por completo.

Cuando durante un proceso de carga de amplitud constante se aplica un ciclo con el mínimo menor al resto ("underload"), se produce el efecto contrario: la velocidad de crecimiento de la grieta aumenta [8]. Este efecto de aceleración es menor que el de retardo producido por una sobrecarga, dependiendo su importancia del valor del mínimo aplicado. Igualmente, se ha comprobado que una "underload" inmediatamente después de una sobrecarga reduce el efecto de ésta [9]. Inmediatamente antes de una sobrecarga puede no tener influencia o puede reducir el efecto que produce la sobrecarga, dependiendo de las condiciones de carga.

Si, después de un bloque de ciclos de carga de amplitud constante se aplica otro de menor amplitud, se produce un efecto de retardo muy similar al generado por varias sobrecargas consecutivas [10]. Si las cargas del primer bloque son menores que las del segundo, el efecto es el contrario, produciéndose durante los primeros ciclos del segundo bloque una velocidad de crecimiento mayor de la que ocurre con las mismas cargas y amplitud constante.

Desde que se observó la existencia del efecto de secuencia, se han propuesto diversos mecanismos como responsables del mismo. En el caso de materiales metálicos, los mecanismos más sobresalientes son los que se describen brevemente a continuación.

### 2.1. Cierre de grieta plástico.

Mientras una grieta ideal sometida a carga de tracción cierra cuando se descarga totalmente, las grietas producidas por fatiga cierran durante la descarga, antes de llegar a ser nula la tensión. Igualmente, durante la carga posterior, la grieta no se abre hasta que el valor de la misma alcanza determinado valor, denominada tensión de apertura ( $S_{op}$ ).

Esta diferencia de comportamiento puede explicarse considerando la plasticidad que se forma en el frente de la grieta durante el proceso de crecimiento por fatiga (Figura 2). Cuando la grieta crece, el frente va dejando detrás de sí una zona de material deformado plásticamente, con deformación residual de tracción, denominada estela plástica ("plastic wake"). La deformación residual acumulada en dicha zona actúa como una cuña, generando unas tensiones residuales de compresión sobre la grieta.



Fig. 2. Zonas plásticas del borde de grieta y estela plástica.

Al producirse una sobrecarga, se genera una zona plástica mayor, con deformaciones residuales de tracción mayores justo delante del borde de la grieta (figura 3). Al volver a aplicarse los ciclos de menor amplitud, el redondeamiento del borde de grieta producido por la sobrecarga hace que  $S_{op}$  disminuya inicialmente, aumentando la velocidad de crecimiento respecto a los valores producidos antes de la sobrecarga. Cuando la grieta crece a través de esta zona plástica con mayores presiones entre las superficies de la grieta, aumentando  $S_{op}$ , con la consiguiente disminución de la velocidad de crecimiento [3]. Igualmente, entre dos bloques de carga, al producirse un cambio de amplitud de los ciclos se produce un cambio no instantáneo de las tensiones de

cierre que permite explicar, al menos en parte, los efectos de secuencia producidos.



Fig. 3. Esquema del avance de una grieta a través de una zona plástica producida por sobrecarga.

En general, puede decirse que el cierre de grieta plástico es el principal causante de los efectos de secuencia [3,11]. Sin embargo, no permite explicar toda la variedad de comportamiento producido con distintos materiales, condiciones ambientes, niveles y tipos de carga, y longitudes de grieta. Otros aspectos relativos al cierre de grieta por fatiga pueden encontrarse en la bibliografía [12,13].

#### 2.2. Ramificación y deflexión de la grieta.

En algunas aleaciones metálicas con tendencia a deformación en bandas paralelas ("planar slip"), durante una sobrecarga e inmediatamente después de ella, puede producirse la bifurcación o una deflexión de la grieta [14,15], volviendo posteriormente, después de cierto avance, a la dirección de propagación previa a la sobrecarga. La variación de orientación de la grieta y el avance a lo largo de una trayectoria inclinada ("deflected path") hace que el crecimiento se produzca en modo mixto, con combinación de los modos I y II, produciéndose una reducción del factor de intensidad de tensiones. Diversos análisis permiten decir que la reducción será del orden del 25% [5].

Algunos autores consideran que la ramificación o deflexión es uno de los causantes del efecto de secuencia. Sin embargo, se ha comprobado experimentalmente que, mientras unas veces se detecta retardo durante el avance de la grieta con trayectoria inclinada [15], otras, la grieta crece a mayor velocidad durante el avance con esta trayectoria, comenzando el retardo una vez que vuelve a la trayectoria original, perpendicular al eje de carga [14]. En este último caso, no está clara la razón por la que, habiéndose producido

una reducción del factor de intensidad de tensiones se produce una aceleración.

Fleck [3], a partir del análisis de diversos resultados experimentales obtenidos por él mismo y otros autores, llega a la conclusión que este fenómeno no es una causa dominante de retardo cuando los valores de  $\Delta K$  son altos. Con niveles bajos de  $\Delta K$ , si se produce ramificación o deflexión, puede ser una de las causas de retardo, conjuntamente con otros mecanismos como el cierre plástico u otras formas de cierre que se describen posteriormente.

#### 2.3. Cierre de grieta inducido por el óxido.

La presencia de una atmósfera corrosiva produce la oxidación de las nuevas superficies generadas durante el crecimiento de la grieta. Con valores de  $\Delta K$  próximos al umbral de crecimiento por fatiga, la apertura de la grieta en modo mixto, la rugosidad de las superficies y el cierre de grieta plástico producen una continua rotura y nueva formación de la capa de óxido mediante un mecanismo de "fretting". Las partículas de óxido desprendidas producen un efecto de cuña, aumentando el factor de intensidad de tensiones a que se produce el cierre o la apertura  $K_{op}$ , reduciendo el valor de  $\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{op}$ . La consecuencia, es una reducción de la velocidad de crecimiento [16].

El cierre de grieta producido por el óxido se ve potenciado en determinadas condiciones, como son: ambientes oxidantes, pequeños valores de R y  $\Delta K$ , superficies de grieta rugosas, bajo límite elástico del material y cualquier otra que potencie la oxidación, contacto y deslizamiento entre las superficies [12,17]. Su efecto sobre la tensión de cierre y la velocidad de crecimiento de la grieta es importante para valores de  $\Delta K$  próximos al umbral y pequeños valores de R, donde es mayor el cierre producido y menor el cierre plástico, y, cualquier variación de K<sub>op</sub> tiene mayor influencia sobre da/dN. Por ello, su efecto sobre la vida a fatiga, normalmente sólo es significativo con estas condiciones de carga.

En cuanto al efecto de secuencia producido por este mecanismo, sólo se presenta adicionalmente a otros que hagan descender la velocidad de crecimiento a valores próximos al umbral, después de una sobrecarga. En estos casos, al producirse la sobrecarga, la disminución de  $\Delta K_{eff}$  a valores próximos al umbral  $\Delta K_{th}$ , activa los mecanismos de crecimiento que incrementan el valor del cierre producido por el óxido [6].

### 2.4. Cierre de grieta inducido por la rugosidad.

Con niveles bajos de tensión, como ocurre con niveles

próximos al umbral, la zona plástica tiene dimensiones menores que una dimensión microestructural característica, por ejemplo, el tamaño de grano. En estas condiciones, el crecimiento de grieta se produce a lo largo de un solo sistema de deslizamiento, típico mecanismo de la fase I de crecimiento. Esta forma de crecimiento da origen a una superficie muy irregular, que, conjuntamente con el desplazamiento de las superficies de la grieta en modo II y la falta de ajuste entre las irregularidades de las superficies, origina un aumento del valor de K<sub>el</sub> [5,18].

Este tipo de cierre de grieta, como en el caso del inducido por el óxido, puede influir apreciablemente en el efecto de secuencia cuando una sobrecarga haga descender la velocidad de crecimiento a valores próximos al umbral. Entonces, se activan los mecanismos de crecimiento que incrementan el valor del cierre inducido por la rugosidad.

### **3. REGISTROS REALES DE CARGA**

Aunque en algunos casos los equipos y estructuras pueden estar sometidos a cargas de amplitud aproximadamente constante, estas son normalmente de amplitud variable. La mayoría de las veces, estas cargas tienen además un carácter aleatorio o semi aleatorio.

Unas veces, la aleatoriedad o la irregularidad es tan pequeña que este aspecto puede despreciarse en el análisis a fatiga, considerando las cargas con amplitud constante, o al menos con variación lenta y conocida de esta amplitud.

Otras estructuras y sistemas mecánicos están sometidos a cargas cuya amplitud varía aleatoriamente. Ejemplos son los aviones, barcos, automóviles, estructuras offshore, aerogeneradores, etc. En los primeros, por ejemplo en las alas, se producen durante el vuelo variaciones importantes de las cargas debido a maniobras y a la turbulencia [19]. Variaciones que se superponen a la carga debida al peso del avión. Además de estas variaciones, se produce un ciclo tierra-aire-tierra, de mayor o menor amplitud, dependiendo de la configuración del avión.

En las estructuras offshore, las cargas de fatiga se producen debido al oleaje. En los elementos tubulares, las tensiones en un punto en cada instante dependen de la geometría y dimensiones del elemento, del estado del mar y de que ocurra o no una resonancia estructural. Durante la vida de la estructura, las tensiones pueden representarse mediante la sucesión de diversos estados del mar. En edificios altos y chimeneas, el viento produce fuerzas aleatorias cuya magnitud y el carácter de las fluctuaciones depende de la forma de la estructura, orientación respecto a la dirección del viento y velocidad del mismo. En el caso de los generadores eólicos, además de las fuerzas consideradas en los edificios altos y chimeneas, se producen otras producidas por la rotación de las palas, unas con amplitud constante y otras con variación aleatoria de la misma.

En realidad, las cargas no son totalmente aleatorias, son semialeatorias, algunas veces mezcladas con cargas deterministas. Por ejemplo, en los aviones, las cargas producidas por el ciclo tierra-aire-tierra no se presentan seguidas, sino con cargas superpuestas durante el vuelo y otras durante el movimiento, el tiempo de estancia en tierra. Además, las sobrecargas producidas por turbulencia no se distribuyen de forma totalmente aleatoria durante las distintas zonas de vuelo.

#### Obtención de un Registro Representativo

Para predecir el comportamiento de una grieta en una estructura, es necesario conocer las solicitaciones a que va a estar sometida y disponer de una historia de cargas de las mismas características que la esperada en la estructura. Dicha historia debe incluir ciclos de distintos niveles en la misma proporción en que se espera van a producirse en la estructura. Además, si los efectos de secuencia son significativos, estos ciclos deben ordenarse en secuencias que produzcan los mismos efectos que los esperados. En muchos casos, para reducir la duración del proceso de cálculo o ensayo, es importante conseguir que la historia representativa produzca los mismos efectos, pero con un número de ciclos muy inferior al real.

En general, el método seguido para obtener las historias representativas consta normalmente de varios pasos [20,22]:

- Obtención, mediante simulación o a partir de medidas previas, de los diversos tipos de registros que pueden producirse, su duración y la frecuencia relativa con que se presenta cada uno. Ello exige el análisis y clasificación de las condiciones de carga esperadas. Para cada una de dichas condiciones deben obtenerse, registros representativos. Estos registros pueden obtenerse mediante medida en prototipos en las mismas circunstancias, mediante inferencia, a partir de las medidas en estructuras similares o modelos previos, o a través de la simulación.
- 2. Determinación mediante algún método de contar ciclos, de los ciclos -picos y valles, o rangossignificativos a efectos de fatiga y determinación del spectro, entendido como tal una representación estadística de los ciclos que pueden producirse durante la vida de una estructura.

El espectro puede representarse como en la figura 4a, que para cada rango representa el número de ciclos con valor superior al mismo, o mediante una tabla en la que se indican el número de rangos o los ciclos producidos de cada amplitud. Dicha tabla puede incluir también los valores medios de estos o indicar sus mínimos y máximos [22].

3. Manipulación del spectro, teniendo en cuenta que los datos obtenidos corresponden sólo un caso de los posibles en la estructura en cuestión e intentando reducir en lo posible el número de ciclos a considerar en el análisis o ensayo.

Los ciclos de mayor rango, de los que sólo existe uno o varios en el espectro, puede que no se produzcan en algunas estructuras, en las que una grieta crecerá más rápidamente por ser menor el efecto de retardo. Para considerar esta posibilidad, deben eliminarse del espectro los valores más altos que no se produzcan más que varias veces en la vida de la misma. Esta operación se denomina normalmente "clipping" (fig. 4b).

La decisión sobre los niveles altos que deben ser eliminados del espectro debe tomarse después de analizar, mediante ensayos o simulación con distintos niveles de clipping, el efecto que producirá tal decisión.





(b)

Fig. 4. Ejemplo de espectro de cargas con indicación de niveles truncado de truncado y "clipping".

Otra operación que se hace con el espectro, antes de obtener la historia representativa, es la denominada truncado.

El número de ciclos incluidos en el espectro no tiene que corresponder a toda la vida de la estructura o componente. No obstante, el tiempo considerado en el espectro debe ser suficientemente grande para incluir al menos uno o varios ciclos del nivel más alto no eliminado mediante clipping. Este es el período denominado período de retorno.

 Reconstrucción de la historia de cargas representativa, mediante combinación en el orden adecuado para representar el efecto de secuencia, si lo hay, de los ciclos o rangos del spectro manipulado.

En este proceso debe tenerse en cuenta que las cargas se producen en la realidad de forma semialeatoria, y que los ciclos mayores no irán normalmente distribuidos aleatoriamente, sino agrupados en períodos correspondientes a condiciones de carga desfavorables, por ejemplo, tormentas, malas carreteras, etc. Además, las cargas deterministas deberán incluirse también con la secuencia adecuada.

Con objeto de permitir una mejor comparación de diferentes diseños, de considerar posibles mejoras, analizar la dispersión de la vida a fatiga, comparar métodos de predicción del crecimiento de grietas y/o para hacer comparables ensayos realizados en distintos laboratorios, se han definido registros típicos ("standard"), representativos de distintos tipos de elementos o estructuras [23,24]. La palabra standard no debe interpretarse como una especificación a cumplir. Es más una norma general, diseñada para ser usada en ensayos y simulaciones, de forma que los resultados de diversas investigaciones sean comparables. Unos son muy cortos y corresponden sólo a un tipo de estado de carga de la estructura correspondiente. Otros incluyen los registros representativos de toda la vida de la estructura o componente. Estos últimos se han obtenido mediante un proceso similar al descrito previamente.

## 4. MODELOS DE RETARDO Y ACELERACIÓN DEL CRECIMIENTO.

En la bibliografía se encuentran numerosos modelos analíticos que intentan tener en cuenta el efecto de secuencia producido cuando se aplican cargas de amplitud variable. Entre ellos destacan, sobre todo por ser los más utilizados y haber servido de base para otros muchos, los propuestos por Wheeler [25] y por Willemborg [26] y los basados en el concepto de cierre de grieta [27], permitiendo todos ellos estimar el retardo en el crecimiento. A partir de ellos se han desarrollado otros más sofisticados. Unos permiten incluir otros efectos, como la aceleración; otros se ajustan mejor a determinados materiales y tipos de carga; otros incluyen la posibilidad de tratamiento de grietas cortas; etc. [28-34].

### 4.1. Modelo de Willemborg

Willemborg establece la magnitud del retardo como una función del factor de intensidad de tensiones necesario para anular el efecto de la zona plástica creada por la sobrecarga. Definiendo  $a_p$  como se indica en la figura 5:



Fig. 5. Zona plástica del borde de grieta.

$$a_{p} = a_{p} + r_{OI} \tag{1}$$

en el ciclo i, el factor de intensidad de tensiones necesario para crear una zona plástica  $r_p = a_p - a_i = r_{OL} - \Delta a$ , cumplirá la ecuación:

$$r_p = r_{OL} - \Delta a = c \left(\frac{K_{maxr}}{\sigma_{ys}}\right)^2$$
 (2)

o escrito de otra forma:

$$K_{maxr} = \sigma_{ys} \sqrt{\frac{r_{OL} - \Delta a}{c}} = K_{max}^{OL} \left[ i - \frac{\Delta a}{r_{OL}} \right]^{\nu_{2}}$$
(3)

donde  $K_{max}^{OL}$  es el factor de intensidad de tensiones máximo producido por la sobrecarga previa.

El modelo considera que se produce una tensión residual de compresión debida a la sobrecarga:

$$S_r = S_{max} - S_{max} \tag{4}$$

con el factor de intensidad de tensiones correspondiente:

$$K_r = K_{maxr} - K_{maxi}$$
(5)

donde  $S_{maxi}$  es la tensión máxima del ciclo i, y  $K_{maxi}$  el factor de intensidad de tensiones asociado a dicha tensión.

De acuerdo con ello, los valores efectivos máximo y mínimo del factor de intensidad de tensiones se pueden definir:

$$K_{maxeff} = K_{maxi} - K_r = 2K_{maxi} - K_{maxr}$$

$$K_{mineff} = K_{mini} - K_r = K_{mini} + K_{maxi} - K_{maxr}$$
(6)
(7)

donde  $K_{maxeff}$  y  $K_{mineff}$  se harán iguales a cero si se obtienen valores negativos.

El rango efectivo del factor de intensidad de las tensiones será:

$$\Delta K_{eff} = K_{maxeff} - K_{mineff} \tag{8}$$

y el coeficiente de asimetría efectivo:

$$R_{eff} = \frac{K_{\text{mineff}}}{K_{\text{maxeff}}}$$
(9)

que pueden ser sustituidos en la ecuación de Forman para obtener la velocidad de crecimiento en el ciclo i:

$$\frac{da}{dN} = A \frac{(\Delta K_{eff})^n}{(1 - R_{eff})K_c - \Delta K_{eff}}$$
(10)

Posteriormente al modelo original de Willemborg se han propuesto otros muchos, basados en la idea de las tensiones residuales. Entre las variantes más interesantes que incluyen la posibilidad de considerar aceleración y/o efectos de cargas de compresión posteriores a las sobrecargas, están los modelos propuestos por Johnson [30] y Chang et al. [34]. Estos, sin embargo, exigen la determinación experimental de algunos parámetros no necesarios en el modelo de Willemborg y otros derivados de él.

#### 4.2. Modelos Basados en el Cierre de Grieta

Estos modelos consideran el concepto del cierre de grieta comentado en el apartado 2 para determinar la magnitud del retardo por sobrecarga. Los primeros propuestos se basan en la determinación experimental de la tensión de apertura  $S_{op}$  con ensayos de amplitud constante y la utilización de expresiones que aproximan su evolución después de una sobrecarga a los resultados experimentales. Un ejemplo, puede ser el propuesto por Bell y Wolfman [35]. Proponen una ecuación de crecimiento del tipo:

$$\frac{da}{dN} = f(\Delta K_{eff}) \tag{11}$$

con

$$\Delta K_{a} = K_{a} - K_{a} = (S_{a} - S_{a}) f(a) \sqrt{\pi a}$$
 (12)

La determinación de  $S_{op}$  se basa en ecuaciones empíricas. Por ejemplo, al aplicar cargas de amplitud constante  $S_2$ , después de un grupo de sobrecargas, la tensión de apertura se puede expresar:

$$S_{op} = S_{opl} - (S_{opl} - S_{op2}) \left(\frac{\Delta a}{r_{OL}}\right)^b \quad para \ 0 \le \Delta a < r_{OL}$$
(13)

donde  $r_{OL}$  es el tamaño de la zona plástica creada por la sobrecarga o grupo de ellas e  $\Delta a$  es el incremento de longitud producido desde la sobrecarga,  $S_{op1}$  y  $S_{op2}$  son las tensiones de apertura correspondientes, a cargas de amplitud constante con valores iguales a la sobrecarga y a  $S_2$ , respectivamente. El parámetro *b* es un coeficiente a ajustar experimentalmente, que depende del tipo de material.

Posteriormente, se han desarrollado otros modelos que incluyen esquemas numéricos más complicados para determinar la tensión de cierre de grieta ciclo a ciclo [28,29]. Estos definen las tensiones de cierre y su evolución a partir de modelos simplificados del comportamiento de la grieta. Uno de los métodos más prometedores es el "strip yield model", desarrollado inicialmente por Newman [28], basado en el modelo de Dugdale, que permite buenas aproximaciones incluso para el caso de grietas pequeñas [31].

#### 4.3. The Strip Yield Model

Usando el modelo de Dugdale, se puede determinar el tamaño de la zona plástica y el desplazamiento de las superficies de la grieta resolviendo dos problemas elásticos (Fig. 6): una grieta de longitud  $a+r_o$  sometida a la tensión nominal  $\sigma$ ; y la misma grieta con unas tensiones  $-\sigma^*$  en el tramo de la grieta correspondiente a la zona plástica. Newman propone un valor para  $\sigma^*$ :



Fig. 6. Modelo de Dugdale

$$\sigma^* = \alpha \sigma_{\alpha} \tag{14}$$

con  $\sigma_o$  igual a la media de los límites de fluencia y rotura del material y siendo  $\alpha$  un coeficiente para

diferenciar los estados de tensión. Para estados de tensión plana  $\alpha$  = 1; para deformación plana  $\alpha$  = 3; y en estados intermedios 1< $\alpha$ <3.

Este modelo exige el conocimiento de una solución de  $K_1$  y de los desplazamientos para la geometría y longitud de grieta objeto de estudio, ante las dos hipótesis de carga indicadas.

Comparando la grieta real de longitud 2a con la ideal del modelo de Dugdale de longitud 2 (a +  $r_o$ ) (Fig. 7), la longitud 2L(x) se supone que corresponde al alargamiento total del material situado en la línea vertical correspondiente a la coordenada x. Es decir el aumento de distancia entre dos puntos situados en una misma vertical, a una distancia x al pasar la grieta entre ellos. Cuando la grieta crece, el alargamiento residual total del material, a una distancia x<a, una vez que el borde de la grieta a pasado, es L<sub>c</sub> (x<sub>i</sub>) (Fig. 7).

El estudio numérico distingue dos zonas en el elemento: una de comportamiento elástico, fuera de la línea de la grieta de Dugdale (A en la figura 7); y otra, de comportamiento rígido plástico (B). Esta última zona se considera dividida en elementos de longitud L y ancho W, que pueden alargarse o acortarse plásticamente en función de las tensiones producidas en cada ciclo. El ancho W puede ser el mismo para cada elemento, o variable, con valores menores para los más próximos al borde (Fig. 8).



Fig. 7. Zona elástica (A) y rígido plástica (B) del modelo.



Fig. 8. Discretización de la zona plástica y la estela.

El proceso completo de simulación del comportamiento y cálculo de las tensiones de cierre, para cada incremento de longitud de la grieta, será el siguiente:

- A. Aplicación de la carga y determinación del tamaño de zona plástica, mediante el modelo de Dugdale.
- B. Discretización de la zona B de la figura 7 (Fig. 8).
- C. Cálculo de los valores de L; esto es, los desplazamientos de la superficie de la grieta de Dugdale ante las cargas de este modelo. El segundo estado de carga se resuelve como superposición de n casos, correspondientes a una tensión  $\sigma_j$  en cada uno de los elementos en que se ha discretizado la zona plástica.

$$L_{i} = Sf(x_{i}) - \sum_{j=1}^{n} \sigma_{j} g(x_{i}, x_{j}) \quad i = 1....n$$
 (15)

donde  $L_i$  es la longitud del elemento i, igual al desplazamiento de la superficie de la grieta de Dugdale,  $Sf(x_i)$  es el desplazamiento producido en el punto  $x_i$  por la tensión nominal S y el término de la derecha representa la suma de los desplazamientos producidos en el punto i por las tensiones a que están sometidos todos los elementos, incluyendo el i. La función  $g(x_i, x_j)$  es, el desplazamiento en el punto  $x_i$ , producido por una tensión unidad en el elemento j. La tensión  $\sigma_j$  tomará los valores  $\sigma_j = \alpha \sigma_o$  en la zona plástica y  $\sigma_j = 0$  en la superficie.

- D. Rotura del número necesario de elementos de la zona plástica para simular el crecimiento deseado. Esta se simula haciendo desaparecer la tensión en la zona de los elementos rotos (Fig. 8).
- E. Determinación de la nueva zona plástica, con la nueva longitud real de la grieta.
- F. Nueva discretización de la zona plástica usando el mismo número de elementos que previamente a la rotura.
- G. Cálculo de los nuevos valores de L<sub>i</sub>, con la carga máxima aplicada. Si la carga no ha modificado los límites de la zona plástica producida por alguna carga previa, esta determinación se hace mediante solución del sistema de ecuaciones empleado en el apartado C. Estará sometido a las siguientes restricciones:

La diferencia de valores de fluencia en tracción  $(\alpha \sigma_o)$  y en compresión  $(-\sigma_o)$  para los elementos de la zona plástica se justifica porque la singularidad en el borde de grieta en tracción hace que se esté más próximo a condiciones de deformación plana que en compresión, que se considera en tensión plana.

Para la solución del sistema de ecuaciones anterior, supuestos los L<sub>i</sub> calculados en el punto C, en los puntos donde se violen las restricciones de  $\sigma_j$  se impondrán los valores limites de estas y se dejará L<sub>i</sub> como variable a calcular. En los puntos en que  $\sigma_i$  se mantenga dentro de los límites indicados, L<sub>i</sub> tendrá la misma longitud que previamente y la incógnita será  $\sigma_i$ .

- H. Aplicación de la carga mínima y nueva solución de la ecuación anterior, con la nueva carga, para determinar los desplazamientos plásticos residuales (L<sub>i</sub>).
- I. Cálculo de la tensión de apertura de la grieta (S<sub>op</sub>). Puede definirse como la mínima tensión nominal para la que todos los puntos de la superficie sufren unos desplazamientos iguales o mayores a los producidos por una carga en la superficie de la grieta igual a las presiones de contacto [31].

Ante un nuevo ciclo se volverá a repetir todo el proceso anterior, desde el punto C.

En todo el proceso indicado, se han hecho varias simplificaciones, además de las propias del modelo de Dugdale. Una es la consideración de comportamiento rígido perfectamente plástico en la zona discretizada del material. Otra es la suposición de estado monodimensional de tensiones en todos los elementos en que se ha discretizado la zona B de la Fig. 7. Con objeto de distinguir estados de tensión plana, deformación plana, o intermedios, se ha modificado la tensión de fluencia mediante el parámetro multiplicador  $\alpha$ .

## 5. MÉTODOS DE PREDICCIÓN DEL CRECI-MIENTO DE LA GRIETA CON CARGAS DE AMPLITUD VARIABLE.

Para determinar la evolución de una grieta, el primer paso es seleccionar una ley de crecimiento, que será del tipo:

$$\frac{da}{dN} = f(\Delta K, R, ...)$$
(16)

Con cargas de amplitud constante, la integración de esta ecuación resulta directa. Será más o menos complicada dependiendo de la expresión de la ley de crecimiento y del factor de intensidad de tensiones en función de la longitud de grieta.

Con carga de amplitud variable, el proceso de integración se hace más complejo, ya que habrá que considerar la variabilidad de los ciclos de carga, la existencia de ciclos superpuestos, que puede hacer necesario el uso de un método de contar ciclos, y la consideración del efecto de secuencia. De forma general,

los procedimientos se pueden clasificar en dos grupos: aquellos que emplean aproximaciones basadas en determinación ciclo a ciclo del crecimiento; y los que a partir de una definición estadística de las cargas, determinan el valor esperado de la vida a fatiga.

Entre los métodos ciclo a ciclo pueden distinguirse a su vez dos grupos: los que hacen la integración lineal, sin tener en cuenta el efecto de secuencia, y los que consideran algún tipo de efecto de secuencia.

En cualquier caso, el análisis ciclo a ciclo debe incluir una serie de pasos que genéricamente se indican a continuación:

- 1. Definición de la geometría del elemento y longitud inicial de la grieta  $a_0$ .
- Determinación, para la geometría considerada, de la función f(a) que permitirá determinar K, en función de la longitud de grieta y de la tensión nominal S:

$$K_{I} = f(a) S \sqrt{\pi a}$$
(17)

- 3. Definición de la ley de crecimiento y del modelo de retardo a aplicar.
- Definición de los parámetros del modelo de crecimiento, por ejemplo K<sub>e</sub>, K<sub>th</sub>, exponentes, coeficientes, etc.
- Obtención del registro de tensiones. Incluirá en caso necesario una subrutina para contar ciclos y otra generación de la señal a considerar en el análisis.
- 6. Determinación de  $K_{max}$  e  $\Delta K$  a partir de f(a), de la longitud de la grieta,  $\Delta S$  y  $S_{max}$ .
- Aplicación del modelo de retardo en caso necesario. Incluirá el cálculo ciclo a ciclo de los parámetros del modelo a incluir en la ecuación de crecimiento. Por ejemplo, en los modelos basados en el cierre de la grieta, habrá que calcular ΔK<sub>eff</sub>.
- Determinación del incremento de longitud producido en cada ciclo, en función de los parámetros calculados, y cálculo de la nueva longitud a<sub>i</sub>.
- Comprobación de que a<sub>i</sub> < a<sub>f</sub> y vuelta al punto 5 para continuar el proceso con un nuevo ciclo.

Este proceso puede considerarse general para cualquier método de predicción empleado. Los programas numéricos, que aplican estos métodos pueden no incluir alguno de los bloques mencionados, con lo que habrá que suministrarle los datos necesarios para suplir su ausencia. Por ejemplo, puede no incluir método alguno de contar ciclos, o por el contrario, puede incluir módulos más completos, con varios métodos de contar ciclos y generar el espectro. Puede emplear también distintas leyes de crecimiento, etc.

#### 5.1. Análisis del crecimiento con acumulación lineal.

De los métodos de análisis del crecimiento de grieta, el más simple es la acumulación lineal, sin consideración del efecto de secuencia. En ese caso debe emplearse un método de contar ciclos, por ejemplo rain-flow. Organizada la secuencia de ciclos de rain-flow a aplicar, solo habrá que determinar ciclo a ciclo los valores de  $K_{max}$ ,  $K_{min}$  y el incremento de longitud producido en el ciclo (da/dN).

La ley de crecimiento debe ser aquella que mejor se adapte al material y tipo de carga aplicada. Como ley más general, puede mencionarse la representada por la ecuación [36]:

$$\frac{da}{dN} = C \frac{(1-R)^m \Delta K^n (\Delta K - \Delta K_{th})^p}{[(1-R)K_c - \Delta K]^q}$$
(18)

Donde R es el coeficiente de asimetría del ciclo,  $\Delta K_{th}$  es el umbral de crecimiento y  $\Delta K_c$  es el factor crítico de intensidad de tensiones, C, m, n, p y q son constantes que dependen del material. Asignándole determinados valores a estos parámetros, pueden obtenerse leyes bien conocidas como la de París, Walker o Forman.

Los métodos que no incluyen efectos de secuencia tienden a producir resultados conservativos en general [34]. Cuando las historias de carga producen efectos de secuencia poco importantes, los resultados suelen ser suficientemente aproximados en comparación con los de modelos que incluyen este efecto y normalmente, aunque no siempre [30], más conservativos.

Debido a que los resultados son generalmente conservativos, que los errores, si no hay sobrecargas importantes, no son muy grandes, y que son de fácil aplicación, su uso con cargas aleatorias sin sobrecargas importantes es bastante frecuente.

## 5.2. Análisis mediante métodos basados en el modelo de Willemborg.

La diferencia de estos métodos con los procedimientos de acumulación lineal radica en los pasos 5 y 7 del proceso.

En lo que a la generación de la secuencia de ciclos a analizar respecta, la diferencia está en el método de contar ciclos. Para poder considerar el efecto de secuencia, los ciclos deben aplicarse al modelo de retardo en el mismo orden en que se producen. Por ello, el método empleado debe almacenar los ciclos, manteniendo el orden.

Entre los métodos más completos que emplean el concepto de tensiones residuales del modelo de Willemborg, pueden citarse el propuesto por Chang [34] y el MPYZ [30], propuesto por Johnson. Incluyen el efecto de los mínimos de carga para reducir la influencia de las sobrecargas. El principal inconveniente para el uso de estos modelos es la necesidad de introducir varios parámetros, que deben ajustarse experimentalmente para cada material. Como ejemplo representativo puede considerarse el modelo MPYZ, cuyas características más sobresalientes se indican a continuación.

La ley de crecimiento empleada en cada ciclo es una modificación de la ecuación de Forman:

$$\frac{da}{dN} = C \frac{\Delta K^n}{(1 - R_{eff})^m K_c - \Delta K} \Delta K > \Delta K^*_{th}$$
(19)  
$$\frac{da}{dN} = 0 \qquad \Delta K \le \Delta K^*_{th}$$
(20)

en la que m=1 para  $R_{eff}>0$  y m=2 para  $R_{eff}<0$  y  $\Delta K_{th}^{*}$  es el umbral de crecimiento para cada ciclo, definido posteriormente.  $R_{eff}$  se define:

$$R_{eff} = \frac{K_{\min} - K_R}{K_{\max} - K_R} = \frac{K_{\min_{eff}}}{K_{\max_{eff}}}$$
(21)

donde  $K_R$  es el factor de intensidad de tensiones residual asociado al modelo MPYZ, que se definirá posteriormente. Si  $R_{eff}$  supera un  $R_{max}$  determinado se limitará su valor a dicho máximo, definido:

$$R_{\rm max} \leq 0.6 + \frac{0.2 r}{t}$$
 (22)

donde t es el espesor de material y r es el tamaño de zona plástica, definido por:

$$r = \frac{1}{\alpha \pi} \left( \frac{K_{\text{max}}}{\sigma_{ys}} \right)^2$$
 (23)

siendo  $\alpha$  igual a 1 para tensión plana y 3 para deformación plana.

El umbral para cada ciclo  $(\Delta K^*_{th})$  se obtiene a partir de  $\Delta K_{th}$ , obtenido en ensayos con R=0 y amplitud constante, mediante la expresión:

$$\Delta K_{th}^* = (1 - R_{eff}) \Delta K_{th}$$
<sup>(24)</sup>

 $K_R$  se obtiene a partir de  $K_R^w$ , que es equivalente al  $K_R$  del modelo de Willemborg. Su expresión para un ciclo

es:  

$$K_{R} = \phi_{R} K_{R}^{W} = \phi_{R} \left[ K_{\max}^{OL} \left( 1 - \frac{\Delta a}{r_{OL}} \right)^{h} - K_{\max} \right]$$
(25)

con  $r_{OL}$ ,  $\Delta a$ ,  $K_{max}^{OL}$  y  $K_{max}$ , definidos previamente en el modelo de Willemborg. El término  $\phi_R$  ajusta el retardo de acuerdo a varios parámetros del registro de carga y del material. Su expresión es:

$$\phi_R = [1.0 - (K_{th}/K_{max})]/[(\psi - 1.0)(1.0 - R_L)]$$
 (26)

donde  $\psi$ =B/A es un parámetro característico del material, dependiente de B, que representa la relación  $K_{max}^{OL}/K_{max}$  por encima de la cual no hay crecimiento y de A, que representa la relación  $K_{max}^{OL}/K_{max}$  por debajo de la cual no hay retardo.  $R_L = S_{UL}/S_{max}^{OL}$ , es un parámetro de la historia de carga en el instante de la carga  $S_{UL}$  (figura 9), que trata de considerar la disminución del retardo generado cuando las sobrecargas se producen con valores de R menores.



Fig. 9. Picos y valles a considerar en el modelo MPYZ.

Si el valor máximo de un ciclo i produce una zona plástica  $r_i$  tal que  $\Delta a + r_i > r_{OL}$  (figura 5), este máximo pasa a ser la nueva sobrecarga. Dicho ciclo producirá un incremento de longitud superior al que produciría si la carga fuera de amplitud constante. Para tener en cuenta este fenómeno, denominado normalmente aceleración,  $\phi_R$  pasa a ser:

$$\phi_R^* = (1.0 - R_i)$$
 (27)

Si ocasionalmente se produce un mínimo  $K_{UL}$  menor que el mínimo valor de K antes de la última sobrecarga ( $K_{pr}$  en la figura 9) o menor que la última  $K_{UL}$  producida después de la sobrecarga, disminuirá el efecto de retardo.

Este efecto se considera modificando  $K_R^W$ , pasando a ser  $K_R^{W_1}$ :

$$K_{R}^{W_{I}} = \frac{K_{eff}^{OL} - K_{max}}{Z - Y} (Z - \beta)$$
 (28)

donde  $\beta$  se expresa

$$B = \frac{K_{pr} - K_{UL}}{K_{max}^{OL} \left(1 - \frac{\Delta a}{r_{OL}}\right)^{1/2} - K_{UL}}$$
(29)

Los procedimientos asociados al modelo de Willemborg, aunque producen resultados bastante aceptables, son muy empíricos, con poco fundamento en los mecanismos reales de retardo y necesitan la determinación experimental, mediante un proceso complicado, de varios parámetros dependientes del material. Por ello, aunque se emplean con materiales muy concretos, es complicado su uso de forma general.

## 5.3. Análisis basado en el concepto de cierre de grieta.

Existen varios procedimientos para el análisis del crecimiento de grietas mediante métodos basados en el cierre de grieta. Unos emplean modelos empíricos para determinar la  $K_{op}$  en cada ciclo [37], mientras otros hacen uso de alguna de las distintas variantes del strip yield model [28,32,38].

El uso de estos métodos elimina la necesidad de aplicación de un método de contar ciclos, ya que pueden calcular directamente el crecimiento a partir de ciclos que incluyan otros menores durante el semiciclo de carga [28,32]. Respecto a los basados en tensiones residuales, tienen la ventaja de necesitar un número menor de parámetros a definir experimentalmente.

Las leyes de crecimiento empleadas pueden ser de cualquier tipo, bien sea la tipo París con  $\Delta K_{eff}$ , propuesta por Elber [39], o una más complicada, como la propuesta por Newman [28]:



donde D es el factor crítico de intensidad de tensiones y  $\Delta K_{\circ}$  se define

$$\Delta K_o = \Delta K_{th} \frac{1 - \frac{S_{op}}{S_{max}}}{1 - R}$$
(31)

En los métodos basados en modelos empíricos, además de una expresión para la  $S_{op}$  del tipo de las propuestas por de Koning [37], dependientes de las tensiones máximas y mínimas producidas en cada ciclo y los precedentes, es necesario definir la ley de evolución de dicha  $S_{op}$  cuando la grieta crece dentro de la zona plástica.

Los métodos basados en el strip yield model son los que producen generalmente mejores resultados y necesitan menor número de parámetros y funciones a determinar experimentalmente. Tienen dos inconvenientes: es necesario conocer previamente las funciones  $f(x_i)$  y  $g(x_i, x_j)$ , definidas en el punto 4.3 para la geometría y forma de carga de que se trate, y el tiempo de cálculo ciclo a ciclo de la evolución de S<sub>op</sub> hace excesivamente lento el análisis.

El primer problema va resolviéndose progresivamente con el desarrollo de aproximaciones para nuevos casos [33]. Para disminuir el tiempo de cálculo, puede emplearse un procedimiento en el que no se determine  $S_{op}$  más que cada cierto número de ciclos o incremento de longitud. Puede comprobarse que se comete muy poco error si se considera la tensión de apertura constante por tramos y el cálculo y actualización de las tensiones de apertura se hace cada vez que la grieta ha crecido una longitud igual a un porcentaje comprendido entre el 1 y el 5% del tamaño de la zona plástica creada [28,33].

El proceso seguido entre una actualización y otra es como sigue. Después de un ciclo de cálculo de Sop, de acuerdo con el proceso indicado en el punto 4.3, se conocen S<sub>op</sub>, las longitudes de los elementos L<sub>i</sub>, el tamaño de zona plástica, etc. Conocida Sop, y las tensiones máxima y mínima de cada ciclo, puede determinarse el incremento de longitud Aa; producido en cada uno y el incremento Δa\* producido desde la última actualización. Durante esos ciclos se almacenan los valores de la máxima tensión producida S<sub>max</sub>, la mínima tensión producida entre todos los ciclos previos al de la máxima tensión  $(S_{minb})$  y la mínima posterior a la máxima almacenada (S<sub>mina</sub>)(figura 10). Alcanzado el valor límite para la actualización  $\Delta a_{lim}^{*}$ , se aplica el proceso de cálculo de las tensiones de cierre del punto 4.3..



Fig. 10. Secuencia de cargas entre actualizaciones.

A veces, el número de ciclos necesarios para hacer crecer la grieta el porcentaje fijado es muy alto. Puede ponerse también un límite al número de ciclos máximo entre dos actualizaciones, por ejemplo [28], 300 ciclos.

#### 5.4. Otras consideraciones.

Como resumen, puede decirse que se han propuesto muchos modelos para determinar el crecimiento de grietas ante cargas de amplitud variable, unos considerando efectos de secuencia y otros con acumulación lineal. A la hora de decidir sobre un método para análisis del crecimiento de grietas ante cargas de amplitud variable, deben considerarse los factores que afectan a la precisión de la predicción, los datos existentes del material, el coste computacional, etc. En líneas generales puede decirse que los modelos de acumulación lineal pueden ser muy adecuados para una fase inicial de diseño. En un estado más avanzado del proyecto, pueden seguir siendo útiles los métodos lineales, si se tiene experiencia de otros diseños similares en que los resultados han sido aceptables. En otros casos es conveniente la adopción de un método que incluya efectos de secuencia. Entre los existentes, parecen más adecuados, los que hacen uso del cierre de grieta. De ellos, los que emplean modelos empíricos son de más fácil aplicación a distintas geometrías y exigen menor esfuerzo computacional. Sin embargo, los que emplean el strip yield model necesitan menos datos experimentales.

Existen otros muchos métodos de análisis del crecimiento de grieta ciclo a ciclo, aunque puede decirse que los comentados son los más aceptados actualmente.

## 6. ANÁLISIS GLOBAL ESTADÍSTICO

Una alternativa al análisis ciclo a ciclo es el análisis global, basado en la descripción estadística de las cargas y determinando el incremento de longitud esperado para un número de ciclos determinado, la velocidad media de crecimiento o la vida esperada hasta la rotura.

Los primeros intentos de caracterizar estadísticamente una historia de carga para el análisis del crecimiento de grieta, trataron de definir un rango equivalente ( $\Delta K_{eq}$  o  $\Delta S_{eq}$ ) que aplicado con amplitud constante produjera una velocidad de crecimiento igual a la media producida con la historia de carga de amplitud variable. Barsom [40] propuso la ley de crecimiento

$$\frac{da}{dN} = C \,\Delta K_{rms}^n \tag{32}$$

donde  $\Delta K_{rms}$  es la raíz media cuadrática de los  $\Delta K$  producidos.

Posteriormente, Hudson [41] propuso un modelo en el que la velocidad media puede aproximarse por la ecuación

$$\frac{da}{dN} = \frac{C \ \Delta K_{rms}^n}{(1 - R_{rms}) K_c - \Delta K_{rms}}$$
(33)

definiendo

$$\Delta K_{rms} = [(S_{max})_{rms} - (S_{min})_{rms}] f(a) \sqrt{\pi a}$$
 (34)

У

$$R_{rms} = \frac{(S_{min})_{rms}}{(S_{max})_{rms}}$$
(35)

Obtuvo resultados comparables a los obtenidos con procedimientos ciclo a ciclo que incluyen efectos de secuencia.

En el caso de procesos aleatorios de carga, estos modelos -incluido el de Barsom con  $S_{min}=0$ - tienen la ventaja de permitir la determinación de las  $\Delta S_{eq}$  a partir de las distribuciones de máximos y mínimos, que son fáciles de obtener. Sin embargo, tienen el inconveniente de no relacionar directamente el crecimiento de las grietas con los rangos o los rangos de rain-flow. Por ello, se han propuesto otros modelos que, a partir de la función de densidad de probabilidad de rangos p( $\Delta S$ ), determinan  $\Delta S_{eq}$ , si la ley de crecimiento puede expresarse separando las variables  $\Delta S$  y longitud de grieta a [42,43], o una expresión de la velocidad media de crecimiento, en caso contrario. Expresando de una forma general la ley de crecimiento

$$\frac{da}{dN} = f(\Delta S, a, ...)$$
(36)

el valor esperado de da/dN cuando la grieta tiene una longitud  $a_i$  será [99]

$$\frac{da}{dN}\Big|_{a_{i}} = \int_{0}^{a_{i}} f(\Delta S, a_{i}, \dots) p(\Delta S) d(\Delta S)$$
(37)

Integrando esta ecuación puede obtenerse el número de ciclos para pasar de una longitud inicial  $a_0$  hasta otra  $a_r$ 

$$N = \int_{a_0}^{a_f} \frac{da}{\int_{a_0}^{\infty} \int_{a_1,\dots,a_1}^{\infty} p(\Delta S) d(\Delta S)}$$
(38)

Si la ley de crecimiento  $da/dN=f(\Delta S, a,...)$  permite la separación de las variables  $\Delta S$  y a, por ejemplo como en

la ecuación de París, la ecuación anterior puede expresarse

$$N = \int_{a_0}^{a_1} \frac{da}{g(a) \int_0^{\infty} (\Delta S)^n p(\Delta S) d(\Delta S)} = \int_{a_0}^{a_1} \frac{da}{g(a) (\Delta S_{eq})^n}$$
(39)

con

$$\Delta S_{eq} = {}^{n} \sqrt{\int_{0}^{\infty} (\Delta S)^{n} p(\Delta S) d(\Delta S)}$$
(40)

que para n=2 corresponde a  $\Delta S_{rms}$ .

-----

La aproximación general anterior permite emplear cualquier ecuación de crecimiento da/dN=f( $\Delta$ S, a,..), incluso considerando el cierre de grieta [44]. Por ejemplo, Zapatero [45], para el análisis del crecimiento de grieta de algunos de los casos ensayados en los programas experimentales de ASTM y SAE [24,46], empleó la modificación de la ecuación de Forman.

$$\frac{da}{dN} = \frac{C\Delta K_{eff}}{(1-R_m)K_c - \Delta K_{eff}} \qquad \Delta k_{eff} > \Delta K_0$$
(41)

$$\frac{da}{dN} = 0 \qquad \Delta k_{eff} < \Delta K_0 \qquad (42)$$

S

donde

$$\Delta K_0 = \Delta K_{th} \frac{1 - \frac{S_{op}}{S_{max}}}{1 - \frac{S_{min}}{S_{max}}}$$
(43)

$$R_m = \frac{\langle S_{\min} \rangle}{\langle S_{\max} \rangle}$$
(44)

considerando  $S_{op}/S_{max}$  constante para todo el registro. Excepto para un registro de carga, que producía tensiones que hacían no aplicable la MFEL, los resultados obtenidos son comparables a los obtenidos con métodos ciclo a ciclo.

Los procedimientos globales expuestos exigen la determinación de la función de densidad de probabilidad de rangos  $p(\Delta S)$ . Tanto si  $\Delta S$  representa los rangos de o las diferencias entre mínimos y máximos consecutivos,  $p(\Delta S)$  puede aproximarse a partir de los histogramas obtenidos del análisis de los registros. Con algunos tipos de procesos aleatorios, puede aproximarse directamente, a partir de la densidad espectral u otras características estadísticas de los mismos [46,47].

El principal inconveniente de este tipo de modelos es la

dificultad de considerar el efecto de secuencia. En muchos casos, esta dificultad puede ser parcialmente resuelta definiendo un valor equivalente de  $S_{op}$  ( $S_{op,eq}$ ), constante durante todo el proceso de crecimiento. Cuando los efectos de secuencia proceden de sobrecargas de tracción de distribución irregular, exógenas al proceso aleatorio, no es posible definir ningún tipo de  $S_{op,eq}$ , ya que ésta será función del espaciado entre las sobrecargas [43].

De todas formas, son muchos los casos en que los efectos de interacción no son importantes, por ejemplo en vibraciones aleatorias donde los picos más altos de tensión proceden del mismo proceso que el resto. En estas circunstancias, los métodos globales producen resultados tan buenos como otros que emplean simulación ciclo a ciclo, con menor exigencia de parámetros determinados experimentalmente y menor consumo de tiempo computacional.

## 7. REFERENCIAS

- Hudson C. M. y Hardrath M. F., "Effect of the Changing Stress Amplitude on the Rate of Fatigue Crack Propagation in Two Aluminum Alloys", NASA TN-D-960, 1961.
- [2] Probst E. P. y Hillberry, B. M., "Fatigue Crack Delay and Arrest Due to Single Peak Tensile Overloads", AIAA Paper No. 73-325, 1973.
- [3] Fleck, N. A., "Influence of Stress State on Crack Growth Retardation," Basic Questions in Fatigue: Volume I, ASTM STP 924, J. T. Fong and R. J. Fields, Eds., p. 157-183, 1988.
- [4] Nelson D. V., "Review of Fatigue-Crack-Growth Prediction Methods, Experimental Mechanics, Vol. 17, pp. 41-49, 1977.
- [5] Suresh, S., "Micromechanisms of Fatigue Crack Growth Retardation Following Overloads", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 18, pp.577-593, 1983.
- [6] Suresh, S., Fatigue of Materials, Cambridge University Press, 1991.
- [7] Stephens, R. I., Chen, D. K. y Hom, B. W., "Fatigue Crack Growth with Negative Stress Ratio Following Single Overloads in 2024-T3 and 7075-T6 Alluminum Alloys," Fatigue Crack Growth Under Spectrum Loads, ASTM STP 595, pp. 27-40, 1976.
- [8] Topper T. H. y Yu, M. T., "The Effect of Overloads on Threshold and Crack Growth", International Journal of Fatigue, Vol. 7, pp. 159-164, 1985.

- [9] Marissen, R., Trautman, K. H. y Nowack, H.,"The Influence of Compression Loads and of dK/da on the Crack Propagation Under Variable Amplitude Loading," Engineering Fracture Mechanics, Vol. 19, pp. 863-879, 1984.
- [10] Mc Millan, J.C. y Pelloux, R.M.N., "Fatigue Crack Propagation Under Program and Random Loads", Fatigue Crack Propagation, ASTM STP 415, pp. 505-535, 1967.
- [11] Ward-Close, C.M., Blom, A.F. y Ritchie, R.O., "Mechanisms Associated with Transient Fatigue Crack Growth Under Variable-Amplitude Loading: an Experimental and Numerical Study", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 32, pp. 613-638, 1989.
- [12] Suresh, S. y Ritchie, R.O., "Near-Threshold Fatigue Crack Propagation: a Perspective on the Role of Crack Closure", Fatifue Crack Growth Threshold Concepts, D. Davidson and R.O. Ritchie, Eds., The Metalurgical Society of AIME, pp. 227-261, 1984.
- [13] Newman, J.C. y Elber, W., (Eds.), Mechanics of Fatigue Crack Closure, ASTM STP 982, 1988.
- [14] Lankford, J. y Davidson, D.L., "The Effect of Overloads Upon Fatigue Crack Tip Opening Displacement and Crack Tip Opening/Closing Loads in Aluminum Alloys", Advances in Fracture Research, D. François (Ed.), Vol. 2, pp. 899-906, Pergamon Press, 1981.
- [15] Vecchio, K.S., Hertzberg, R.W. y Jaccard, R., "On the Overload Induced Fatigue Crack Propagation Behavior in Aluminum and Steel Alloys", Fatigue of Engineering Materials and Structures, Vol. 7, pp.181-194, 1984.
- [16] Suresh, S., Zamiski, G.F. y Ritchie, R.O., "Oxideinduced Crack Closure: an Explanation for Nearthreshold Corrosion Fatigue Crack Growth Behavior", Metallurgical Transactions, Vol. 12 A, pp. 1435-1443, 1981.
- [17] Liaw, P.K., "Overview of Crack Closure at Near-Threshold Fatigue Crack Growth Levels", Mechanics of Fatigue Crack Closure, J.C. Newman, Jr. and W. Elber, Eds., ASTM STP 982, pp. 62-92, 1988.
- [18] Gray, G.T., Williams, J.C. y Thompson, A.W., "Roughness-induced Crack Closure: an Explanation for Microstructurally Sensitive Fatigue Crack Crowth", Metallurgical Transactions, Vol. 14A, pp. 421-433, 1983.
- [19] De Jonge, J.B., "Assessment of Service Load Experience", ICAF, Aeronautical Fatigue in the

Electronic Era, A. Berkovits, Ed., pp. 1-42, EMAS, 1989.

- [20] Broek, D., The Practical Use of Fracture Mechanics, Kluwer Academic Publishers, 1989.
- [21] Schütz, W. y Heuler, P., "The How and Why of Variable Amplitude Testing", Fatigue 87, R.O. Ritchie and E.A. Starke, Jr., Eds, EMAS, pp. 479-494, 1987.
- [22] Ten Have A. A., "European Approaches in Standard Spectrum Development", Development of Fatigue Loading Spectra, J. M. Potter and R. T. Watanabe Eds., ASTM STP 1006, pp 17–35, 1989.
- [23] Schütz W., "Standardized Stress-Time Histories An Overview", Development of Fatigue Loading Spectra", J. M. Potter and R. T. Watanabe Eds., ASTM STP 1006, pp 3–16, 1989.
- [24] Chang J. B., "Round-robin Crack Growth Prediction on Center Cracked tension Specimen under Random Spectrum Loading", Methods and Models for Predicting Fatigue Crack Growth under Random Loading, J. B. Chang and C. M. Hudson, Eds., ASTM STP 748, pp 4–40, 1981.
- [25] Wheeler, O.E., "Spectrum Loading and Crack Growth", Journal of Basic Engineering, Transactions of the ASME, Vol. 94, pp. 181-186, 1972.
- [26] Willemborg J. D., Engle R. M. y Wood H. A.,"A Crack Growth Retardation Model Using an Effective Stress Concept. AFFDL-TM-FBR-71-1,1971.
- [27] Budiansky, B. y Hutchinson, J.W., "Analysis of Closure in Fatigue Crack Growth", Journal of Applied Mechanics, Vol. 45, pp. 267-276, 1978.
- [28] Newman, J.C.,"A Crack Closure Model for Predicting Fatigue Crack Growth Under Random Loading", Methods and Models for Predicting Fatigue Crack Growth under Random Loading, J. B. Chang and C. M. Hudson (Eds.), ASTM STP 748, 1981, pp 53-84.
- [29] De Koning, A.U.,"A Simple Crack Closure Model for Prediction of Fatigue Crack Growth Rates Under Variable Amplitude Loading, NLR MP 8006 U, 1980.
- [30] Johnson, W.S., "Multi-Parameter Yield Zone Model for Predicting Spectrum Crack Growth", Methods and Models for Predicting Fatigue Crack Growth Under Random Loading, J.B. Chang and C.M. Hudson, Eds., ASTM STP 748, pp. 85-102, 1981.
- [31] Newman J. C. Jr., "A Nonlinear Fracture Mechanics Approach to the Growth of Small Cracks", Behavior of Short Cracks in Airframe Components, AGARD-CP-328, 1983.
- [32] De Koning, A.U. y Liefting, G., "Analysis of Crack Opening Behavior by Application of a Discretized Strip Yield Model", Mechanics of Fatigue Crack Closure, J.C. Newman, Jr. and W. Elber, Eds., ASTM STP 982, pp. 437-458, 1988.
- [33] Wang, G.S. y Blom, A.F., "A Strip Model for Fatigue Crack Growth Predictions under General Load Conditions", Engng Fracture Mech, Vol. 40, pp. 507-533, 1991.
- [34] Chang, J.B., Szamossi, M., y Liu, K-W., "Random Spectrum Fatigue Crack Life Predictions With or Without Considering Load Interactions", Methods and Models for Predicting Fatigue Crack Growth under Random Loading, J.B. Chang and C.M. Hudson, Eds., ASTM STP 748, pp. 115-132, 1981.
- [35] Bell, P.D. y Wolfman, A., "Mathematical Modeling of Crack Growth Interaction Effects", Fatigue Crack Growth Under Spectrum Loads, ASTM STP 595, pp. 157-171, 1976.
- [36] Fatigue Crack Growth Computer Program, "Nasa/Flagro", L.B. Johson Space Center, JSC-22267, 1986.
- [37] A.U. de Koning y A.J.P. Van Der Wekken, "Corpus: A Program for Analysis of Fatigue Crack Growth and Failure of Centrally Cracked Sheet Specimens -User Manual-", NLR TR 86097 L, 1986.
- [38] G.S. Wang y A.I. Gustavsson, "An analytical Model to Determine Fatigue Crack Closure Stress Levels", Aeronautical Research Institute of Sweden, FFAP-11-869, 1987.
- [39] Elber, W.,"The Significance of Fatigue Crack Closure", Damage Tolerance in Aircracft Structures, ASTM STP 486, pp. 230-242, 1971.
- [40] Barsom, J.M., "Fatigue Crack Growth Under Variable-Amplitude Loading in Various Bridge Steels", Fatigue Crack Growth Under Spectrum Loads, ASTM STP 595, pp.217-235, 1976.
- [41] Hudson, C.M.,"A Root-Mean\_square Approach for Predicting Fatigue Crack Growth under Random Loading", Methods and Models for Predicting Fatigue Crack Growth under Random Loading, ASTM STP 748, J.B. Chang and C.M. Hudson, Eds., pp. 3-40, 1981.

- [42] Kam, J y Dover, W., "Fatigue Crack Growth in Offshore Welded Tubular Joints under Real Life Variable Amplitude Loading", Fatigue Crack Growth under Variable Amplitude Loading, J. Petit, D.L. Davidson, S. Suresh and P. Rabbe, Eds., Elsevier Sci. Publ., 1988, pp. 384-397.
- [43] Zapatero, J. y Domínguez, J.,"A Statistical Approach to Fatigue Crack Growth under Random Loading", Fracture Control of Engineering Structures, H.C. van Elst and A. Bakker, Eds., EMAS, 1986, pp. 889-902.
- [44] Veers P. S., Winterstein, R., Nelson, D.V. y Cornell, C.A., "Variable- Amplitude Load Models for fatigue Damage Crack Growth", Development of Fatigue Loading Spectra, J.M. Potter and R.T. Watanabe, Eds., ASTM STP 1006, 1989, pp 172–197.
- [45] Zapatero, J. y Domínguez, J., "A Statistical Approach to Fatigue Life Predictions under Random Loading", Int. J. Fatigue, Vol. 12, 1990, pp. 107-114.
- [46] Tucker L. y Bussa S., "The SAE Cumulative Fatigue Damage Test Program", R.M. Wetzel (Ed.), Fatigue Under Complex Loading: Analysis and Experiments, 1977, pp. 1-53.
- [47] Lindgren, G. y Rychlik, I.,"Rain Flow Cycle Distributions for Fatigue Life Prediction under Gaussian Load Process, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., Vol. 10, 1987, pp. 251-260.
- [48] Bishop, N.W.M. y Sherratt, F.,"A Theoretical Solution for the Estimation of "Rainflow" Ranges from Power Spectral Density Data", Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., Vol. 13, 1990, pp. 311-326.

# MÉTODOS AVANZADOS DE ECUACIONES INTEGRALES DE CONTORNO EN MECÁNICA DE LA FRACTURA

Rafael Gallego, Andrés Sáez y José Domínguez

Escuela Superior de Ingenieros Industriales Universidad de Sevilla C/ Reina Mercedes s/n E-41012 Sevilla

Resumen El Método de los Elementos de Contorno (MEC), conocido también como el Método de la Ecuaciones Integrales de Contorno (MEIC) representa en la actualidad una alternativa competitiva frente al más difundido Método de los Elementos Finitos, en muchas ramas y ciencias de la ingeniería. En la presente comunicación se expone, en primer lugar, la metodología empleada con la formulación estándar del MEC para el cálculo de Factores de Intensidad de Tensión (FIT) en modos simples y mixtos. Se presenta a continuación la formulación más moderna del MEC basado en las llamadas Ecuaciones Integrales Hipersingulares de Contorno y su aplicación a la Mecánica de la Fractura. Para terminar se comparan ambos métodos resolviendo una serie de aplicaciones seleccionadas. Aunque estas aplicaciones se reducen a problemas bidimensionales estáticos, es posible la generalización a casos tridimensionales y/o dinámicos.

Abstract The Boundary Element Method (BEM) also known as the Boundary Integral Equation Method (BIEM) is now established in many engineering disciplines as an alternative numerical technique to the more widely used Finite Element Method. In this communication the calculation by the standard BEM formulation of Stress Intensity Factors (SIF) in cases of pure and mixed mode is presented. Next the newer BEM formulation based on the so called Hypersingular Boundary Integral Equations and its aplication to Fracture Mechanics is introduced. Finally, both approaches are compared solving a selected number of applications. Although only static two-dimensional aplications are considered in this communication, the generalization to three-dimensional and/or dynamic problems is posible.

# 1. INTRODUCCIÓN

El Método de los Elementos de Contorno (MEC), conocido también como el Método de la Ecuaciones Integrales de Contorno (MEIC) representa en la actualidad una alternativa competitiva frente al más difundido Método de los Elementos Finitos (MEF), en muchas ramas y ciencias de la ingeniería. El atractivo del MEC puede atribuirse, en gran parte, a la reducción en la dimensionalidad del problema: es decir, para problemas de bidimensionales, únicamente es necesario discretizar el contorno monodimensional del dominio, mientras que para problemas tridimensionales sólo hay que discretizar la superficie del dominio. Otro aspecto a resaltar, y muy relevante para el análisis preciso de los campos de tensiones en problemas de Mecánica de la Fractura, es que las tracciones en el contorno no son valores derivados de los desplazamientos, como ocurre en el MEF, sino que forman parte de las incógnitas primarias del problema. Esto permite obtener muy buenos resultados en el cálculo de los Factores de Intensidad de Tensiones (FIT) empleando mallas muy poco refinadas.

La formulación estándar del MEC, basado en la representación integral de los desplazamientos, ha sido empleada por diversos autores para la solución de problemas de Mecánica de la Fractura Elástica Lineal [1,3,9]. Sin embargo con esta formulación sólo pueden analizarse problemas simétricos empleando una única región. Para problemas más complicados es necesario introducir contornos artificiales, que no están definidos de manera únivoca y que dificultan la resolución de problemas de propagación de grietas [6].

La necesidad de estos contornos artificiales desaparece cuando se utilizan las Ecuaciones Integrales de Contorno *Hipersingulares*, como se denomina a la representación integral de las tracciones en el contorno, debido al carácter de los núcleos implicados en ella. Esta ventaja sustancial y la precisión de los resultados obtenidos han hecho que se esté dedicando al desarrollo e implementación eficaz de esta técnica un creciente esfuerzo de investigación [11,14]. Mucho de este trabajo ha estado dedicado al desarrollo de técnicas eficaces de integración de los núcleos hipersingulares, problema que se ha abordado y resuelto de muy diversas maneras (ver [15] para una revisión muy actualizada).

En ambas formulaciones, la estándar y la mixta, que combina ecuaciones estándar e hipersingulares, se emplean elementos especiales, los denominados *elementos a un cuarto* para representar adecuadamente el comportamiento asintótico de los campos de desplazamientos y tensiones en las inmediaciones del vértice de una grieta. A partir de los desplazamientos o tracciones obtenidos en estos elementos se cálculan de manera directa los FITs, sin ningún postproceso ulterior, a diferencia de lo que ocurre con otras técnicas basadas en integrales invariantes [12].

En esta comunicación se presentan y comparan el MEC estándar y mixto para el cálculo de FITs en problemas estáticos. Se resuelven unas aplicaciones seleccionadas con las que se muestra la precisión y estabilidad de la solución obtenida.

# 2. EL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO ESTÁNDAR

En las dos siguientes secciones se resumen las ecuaciones principales del MEC estándar cuya exposición detallada puede encontrarse en [2]. Las ecuación integral de contorno en que se basa el MEC estándar se obtiene del Teorema de Reciprocidad de Bettti establecido entre dos estados elástostáticos en equilibrio y compatibles  $(\mathbf{u}, \mathbf{p}, \mathbf{b})$  y  $(\mathbf{u}^*, \mathbf{p}^*, \mathbf{b}^*)$  sobre un dominio  $\Omega$  de contorno  $\Gamma$ :  $\mathbf{u}$  y  $\mathbf{u}^*$  son los deplazamientos,  $\mathbf{p}$  y  $\mathbf{p}^*$  las tracciones sobre el contorno y  $\mathbf{b}$  y  $\mathbf{b}^*$  las fuerzas por unidad volumen. El Teorema establece,

$$\int_{\Omega} b_k^* u_k d\Omega + \int_{\Gamma} p_k^* u_k d\Gamma = \int_{\Omega} b_k u_k^* d\Omega + \int_{\Gamma} p_k u_k^* d\Gamma$$
(1)

donde un índice repetido implica suma a todo el rango de dicho índice.

Aplicando dicho teorema entre el estado real que queremos resolver (que suponemos en lo que sigue libre de fuerzas de dominio,  $\mathbf{b} = 0$ ) y uno particular debido a una fuerza unidad aplicada en un punto  $\xi$ , la llamada Solución de Fundamental del problema, se llega a la identidad,

$$c_{lk}u_k(\xi) + \int_{\Gamma} p_{lk}^*(\mathbf{x},\xi)u_k(\mathbf{x}) \, d\Gamma = \int_{\Gamma} u_{lk}^*(\mathbf{x},\xi)p_k(\mathbf{x}) \, d\Gamma$$
(2)

en la que  $c_{lk} = \delta_{lk}$  si  $\xi$  está en el interior de  $\Omega$ ,  $c_{lk} = \frac{1}{2} \delta_{lk}$  si  $\xi$  pertenece a  $\Gamma$  y el contorno en dicho punto es "suave", y  $c_{lk} = 0$  en cualquier otro caso, es decir, si  $\xi$  es exterior a  $\Omega$ . Las variables  $p_{lk}^*(\mathbf{x},\xi)$  y  $u_{lk}^*(\mathbf{x},\xi)$  representan la componente k de las tracciones y desplazamientos en el punto bfx, respectivamente, de la solución fundamental, cuando la carga puntual sobre  $\xi$  actua en dirección l (ver [2]).

La ecuación (2) expresa los desplazamientos en un punto cualquiera  $\xi$  en función de los desplazamientos y tracciones a lo largo del contorno. Aplicando la identidad para puntos  $\xi$  del contorno se obtiene una ecuación integral en la que sólo intervienen las desplazamientos y tracciones a lo largo de  $\Gamma$ . Esta ecuación puede resolverse de forma aproximada tal y como se expone en la siguiente sección. Conocidos las variables en el contorno los desplazamientos en cualquier otro punto se calculan directamente con (2) sin necesidad de establecer ninguna nueva aproximación.

Es importante señalar lo siguiente: las funciones  $u_{lk}^*$ y  $p_{lk}^*$  son singulares en r = 0, siendo  $r = |\mathbf{x} - \xi|$ . Por una parte, la integral que contiene el núcleo  $u_{lk}^*$  existe en el sentido impropio pues la singularidad  $O(\ln r)$  es débil. Sin embargo, la integral que contiene el núcleo  $p_{lk}^*$  que es singular de O(1/r), no existe, ni siquiera como impropia. Un análisis detallado de la obtención de la ecuación (2) cuando el punto de colocación  $\xi$ tiende al contorno [2], demuestra, no obstante, que esta integral ha de entenderse en el sentido de valor principal de Cauchy, y que por lo tanto es calculable, siempre que la variable  $u_k$  que multiplica a este núcleo sea continua en el punto de colocación  $\xi$ .

# 3. RESOLUCIÓN NUMÉRICA DE LAS ECUACIONES

La ecuación (2) puede resolverse de manera aproximada mediante un método de colocación, es decir, obligando su cumplimiento en una conjunto de Nnodos escogidos en el contorno. Para ello el contorno se subdivide en un conjunto de NE elementos, sobre los cuales se interpolan los deplazamientos y tracciones a partir de los valores de éstos en los nodos del elemento. Asi, para un elemento cuadrático, una variable cualquiera en un punto del mismo se escribirá como,

$$u_k(\xi) = u_k^1 \Phi_1 + u_k^2 \Phi_2 + u_k^3 \Phi_3 \tag{3}$$

o en forma matricial, para las dos componentes de los desplazamientos o tracciones,

$$\mathbf{u} = \Phi \mathbf{u}^{\mathbf{j}}$$

siendo  $\Phi_1$ ,  $\Phi_2$  y  $\Phi_3$  las llamadas funciones de forma que dependen de una variable intrínseca  $\xi$  a lo largo del elemento;  $\mathbf{u}^{\mathbf{j}} = (u_1^1, u_2^1, u_1^2, u_2^2, u_1^3, u_2^3)^T$ ,  $\mathbf{u} = (u_1, u_2)^T$  y  $\Phi$  una matriz de 2 × 6 que contiene las funciones forma. La geometría se interpolará, para estos elementos, de manera análoga.

La ecuación (2) aplicada en un punto  $\xi^i$  del contorno queda entonces,

$$\mathbf{c}^{i}\mathbf{u}^{i} + \sum_{j=1}^{NE} \left\{ \int_{\Gamma} \mathbf{p}^{*} \Phi \, \mathrm{d}\Gamma \right\} \mathbf{u}^{j} = \sum_{j=1}^{NE} \left\{ \int_{\Gamma} \mathbf{u}^{*} \Phi \, \mathrm{d}\Gamma \right\} \mathbf{p}^{j}$$
(4)

donde  $\mathbf{p}^*$  y  $\mathbf{u}^*$  son matrices de 2 × 2 cuyos elementos son  $p_{lk}^*$  y  $u_{lk}^*$  respectivamente, y  $\mathbf{u}^i$  es el vector desplazamiento en el nodo del contorno  $\xi^i$ .

Planteando (4) en los N nodos del contorno se obtienen tantas ecuaciones como incógnitas llegandose a un sistema de ecuaciones de la forma, Hu = Gpdonde u y p son vectores de 2N componentes que agrupan los desplazamientos y tracciones en todos los nodos del contorno; H y G son matrices de  $2N \times 2N$ que contienen las integrales sobre los elementos que figuran en la ecuación (4). El sistema anterior se resuelve suplementandolo con las condiciones de contorno en cada nodo.

# 4. RESOLUCIÓN DE PROBLEMAS DE MECÁNICA DE LA FRACTURA

Para la aplicación del procedimiento general descrito en la sección anterior a problemas de Mecánica de la Fractura es necesario incorporar al método algunos aspectos. En primer lugar, es necesario representar adecuadamente los campos de tensiones y desplazamientos en las inmediaciones del vértice de la grieta, que como es sabido, tienen una variación de  $O(\sqrt{r})$  y  $O(1/\sqrt{r})$ , respectivamente. Es segundo lugar debido a que ambas caras de la grieta coinciden en en el modelo idealizado de la misma, se produce un sistema de ecuaciones singular, por lo que es preciso idear una forma de evitar esta degeneración del sistema.



Figura 1: Elemento a un cuarto.

El denominado elemento a un cuarto, (E1/4 en lo que sigue) desarrollado inicialmente dentro del MEF, incorpora de manera muy simple la representación correcta del campo de desplazamientos alrededor del vértice de la grieta. El elemento a un cuarto es un elemento cuadrático recto cuyo nodo medio no está centrado sino que se encuentra a un cuarto de la longitud del mismo (ver figura Fig. 1).

Los desplazamientos se interpolan mediante (3) pero teniendo en cuenta la relación entre la coordenada  $\xi$ del elemento y la distancia  $\bar{r}$  desde uno de los extremos (vease Fig. 1) se llega a la representación,

$$u_k = a_k^1 + a_k^2 \sqrt{\frac{\bar{r}}{l}} + a_k^3 \frac{\bar{r}}{l}$$

donde  $a_k^1 = u_k^1$ ,  $a_k^2 = -3f_k^1 + 4f_k^2 - f_k^3$  y  $a_k^3 = 2f_k^1 - 4f_k^2 + 2f_k^3$ , interpolación que incorpora los tres primeros términos del desarrollo asintótico de los desplazamientos.

Puesto que las tracciones y los desplazamientos son variables independientes en el MEC, la singularidad  $O(1/\sqrt{r})$  de aquellas debe incorporarse en la representación de las mismas usando el llamado *elemento a un cuarto singular*, (E1/4S a partir de ahora) sobre el que se definen unas funciones de forma modificadas. Así,

$$p_k(\xi) = \bar{p}_k^1 \bar{\Phi}_1 + \bar{p}_k^2 \bar{\Phi}_2 + \bar{p}_k^3 \bar{\Phi}_3 \tag{5}$$

siendo  $\overline{\Phi}_i = \sqrt{(l/\bar{r})} \Phi_i$  funciones que incorporan el factor singular  $1/\sqrt{r}$ . Las variables  $\overline{p}_k^i$  no son ahora los valores de las tracciones en los nodos sino unas cantidades relacionadas con ellos. En concreto,

$$\bar{p}_k^1 = \lim_{\bar{r} \to 0} p_k \sqrt{(\bar{r}/l)} \quad \bar{p}_k^2 = \frac{p_k^2}{2} \quad \bar{p}_k^3 = p_k^3$$

Si se expresa (5) en función de la distancia  $\bar{r}$  se obtiene,

$$p_k = \bar{a}_k^1 \sqrt{\frac{l}{\bar{r}}} + a_k^2 + a_k^3 \sqrt{\frac{\bar{r}}{l}}$$

donde  $\bar{a}_k^i$  se expresan en función de  $\bar{p}_k^i$  de forma análoga al caso anterior. La aproximación de las tracciones incorpora, por tanto, igualmente, los tres primeros términos de su desarrollo asintótico [3,9].

El objetivo de estos cálculos es obtener el FIT en una grieta sometida a solicitación cualquiera. Para ello el último elemento junto al vértice sobre las caras de la misma será un E1/4, mientras que se colocará un E1/4S a partir del vértice hacia el interior del dominio. De los desplazamientos obtenidos en el E1/4 y las "tensiones" en el E1/4S (los valores  $\vec{p}_k^i$ ) se obtienen los FITs mediante las siguientes fórmulas,

$$K_I = \bar{p}_y^1 \sqrt{2\pi l} \quad K_I = \frac{\mu}{2(1-\nu)} \sqrt{\frac{2\pi}{l}} \Delta u_y^2$$

y expressiones similares para el FIT de modo II, siendo  $\Delta u_y^2$  la apertura total de los labios de la grieta en el nodo 2 (ver Fig. 1), y *l* la longitud del elemento a un cuarto. Denominaremos  $K_t$  y  $K_u$  a las aproximaciones del FIT calculadas con cada una de estas dos fórmulas, repectivamente (*t* de *tracciones* y *u* por calcularse con *un* sólo punto). El siguiente aspecto relevante a considerar es el de la imposibilidad de resolver problemas generales de un dominio con una grieta estableciendo la ecuación estándar del MEC (2) en ambas caras de la misma, pues es el sistema resultante es singular. Para superar esta dificultad Blandford *et al.* [3] propusieron dividir el dominio en dos suddominios o regiones, tal y como se muestra en la figura. Es las interfases de ambas regiones se establecen ecuaciones de compatibilidad de desplazamientos y equilibrio de tensiones. En la sección siguiente se presenta la formulación hipersingular del MEC que evita la necesidad de introducir estos contornos internos ficticios.

# 5. FORMULACIÓN HIPERSINGULAR DEL MEC

A partir de la representación integral de los desplazamientos dada por la ecuación estándar del MEC (2) puede derivarse una representación integral para las tracciones en el contorno, derivando la anterior para obtener las deformaciones, aplicando al ley de Hooke y finalmente el equilibrio en el contorno, llegandose finalmente a [8],

$$c_{lk}' p_k(\xi) + \int_{\Gamma} d_{lk}^*(\mathbf{x},\xi) p_k(\mathbf{x}) \, d\Gamma = \int_{\Gamma} s_{lk}^*(\mathbf{x},\xi) u_k(\mathbf{x}) \, d\Gamma$$
(6)

Los nuevos núcleos  $d_{lk}^*$  y  $s_{lk}^*$  de esta ecuación proceden de derivar los anteriores  $u_{lk}^*$  y  $p_{lk}^*$ , repectivamente. El orden de singularidad en r = 0 es por tanto mayor. Así,  $d_{lk}^*$  es de O(1/r) y  $s_{lk}^*$  de  $O(1/r^2)$ .

Es importante señalar dos aspectos sobre la representación integral de las tracciones (6):

- Debido al orden las singularidades implicadas, cuando ξ pertenece al contorno Γ las integrales anteriores no existen en el sentido habitual. Un análisis detallado del proceso de límite al contorno [5] revela que la integral que contiene el núcleo d<sup>\*</sup><sub>lk</sub> puede entenderse como valor principal de Cauchy, mientras que la integral de s<sup>\*</sup><sub>lk</sub> ha de realizarse en el sentido de parte finita de Hadamard.
- El desplazamiento debe ser derivable en el punto de colocación ξ. Esta condición es muy importante a la hora de seleccionar el tipo de elemento a emplear en la discretización del contorno y la posición de los puntos de colocación.

A fin de satisfacer la condición anterior, la solución más utilizada es la de utilizar elementos de contorno discontinuos, aunque existen otras alternativas [7]. Con este tipo de elementos también es posible obtener una representación correcta de los desplazamientos en las inmediaciones de la grieta sin más que colocar el nodo central a un cuarto de un extremo. A partir de los desplazamientos obtenidos en este elemento puede obtenerse el FIT mediante fórmulas similares a las empleadas con la formulación estándar. Tres fórmulas alternativas para esto son [13],

$$K_{I} = \frac{2\mu}{1-\nu} \sqrt{\frac{2\pi}{l}} \Delta u_{y}^{1}$$

$$K_{I} = \frac{\mu}{2(1-\nu)} \sqrt{\frac{2\pi}{l}} \Delta u_{y}^{2}$$

$$K_{I} = \frac{\mu}{6(1-\nu)} \sqrt{\frac{2\pi}{l}} (16\Delta u_{y}^{1} - \Delta u_{y}^{2})$$

Los FITs obtenidos a partir de ellas se denominarán  $K_{u1}^h$ ,  $K_{u2}^h$  y  $K_d^h$  (*h* de hipersingular, *u* de *un* punto, y *d* de *dos* puntos)

La aplicación de la ecuación (6) permite evitar el artificio de las subregiones. Efectivamente, para resolver un problema dado, se establecerá la ecuación estándar en los nodos de una de las caras de la grieta y la ecuación hipersingular en la otra, de manera que el sistema resultante no es ya singular. En el resto del contorno, se establece la ecuación estandar. Esta formulación o procedimiento se denomina mixto pues combina ambos tipos de ecuaciones integrales. Conceptualmente la ecuación de las tracciones presenta más dificultades que la ecuación de los desplazamientos, la ecuación estándar. Los algoritmos de integración son también más complejos pues las singularidades involucradas son más severas y los puntos de colocación están en posiciones conflictivas (bastante cercanos a los extremos de los elementos, pero no en el mismo extremo) Sin embargo todas estas dificultades de desarrollo quedan ampliamente contrapesadas por las ventajas que esta formulación supone. Algunas de ellas son:

- Puesto que no es necesario incorporar contornos adicionales, el número de incognitas es inferior que el que hace falta utilizar empleando únicamente la formulación estándar, a pesar de que el uso de elementos discontinuos en la formulación mixta incrementa en 3/2 el número de nodos.
- En la formulación mixta los campos en el interior del dominio son continuos y por tanto muy precisos en oposición a lo que ocurre en la formulación estándar, donde la existencia de contornos artificiales en el interior del dominio supone que en ellos los campos de tensiones y deplazamientos se calculan de forma discreta y aproximada.
- La ventaja más destacable se manifiesta en la resolución de problemas de propagación de grietas. Con la formulación mixta la necesidad de mallado se reduce al mínimo pues no hay más que crecer la grieta en la cantidad y dirección calculada añadiendo algún elemento adicional o bien ágrandando los existentes.



Figura 2: Discretización del problema con grieta de borde.



Figura 3: Error en el FIT para el problema de la grieta de borde.

# 6. APLICACIONES

A fin de ilustrar la alicación de las distintas formulaciones integrales expuestas, para el cálculo de FITs se presentan en esta sección dos ejemplos en los que se analizan la precisión y estabilidad de las soluciones obtenidad con las diferentes alternativas. Los resultados obtenidos mediante la formulación mixta se han tomado de [13].

Grieta de borde Se trata de una placa cuadrada con una grieta de longitud a desde el centro de la misma hasta un borde, sometida a tracciones  $\sigma$ , uniformes en dos lados opuestos. Una de las discretizaciones usadas para este problema se representa en la figura Fig. 2. El contorno ficticio no es necesario emplearlo cuando se usa la formulación mixta. El FIT para este problema dado por Civelek *et al.* [4] es  $K_I = 3.010\sigma\sqrt{\pi a}$ , valor que se usará como referencia.

En la figura Fig. 3 se representa el error en el cálculo del FIT con las aproximaciones  $K_t$ ,  $K_u$ ,  $K_{u1}^h$ ,  $K_{u2}^h$  y  $K_d^h$ , en función del cociente entre la longitud del E1/4 o E1/4S junto al vértice de la grieta y la longitud de la misma.

Puede observarse que los resultados son en general muy buenos. Para todas las aproximaciones, el error es menor del 8%, pero para  $K_t$ ,  $K_{u1}^h$  y  $K_d^h$  éste se



Figura 4: Discretización del problema de la grieta inclinada.



Figura 5: Error en el FIT de modo I para el problema de la grieta de inclinada.

mantiene en un rango inferior al 2%. Las aproximaciones más estables, es decir, con menor variación del error en todo el rango de l/a, son  $K_t$  y  $K_{u1}^h$ , aunque esta última resulta más precisa en este caso.

Grieta interna inclinada En este ejemplo se trata de una placa rectangular con una grieta centrada de longitud 2*a* inclinada 45° respecto al eje de la misma, sometida, igualmente a a tracciones  $\sigma$ , uniformes en dos lados opuestos. Una de las discretizaciones empleadas se representa en la figura Fig. 4. Como en el problema anterior, los contornos ficticios no es necesario emplearlos cuando se usa la formulación mixta. Como valor de referencia de los FITs se utiliza los dados por Murakami [10] ( $K_I = 0.572\sigma\sqrt{2a}$ ,  $K_{II} = 0.529\sigma\sqrt{2a}$ ) que tienen un error menor del 0.5%.

En las figuras Fig. 5 y Fig. 6 se representa el error en el cálculo de los FITs con las mismas fórmulas que en el caso anterior. En esta ocasión el error es menor de 4% (excepto  $K_u$  para l/a = 0.6 donde es ligeramente superior). Para las aproximaciones  $K_i$ ,  $K_{u1}^h$  y  $K_d^h$  el error es muy pequeño, siempre menor del 1%.



Figura 6: Error en el FIT de modo II para el problema de la grieta de inclinada.

#### 7. CONCLUSIONES

El Método de los Elementos de Contorno es una técnica numérica muy adecuada para el cálculo de Factores de Intensidad de Tensiones, gracias a la precisión que se alcanza en los valores de los campos de desplazamientos y tensiones en las cercanias del vértice de la grieta.

Con la formulación estándar del MEC es posible obtener resultados muy precisos y estables para problemas de grietas de geometría y condiciones de carga cualesquiera, utilizando el procedimiento de las subregiones. Esto es necesario pues de otra forma el sistema resultante es singular.

La formulación mixta del MEC permite, sin embargo, evitar este artificio. Esta formulación se basa en combinar la ecuación estándar del MEC con la representación integral de las tracciones sobre el contorno, que se obtiene de la estándar mediante derivación, aplicación de la ley de Hooke y equilibrio en el contorno.

Las aplicaciones presentadas demuestran que la precisión y estabilidad de los resultados es excelente, tanto con la formulación estándar como con la mixta. Sin embargo, en general las aproximaciones del FIT  $K_{u1}^h$  y  $K_d^h$  obtenidas a partir de la formulación mixta alcanzan resultados más precisos que la mejor de las obtenidas a partir de la formulación estándar. La formulación mixta del Método de los Elementos de Contorno se perfila como una herramienta de gran potencia a la hora de resolver problemas generales de Mecánica de Fractura y de propagación de grietas en particular, pues gracias a la facilidad de remallado aventaja con mucho a otras técnicas numéricas alternativas. Su aplicabilidad no se restringe a los casos simples considerados en esta formulación, pues se puede extender a problemas más complejos, tridimensionales, dinámicos, etc.

# 8. REFERENCIAS

[1] Aliabadi M.H. y Rooke D.P., Numerical Fracture Mechanics, Computational Mechanical Publications, Southampton, and Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1991.

- [2] Brebbia, C.A. y Domínguez, J., Boundary Elements: An Introductory Course, Computational Mechanics Publications-McGraw-Hill Book Company, 2<sup>a</sup> Edición, 1992.
- Blandford G.E., Ingraffea A.R. y Liggett J.A., "Two-dimensional stress intensity factor computations using the boundary element method", Int. J. Num. Meth. Eng., Vol. 17, pp.387-404, 1991.
- [4] Civelek M. B. y Erdogan F., "Crack problems for a rectangular sheet and an infinite strip", Int. J. Fract., Vol. 19, pp.139-159, 1982.
- [5] Guiggiani M., Krishnasamy G., T.J. Rudolphi and F.J. Rizzo, "A general algorithm for the numerical solution of hypersingular boundary integral equations", J. Appl. Mech., Vol. 59, pp.604-614, 1992.
- [6] Gallego R. y Domínguez J., "Dynamic crack propagation analysis by moving singular boundary elements", ASME, J. App. Mech., Vol. 59, pp.158-162, 1992.
- [7] Gallego R. y Domínguez J., "Hypersingular BEM for transient elastodynamics. Parts I and II", (enviado), 1994.
- [8] Martin P.A. y Rizzo F.J., "On boundary integral equations for crack problems", Proc. Royal Soc. London, Vol. A421, pp.341-355, 1989.
- [9] Martínez J. y Domínguez J., "On the use of quarterpoint boundary elements for stress intensity factor computations", Int. J. Num. Meth. Eng., Vol. 20, pp.1941-1950, 1984.
- [10] Murakami Y., Stress Intensity Factors Handbook, Pergamon Press, Oxford, 1987.
- [11] Polch E.Z., Cruse T.A. y Huang C.-J., "Traction BIE solutions for flat cracks", Computational Mechanics, Vol. 2, pp.253-267, 1987.
- [12] Portela A., Aliabadi M.H. y Rooke D.P., "The Dual Boundary Element Method: effective implementation for crack problems", Int. J. Num. Meth. Eng., Vol. 33, pp.1269-1287,1992.
- [13] Sáez A., Gallego R. y Domínguez J., "Hypersingular quarter-point Boundary Elements for cracks problems", Vol. 38, 1995.
- [14] Sládek V. y Sládek J., "Transient elastodynamic three-dimensional problems in cracked bodies", Appl. Math. Modelling., Vol. 8, pp.2-10, 1984.
- [15] Tanaka M., Sládek V. y Sládek J., "Regularization techniques applied to boundary element methods", Appl. Mech. Rev., Vol. 47(10), pp.457-499, 1984.

# ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE MÉTODOS FOTOELÁSTICOS Y NUMÉRICOS EN EL ANÁLISIS DE TENSIONES EN DEFECTOS DE SOLDADURA

J.A. Martínez García

Universidad de Murcia. Departamento de Ingeniería Aplicada Escuela Politécnica Superior. Pº. Alfonso XIII 34, 30203 Cartagena

## J. Espona, J.C. Suárez

# Universidad Politécnica de Madrid Departamento de Arquitectura y Construcción Naval E.T.S.I. Navales, Ciudad Universitaria, 28040 MADRID

**Resumen.** En este trabajo se ha estudiado por fotoelasticidad y por elementos finitos, los campos de tensiones alrededor de defectos típicos de soldadura en modelos bidimensionales desde el punto de vista elástico, y se han obtenido numéricamente los Factores de Intensidad de Tensiones en aquellos casos que tienen solución analítica conocida o han sido obtenidos por fotoelasticidad. Estos defectos son faltas de penetración y faltas de fusión, que son asimilables a grietas. El objetivo ha sido el poner a punto y estimar la confianza en un medio numérico de evaluación de la criticidad de defectos típicos de soldadura para cualquier geometría y material soldable.

Abstract. In this work, the stress field around typical weld defects has been analysed using photoe lasticity and finite elements on two-dimensional models under elastic point of view, and it has been computed the Stress Intensity Factors for defects with known analitical solution or obtained by photoelasticity. These defects are insufficient penetration and lack of fusion, that was assumed to be similar in nature to a crack. The objective of this work has been to put into effect and estimate the trust in a numeric way to evaluate the criticism of typical weld defects for any geometry and material.

# 1. INTRODUCCIÓN

La producción a gran escala de construcciones soldadas, como buques, a partir de la segunda guerra mundial, cuando todavía no era suficientemente conocido el diseño y fabricación de las mismas, ocasionó una serie de fallos en uniones soldadas que despertaron el interés por el estudio de los defectos que se presentan en dichas uniones, como faltas de fusión y faltas de penetración.

Los problemas que se suelen presentar en soldadura y que pueden ser debidos, bien al proceso utilizado o intrínsecos al material base a soldar, presentan siempre los mismos efectos. Estos efectos son concentraciones de tensión que pueden conducir a la rotura del material base.

Para el estudio de los campos de tensiones se vienen utilizando métodos fotoelásticos por transmisión, reproduciendo un determinado defecto en una probeta de material birrefringente. Debido a esta propiedad, al hacer pasar un rayo de luz monocromática a través de una probeta sometida a esfuerzos externos, se pueden obtener las curvas isocromáticas e isoclinas que permiten definir el campo de tensiones. En este trabajo se ha abordado el problema de defectos típicos de soldadura que ocasionan fisuras y discontinuidades, tratados desde el punto de vista lineal, elástico y bidimensional.

En mecánica de fractura elástica y lineal, el parámetro más utilizado para la determinación de la vida a fatiga o del carácter estable e inestable de un proceso de carga, es el Factor de Intensidad de Tensiones (FIT). Se trata de comparar el valor de la tenacidad a la fractura que tiene un material para cualquier modo de rotura, con el valor del FIT para un determinado estado de carga.

El factor más significativo de reducción de vida a fatiga en uniones soldadas es la elevación de tensión debida a discontinuidades geométricas provocadas por la soldadura. A veces, por razones económicas se puede permitir para uniones no críticas, soldaduras con faltas de penetración u otros defectos de cierto tamaño. De ahí, la importancia de tener un método práctico, rápido y seguro para poder evaluar cada caso concreto.

En el presente trabajo [1] se ha perseguido como fin último, hacer un estudio comparativo entre el método de elementos finitos y el método fotoelástico por transmisión para la determinación de la concentración de tensión en defectos característicos de soldadura. Para ello se han reproducido los defectos en modelos de plástico con propiedades de birrefringencia accidental, y se han comparado las curvas isocromáticas e isoclinas obtenidas por ambos métodos.

Posteriormente, se han comparado los valores de los FIT en casos en que existe solución analítica y con solución fotoelástica calculada, con respecto a los obtenidos por elementos finitos.

# 2. PARTE EXPERIMENTAL

Se han realizado las probetas con material Araldite D, con un valor de orden de franja de 2.6178 MPa. y espesor 5 mm. Como ejemplos de defectos ensayados se muestran los siguientes:



Fig. 1. Isocromáticas de soldadura a tope con falta de penetración sometida a tracción.



Fig. 2. Isocromáticas de soldadura a tope con falta de penetración en raíz, sometida a flexión.



Fig. 3. Isocromáticas de soldadura a tope con falta de fusión, sometida a flexión.



Fig. 4. Isocromáticas de soldadura en ángulo con falta de penetración, sometida a flexión.



Fig. 5. Isoclina  $0^{\circ}$  en soldadura a tope con falta de penetración en raiz, sometido a flexión.

Las figuras 1 a 4 muestran la configuración general de las isocromáticas de cada modelo, y la figura 5 muestra la isoclina a 0° del modelo de la figura 2, es decir, las zonas donde la tensión principal máxima forma 0° respecto a la hofizontal.

# 3. MODELIZACIÓN DE DEFECTOS

La modelización se ha realizado con elementos isoparamétricos triangulares de 6 nodos y rectangulares de 8 nodos., utilizando el programa de elementos finitos ANSYS. Se han obtenido los mallados de forma automática, de manera que éste sea más fino en las zonas de concentración de tensión, lo cual permite la obtención de isocromáticas de mayor orden en el entorno de la grieta, pues si una isocromática es menor que el tamaño de los elementos, no podrá ser representada con precisión. Para ello, se ha comprobado que los elementos más pequeños alrededor del vértice de grieta deben ser del orden de 2 décimas de mm.



Fig. 6. Isocromáticas de soldadura a tope con falta de penetración sometida a tracción.



Fig. 7. Isocromáticas de soldadura a tope con falta de penetración en raiz, sometida a flexión.

En todos los casos se ha realizado una modelización general de las probetas, para ver el campo de isocromáticas e isoclinas de todo el modelo. Posteriormente, se han obtenido submodelos refinados alrededor de los defectos.

Para la obtención de isocromáticas e isoclinas se han desarrollado procedimientos específicos en ANSYS, mediante "macros" o secuencias de comandos que permitan operar con las tensiones y sus direcciones, y que han permitido obtener resultados como los que se muestran a continuación.



Fig. 8 Detalle isocromáticas en modelo refinado de soldadura a tope con falta de penetración en raiz, sometida a flexión.



Fig. 9 Isocromáticas de soldadura a tope con falta de fusión, sometida a flexión.



Fig. 10. Isocromáticas de soldadura en ángulo con falta de penetración, sometida a flexión.



Fig. 11. Isoclina  $0^{\circ}$  en soldadura a tope con falta de penetración en raíz, sometida a flexión.

Las figuras 6, 7, 9 y 10 se corresponden con las figuras 1, 2, 3 y 4. La figura 8 muestra un detalle de las isocromáticas de la figura 7 alrededor de la grieta, que en este caso tiene 3 mm.. La figura 11 muestra la reproducción de la isoclina de la figura 5.

En todos los casos se observa la buena reproducción que se consigue con el método de elementos finitos, lo cual se ha logrado ajustando ciertos parámetros, como el tamaño de los elementos, su tipo, y las condiciones de contorno adecuadas.

## 4. OBTENCIÓN DE LOS FIT

Una vez reproducidas las isocromáticas por elementos finitos, queda ver cómo se pueden calcular los FIT. Se han estudiado dos casos con solución analítica conocida, que corresponden a los modelos de las figuras 1 y 2, y dos casos con solución fotoelástica que corresponden a soldadura a tope en cruz con falta de penetración en la unión sometida a tracción [2], y soldadura, a tope con falta de fusión en raíz sometida a tracción [3].

En todos ellos [1], se han variado diversos parámetros para ver la flexibilidad en la aplicación del método de elementos finitos. Así, se han utilizado elementos triangulares singulares alrededor del vértice de la grieta, de 1 mm, 0.5 mm y 0.2 mm. de lado, utilizando para el resto de la modelización elementos rectangulares de 8 nodos. Se modelizó para ver la influencia de los elementos de transición [4], así como la influencia de los elementos de transición al tamaño del lado de los elementos triangulares singulares, con relaciones 1,2 y 3. Por último, se estudió la influencia de la grieta, considerando un elemento cada  $30^\circ$ , uno cada  $45^\circ$ , uno cada  $60^\circ$  y uno cada  $90^\circ$ .

Tanto en las modelizaciones para la obtención de isocromáticas e isoclinas, como para la obtención de los FIT, hay que tener presente que no se consigue nada refinando dentro de la pequeña zona plástica que se forma alrededor de los defectos tipo grieta. Por tanto este será el valor que se considerará límite de mallado.

En los dos primeros casos, grietas con modo de fractura I, y después de variar los parámetros antes mencionados, el error que se obtiene entre el valor calculado por elementos finitos y el obtenido por las expresiones analíticas conocidas queda alrededor del 1% en todos los casos, excepto cuando se utilizan 4 elementos triangulares singulares alrededor del vértice de la grieta, que es mayor. Si no se utilizan elementos singulares el error es del orden del 20%.

La utilización de elementos de transición es necesaria conforme es mayor la relación del tamaño de lados de elementos rectangulares y singulares, permitiendo un mallado menos fino en el cálculo de los FIT. Una relación de lados de 3, utilizando elementos de transición, da el mismo error que cuando la relación de lados es 1, siempre alrededor del 1%. Para un número mínimo de 6 elementos singulares alrededor del vértice de la grieta, no influye tanto el tamaño de estos elementos y su número, como la utilización de elementos de transición.

La solución del tercer caso, también modo I de fractura, da un valor algo superior respecto al calculado por París y otros [2] mediante fotoelasticidad,  $K_1 = 2.852$  Kg/mm<sup>3/2</sup>, siendo el error inferior al 5% en todas las modelizaciones efectuadas con un número mínimo de 6 elementos singulares alrededor del vértice de la grieta y utilizando elementos de transición. En las figuras 12 y 13 se observa el campo de isocromáticas de este caso obtenido por elementos finitos y por fotoelasticidad.



Fig. 12. Detalle general de isocromáticas en modelo de soldadura a tope en cruz con falta de penetración, sometido a tracción, obtenidas por elementos finitos. Se representa la mitad del modelo por simetría.



Fig. 13. Detalle de isocromáticas del modelo de la figura 12, obtenidas por fotoelasticidad.

Las líneas de ajuste para la aproximación del campo de isocromáticas realizado en [2] por un método de campo lejano, quedan ligeramente por la zona interior de las isocromáticas verdaderas, lo que indica que el valor real de K<sub>1</sub> es algo mayor que el obtenido por fotoelasticidad,

quedando por tanto el valor calculado por elementos finitos más cercano al valor real.

En la figura 14 se muestra un detalle de las isocromáticas alrededor del defecto en el modelo de la figura 12 refinado.



Fig. 14. Detalle de isocromáticas alrededor del defecto, obtenidas mediante elementos finitos.

La solución fotoelástica al cuarto caso, que es un modo mixto de fractura, ha sido calculada por Picón y otros [3], estabilizándose la solución para  $K_1 = 5.9 \text{ Kg/mm}^{3/2}$  y  $K_{II} = 3.7 \text{ Kg/mm}^{3/2}$ . En las figuras 15 y 16 se muestran las isocromáticas obtenidas de este caso, por elementos finitos y por fotoelasticidad.



Fig. 15. Detalle de isocromáticas en modelo con falta de fusión en raiz, sometido a tracción, obtenido por elementos finitos.



Fig. 16. Detalle de isocromáticas del modelo de la figura 15, obtenidas por fotoelasticidad.

El valor de K<sub>1</sub> obtenido por elementos finitos para un número mínimo de elementos singulares de 6 alrededor del vértice de grieta y utilizando elementos de transición, tiene un error con respecto al valor fotoelástico del -1%, sin embargo, el error para el valor de K<sub>II</sub> se va al 20%. Si se tiene en cuenta la solución de este caso indicada en [5], 5.6 Kg/mm<sup>3/2</sup> y 3.1 Kg/mm<sup>3/2</sup> respectivamente, el error de los valores obtenidos por elementos finitos es en ambos casos inferior al 5%, siendo 8 el número mínimo de elementos singulares necesario para el modo II. Es sabido que en modo de fractura mixto, la evaluación por fotoelasticidad de K<sub>II</sub> es menos precisa que la de K<sub>1</sub>.

# 5. CONCLUSIONES

Las conclusiones más importantes que se deducen del estudio realizado [1] son:

Mediante el método de elementos finitos se ha logrado reproducir fielmente los campos de isocromáticas e isoclinas obtenidas mediante técnicas fotoelásticas, en modelos con defectos típicos de soldadura. Como el cálculo de tales campos no se incluye como una opción estándar en los programas de elementos finitos, ha sido necesario desarrollar procedimientos específicos.

El necesario afino del mallado en las zonas más cargadas en torno a los defectos, para obtener las isocromáticas, ha llevado a la determinación de un tamaño idóneo de los elementos del orden de 0.2-0.3 mm. Esto ha permitido la representación correcta de las isocromáticas de mayor orden, teniendo en cuenta que los resultados no son válidos más allá del tamaño de la zona plástica frente al vértice de grieta. En la obtención de los FIT no ha resultado tan determinante el tamaño de los elementos como el empleo de elementos singulares y de transición en torno al vértice de grieta, obtenidos por desplazamiento de los nodos de las aristas. Estos elementos de transición se hacen necesarios cuando la relación del tamaño de sus lados al de los lados de los elementos singulares aumenta, pudiéndose modelizar con un mallado menos fino manteniéndose la misma precisión.

Aunque no existe un tamaño óptimo de elemento singular que sea igual para la modelización de todas las grietas provocadas por defectos, se obtienen buenos resultados con tamaños de 0.2 mm., lo que supone una relación l/a del orden de 0.05 en los casos estudiados, siendo "l" la longitud del lado del elemento singular, y "a" la semilongitud de grieta. Se ha obtenido muy poca variación en los resultados con elementos singulares más pequeños.

También hay que señalar que en modo de fractura I, se necesitan 6 elementos singulares como mínimo alrededor del defecto para conseguir buenos resultados, elevándose a 8 para modo de fractura II.

La utilización del Método de Elementos Finitos para la evaluación de defectos en uniones soldadas da, por consiguiente, errores inferiores al 5% respecto de otras técnicas usadas en la determinación de Factores de Intensidad de Tensiones.

# 6. REFERENCIAS

- Martínez J.A., "Correlación entre métodos fotoelásticos y numéricos en el estudio de tensiones en defectos de soldadura". Tesis Doctoral. E.T.S.I. Navales, Madrid (1994).
- [2] Paris F., Cañas J. y Picón R., "Aplicación de la mecánica de la fractura al diseño de soldaduras en ángulo". Anales de Mecánica de la Fractura., vol.7, pp. 248-255 (1990).
- [3] Rivas, C., Picón, R., Paris F. y Lara, E., "Campo tensional en el entorno de una fisura. Determinación de K<sub>1</sub> y K<sub>11</sub> usando técnicas fotoelásticas". VII Congreso Nacional de Ingeniería Mecánica, año VI, vol. III, pp. 45-52 (1988).
- [4] Lynn P.D. e 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).
- [5] Murakami Y., "Stress Intensity Factors Handbook", Pergamon Press (1987).

# DETERMINACION NUMERICA Y EXPERIMENTAL DE LA INFLUENCIA DE LA GEOMETRIA EN LA CURVA R DE UN ACERO MICROALEADO DE ALTA RESISTENCIA.

# C.Betegón\*, C.Rodríguez\*\*, F.J.Belzunce\*\*, J.J.del Coz\*

\*E.T.S.Ingenieros Industriales.Dep.Construcción. Crtra. de Castiello s/n. 33204-Gijón \*\*Instituto Tecnológico de Materiales de Asturias. Parque Tecnológico de Asturias. 33428-Llanera

**Resumen.-** El efecto de la relación a/W sobre las curvas R es un importane factor a considerar a la hora de relacionar los resultados de laboratorio y el comportamiento de las geometrías reales. Las probetas de flexión con grietas largas, con una relación a/W=0.5, son las más utilizadas en los ensayos de laboratorio, mientras que las condiciones de servicio de una grieta en una estructura real (habitualmente grietas superficiales) se describirán mucho mejor con grietas cortas. En este trabajo, se han determinado experimental y numéricamente las curvas R de dos probetas de flexión con relaciones a/W=0.5 y a/W=0.2. El comportamiento se ha descrito mediante un análisis por elementos finitos de las mismas, donde el proceso de propagación de la fisura se ha modelizado utilizando una teoría de plastificacion de Gurson, con objeto de reproducir el proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades que produce la fractura dúctil. Los parámetros del material necesarios para tal modelizado se han determinado experimentalmente y mediante la comparación de resultados numéricos y ensayos de laboratorio sobre probetas axisimétricas con entalla circular.

<u>Abstract.</u> The R-Curves of two types of single edge notched bending specimens (with crack to width ratio, of 0.2 and 0.5 respectively) were numerically and experimentally determined. A finite element analysis has been performed and crack propagation processes have been modeliced by means of the Gurson plastic Theory, which takes into account the different stages of nucleation, propagation and coalescence of micro voids during the material ductile fracture. The material parameters which have to be used in the model have been experimentally determined using circular notched axisymetric specimens.

## **1.INTRODUCCION.**

Las condiciones locales de tensión y deformación en el frente de una fisura condicionan el comportamiento dúctil de una estructura, al determinar el crecimiento de las microcavidades que caracterizan el proceso de fractura, produciendo una "zona de daño". Esto hace que los modelos constituvos de daño sean capaces de describir el efecto de dicha triaxialidad. Uno de estos modelos, es el denominado modelo de Gurson, en el cual el proceso de rotura es el resultado de la pérdida de rigidez local que experimenta el material cuando el contenido de microcavidades alcanza un valor crítico, fc, sobre una determinada distancia lc. Los modelos micromecánicos presentan la ventaja de que sus parámetros característicos pueden utilizarse para diferentes geometrías, y ni siquiera es necesario utilizar probetas previamente fisuradas. Por tanto, pueden ser obtenidos a partir de ensayos muy sencillos, como tracciones sobre probetas sin entallar o con entallas redondeadas, en base a una metodología que combina ensayos y simulaciones numéricas.

El presente trabajo describe brevemente los fundamentos de modelo de Gurson [1], el significado de los distintos parámetros y su determinación por medio de simulación numérica y ajuste de datos experimentales. Por último, se estudiará la capacidad de modelo para predecir las curvas R de distintas geometrías.

## 2.MODELO CONSTITUTIVO

Los metales y aleaciones utilizados habitualmente contiene inclusiones y partículas de segunda fase en los cuales, debido a la deformación plástica, se nuclean y crecen microcavidades hasta que se produce una rotura local de la matriz. Definiendo la porosidad como el cociente del volumen de cavidades y el volumen total de material en una celda unidad, su evolución constará de dos términos, los correspondientes a nucleción y crecimiento.

 $\dot{f} = \dot{f}_n + \dot{f}_c$ 

La nucleción se considerará controlada por la deformación plástica de la matriz

$$f_n = A\dot{\varepsilon}_m^p \tag{2}$$

donde

$$A = \frac{f_n}{s_n \sqrt{2}} \exp\left(-\frac{1}{2} \left(\frac{\varepsilon_m^p - \varepsilon_n}{s_n}\right)^2\right)$$
(3)

de forma que siga una distribución normal de media  $\varepsilon_n$  y desviación  $s_n$ , y donde  $\varepsilon_m^p$  es la deformación plástica acumulada del material matriz, cuya evolución vendrá dada por

$$\sigma_{\rm m} = {\rm H}\dot{\epsilon}_{\rm m}^{\rm p} \tag{4}$$

Una vez que se ha nucleado un poro en un material deformado plásticamente, se produce un crecimiento volumétrico y un cambio de forma [2]. Basándose en una ley de crecimiento de la forma

$$\dot{f}_{c} = (1 - f)\dot{\varepsilon}_{kk}^{p} \tag{5}$$

Gurson describe la plastificación de un medio poroso por medio de una función dependiente de las tensiones  $\sigma$ , la tensión de fluencia de la matriz  $\sigma_m$  y la porosidad f

$$\Phi(\sigma, \sigma_m, f) = \frac{\sigma_e^2}{\sigma_m^2} + 2qf^* \cosh\left(\frac{\sigma_{kk}}{2\sigma_m}\right) - 1 - (qf^*)^2 \quad (6)$$

siendo  $\sigma_e = \frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}$  la tensión equivalente.Los parámetros q y f\* fueron introducidos por Tveergard [3], siendo q=1.5 y

$$f^{*} = \begin{cases} f & f \le f_{c} \\ f_{c} + K(f - f_{c}) & f > f_{c} \end{cases} K = \frac{f_{u}^{*} - f_{c}}{f_{f} - f_{c}}$$
(7)

para describir la coalescencia de cavidades que se produce una vez que se haya superado el volumen crítico  $f_c$ . La grieta aparece si f=f<sub>f</sub>, donde el material pierde toda su rigidez.

Las relaciones constitutivas se obtienen considerando además la regla de fluencia

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{p} = \dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} \tag{8}$$

donde el parámetro  $\hat{\lambda}$  se determina por la condición de fluencia  $\dot{\Phi} = 0$  durante la carga plástica. Sustituyendo (2), (3), (4), (6) y (7) en  $\dot{\Phi} = 0$  y resolviendo para  $\hat{\lambda}$  se obtiene finalmente la evolución de las tensiones, la tensión de fluencia del material matriz y la porosidad con la deformación plástica como

$$\dot{\sigma} = \mathbf{C} \cdot \dot{\varepsilon} \tag{9}$$

$$\sigma_{\rm m} = H \frac{\sigma \cdot \varepsilon_{\rm p}}{(1-f)\sigma_{\rm m}} \tag{10}$$

$$f = (1 - f) \lambda P_{kk} + AH \frac{\sigma \cdot \varepsilon_p}{(1 - f)\sigma_m}$$
 (11)

donde  $\mathbf{C} = \mathbf{L} - \frac{\mathbf{L} \cdot \mathbf{P} \otimes \mathbf{P} \cdot \mathbf{L}}{\mathbf{h} + \mathbf{P} \cdot \mathbf{L} \cdot \mathbf{P}}$ 

siendo L la matriz de rigidez elástica

$$\mathbf{L} = 2\mathbf{G} \left[ \mathbf{I} + \frac{\mathbf{v}}{1 - 2\mathbf{v}} \mathbf{I} \otimes \mathbf{I} \right]$$

$$\mathbf{P} = \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma} = \frac{3}{\sigma_{m}^{2}} \mathbf{S} + \frac{qf^{*}}{\sigma_{m}} \operatorname{senh} \frac{\sigma_{kk}}{2\sigma_{m}} \mathbf{I}$$

$$\mathbf{h} = \left\{ \frac{\partial \Phi}{\partial f} (1 - f) \mathbf{I} + \left( \frac{\mathbf{H}}{(1 - f)\sigma_{m}} \frac{\partial \Phi}{\partial f} \mathbf{A} + \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{m}} \right) \sigma \right\} \cdot \mathbf{I}$$

$$\frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{m}} = -2 \frac{\sigma_{e}^{2}}{\sigma_{m}^{2}} - \frac{qf^{*}}{\sigma_{m}^{2}} \sigma_{kk} \operatorname{senh} \frac{\sigma_{kk}}{2\sigma_{m}} \qquad (12)$$

$$\frac{\partial \Phi}{\partial f} = \frac{\partial \Phi}{\partial f^{*}} \frac{\partial f^{*}}{\partial f} = \left( 2qf^{*} \cosh \frac{\sigma_{kk}}{2\sigma_{m}} - 2q^{2}f^{*} \right) \frac{\partial f^{*}}{\partial f}$$

El sistema de ecuaciones (9), (10), (11), junto con (12), describe el comportamiento del modelo de Gurson. En un cálculo por elementos finitos, el sistema (9),(10), (11) ha de resolverse para un incremento de tiempo (t,t+ $\Delta$ t). Los valores iniciales de  $\sigma$ ,  $\sigma_m$  y f se conocen, y se requiren los valores finales. La solución se obtiene por el método de Runge-Kutta de quinto orden con control local de error y tamaño de paso. El modelo de Gurson se ha implementado en el código de elementos finitos ABAQUS [4].

# 3. DETERMINACION DE LOS PARAMETROS DEL MATERIAL

El material utilizado en este estudio ha sido un acero microaleado E690. Para describir su comportamiento utilizando un modelo micromecánico es necesario determinar los valores de una serie de parámetros. Aquellos que describen el comportamiento elasto-plásico habitual, y caracterizan por lo tanto la curva tensión deformación del mismo, pueden determinarse a partir de un ensayo de tracción.

Los ensayos de tracción fueron realizados sobre probetas cilíndricas proporcionales de 10 mm de diámetro cuyo eje longitudinal coincidía con la dirección de laminación. Durante la realización de dichos ensayos y mediante la utilización de un extensómetro axial se obtuvieron las curvas tensión-deformación, que ajustadas mediante una ecuación exponencial de la forma

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_{0}} = \begin{cases} \frac{\sigma}{\sigma_{0}} & \sigma \leq \sigma_{0} \\ \frac{\sigma}{\sigma_{0}} + \alpha \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0}}\right)^{n} & \sigma > \sigma_{0} \end{cases}$$
(13)

dieron como resultado un exponente n=17, un coeficiente de endurecimiento  $\alpha$ =1.56 y un límite elástico  $\sigma_0$ =779MPa.

El modelo constitutivo descrito en la sección anterior precisa además de otros seis parámetros. Tres de ellos,  $\varepsilon_n$ ,  $f_n$  y  $s_n$ , describen la nucleción de los poros, mientras que f<sub>0</sub>, f<sub>c</sub> y f<sub>f</sub> describen el crecimiento de los mismos hasta la coalescencia y la rotura final. Puesto que la aplicación de modelos micromecánicos a la fractura dúctil no está muy extendida, no existe un procedimiento preciso a la hora de determinar dichos parámetros, siendo necesario apoyarse tanto en ensayos como en análisis numéricos.

v . . .

Con objeto de definir los tres primeros parámetros, se llevó a cabo el cálculo del número de inclusiones por unidad de volumen del acero, mediante un procedimiento de análisis de imagen de una muestra del mismo. Dicho análisis indica la existencia de dos poblaciones de partículas de segunda fase, sulfuros y óxidos, siendo el contenido de cada una de ellas 0.078% y 0.027% respectivamente. Dichas poblaciones se han considerado inductoras de la nucleción de microcavidades, siendo por lo tanto la fracción volumétrica de cavidades nucleadoras f<sub>n</sub>=0.01 y considerándose la deformación media necesaria para la nucleción 0.01 con desviación stándar 0.04. Es decir, se ha tomado f<sub>n</sub>=0.01,  $\varepsilon_n$ =0.01 y s<sub>n</sub>=0.04. La porosidad inicial f<sub>o</sub> se ha considerado nula.

Tvergaard y Needleman [5] fueron los primeros en analizar una probeta de tracción con el modelo de Gurson, observando que el inicio de la fractura macroscópica se corresponde con un cambio brusco de pendiente en la curva carga-desplazamiento. Desde entonces, es habitual la determinación de  $f_c$  ajustando los resultados numéricos a los experimentales en dicho punto. Es importante señalar que el valor de  $f_c$  es independiente de la triaxialidad, por lo que puede considerarse una propiedad del material válida tanto para probetas de tracción como para probetas de fractura en las que la triaxialidad es mucho mayor.

Por todo ello, y con objeto de determinar los dos últimos parámetros, se realizaron ensayos de tracción sobre dos tipos de probetas entalladas En ambos casos, el diámetro de la sección neta fue de 10mm, diferenciándose únicamente en los radios de las entallas, R=10 mm y R=4 mm, con objeto de reproducir diferentes condiciones de triaxialidad. Durante dichos ensayos se registró la reducción del diámetro sufrido por la sección neta durante el proceso de carga.

Al mismo tiempo, se llevó a cabo el análisis numérico de dichas geometrías. Las modelización de las mismas se muestra en la Figura 1.



**Fig 1.** Probetas de tracción entalladas, R=10 mm y R=4 mm respectivamente.

Por su parte la figura 2, muestra los resultados numéricos junto con los obtenidos experimentalmente, apreciándose una caída brusca de la carga que indica el comienzo de la fractura. Dicha caída en las curvas carga-desplazamiento se utilizó para determinar el valor de  $f_c$ , mientras que el valor de  $f_f$  seleccionado corresponde a criterios numéricos. Estos parámetros fueron considerados como  $f_c$ =0.001 y  $f_f$ =0.13.

En la figura 3 se muestra un detalle de la zona de la zona de fractura tras su iniciación. En la misma se represtan las tensiones efectivas. Puede apreciarse como en los puntos más interiores de la seción, que es donde se inicia la fractura, las tensiones efectivas son casi nulas, al haberse formado la grieta. Por último, hay que señalar que los resultados obtenidos para los parámetros no dependen únicamente del material, sino también del tipo de elemento y del tamaño de los mismos, ya que el inicio de la fractura está asociado a que el primer punto de integración alcance el valor crítico de la porosidad. Es decir, el tamaño del elemento está asociado con la longitud microestructural l<sub>c</sub> sobre la que ha de extenderse la porosidad crítica  $f_c$  para que se produzca la

coalescencia de las microcavidades que provoca la fractura dúctil. En el análisis de las probetas axisimétricas se utilizaron elementos rectangulares de ocho nudos con integración reducida, y su tamaño, 0.25 mm, se consideró uniforme en la zona de fractura. Tanto los valores de los parámetros como el tipo y tamaño de los elementos se mantuvieron en el resto de los análisis numéricos.



**Fig.2** Comparación resultados numéricos y experimentales para las probetas de tracción entalladas



**Fig 3.** Formación de la grieta en probeta de tracción R=10 mm.

# 4. CURVAS R

Los parámetros del material obtenidos anteriormente mediante el ajuste de resultados numéricos y experimentales, se utilizaron para predecir las curvas R de dos probetas de similar geometría (SENB) pero diferente longitud de grieta, a/W=0.5 y a/W=0.2 respectivamente. Ambas probetas eran de sección cuadrada (B=W) con un espesor de 25 mm, para reproducir condiciones de deformación plana, y fueron extraidas de la chapa de modo que la longitud más larga de la probeta coincidiera con la dirección transversal (la grieta crece en la dirección longitudinal). La obtención experimental de las curvas de resistencia se llevó a cabo utilizando el método uniprobeta descrito en la Norma ASTM E813 [6], de tal manera que el crecimiento de la longitud de la grieta en el curso de los ensayos se detectó utilizando el método de las descargas elásticas y midiendo en ellas la variación de la flexibilidad experimentada por la probeta.



**Figura 4.** Modelización de las probetas de fractura, con  $a/w=0.5 ext{ y } 0.2 ext{ respectivamente.}$ 

En la figura 4 se muestran las modelos de elemento finitos utilizadas en los análisis numéricos de las probetas de fractura. En ambos casos, el tamaño de los elementos en la zona de fractura se mantuvo constante e igual a 0.25 mm.

La figura 5 representa las curvas R obtenidas numérica y experimentalmente para la probeta con grieta a/W=0.5. Los resultados experimentales están representados con trazo continuo, mientras que los numéricos son puntos aislados correspondientes a la rotura de los sucesivos puntos de integración.

Comparando las dos gráficas, se obseva que el análisis numérico predice tenacidades mayores que las encontradas en el ensayo, especialmente en lo referente al valor de iniciación. Sin embargo, las pendientes de ambas curvas resultan similares.



Fig. 5. Curva R numérica y experimental para a/W=0.5

En la figura 6 se muestra un ejemplo típico del efecto del daño en las tensiones de apertura  $\sigma_{22}$  en el frente de la grieta. Las tensiones obtenidas con el modelo de Gurson se hacen cero en el la grieta, indicando que el material ha perdido su rigidez. El máximo de tensiones se encuentra desplazado, indicando la posición del nuevo extremo.



**Fig 6.** Estado de tensiones en el frente de la grieta una vez iniciada la propagación. a/W=0.5.



Fig. 7. Curva numérica y experimental para a/W=0.2

Las dos curvas R obtenidas para la probeta con grieta corta, a/W=0.2, se representan en la figura 7. Los resultados muestran la misma tendencia que los obtenidos para la grieta larga: valores de J superiores en el cálculo numérico y pendientes similares en ambos casos.

Los resultados numéricos obtenidos para las dos geometrías se representan en la figura 8. Puede apreciarse que si bien los valores de J en el inicio de la propagación son similares, las curvas van divergiendo al progresar la misma. La geometría con un tamaño de grieta inicial menor presenta una pendiente mayor. Esto es debido a que la constricción que aparece en las geometrías con grietas cortas inhibe el crecimiento de las microcavidades que provocan la fractura dúctil, y por lo tanto, para obtener un mismo nivel local de porosidad será necesaria una mayor deformación global de la probeta, es decir, un valor de J superior.



Fig 8. Comparación de los resultados numéricos para las dos probetas de flexión en tres puntos, a/W=0.2 y a/W=0.5.

Por último, hay que señalar que la dependencia de los resultados numéricos respecto al tamaño de los elementos es aún más acusada en el caso de las probetas de fractura que en las probetas de tracción, debido a que los gradientes de deformaciones son mucho mayores. Utilizando los mismos valores de los parámatros microestructurales y variando únicamente el tamaño de los elementos, se obtuvo para la geometría a/W=0.5 la curva R mostrada en la figura 9. Al estar ahora el primer punto de integración más alejado del extremo de la grieta, el valor de J al cual se inicia la propagación es mayor que el obtenido para un tamaño de elemento menor. Sin embargo, las dos curvas tienen la misma pendiente, por lo que parece que el efecto de escala solamente afecta al valor inicial de J, pero no al módulo de rasgado dJ/da.

A la vista de dicha figura, parece que de reducirse aún más el tamaño de los elementos, los resultados numéricos se acercarían más a los teóricos. Puesto que dicho tamaño está asociado con la distancia característica  $l_c$ , ésta podría determinarse ajustando el valor de J en la iniciación.



Fig 9. Curvas R numéricas para dos tamaños de elementos diferentes. a/w=0.5

# 5. CONCLUSIONES

A la vista de los resultados obtenidos, puede concluirse que el modelo de Gurson es capaz de reproducir el proceso de fractura dúctil. Al tratarse de un modelo micromecánico, logra reproducir las condiciones de fractura independientemente de la geometría de la probeta, siendo válido tanto para geometrías previament fisuradas como para geometrias sin fisurar.

Sin embargo, el modelo depende de varios parámetros cuya determinación resulta compleja. El ajuste de los mismos no es sencillo, y requiere una metodología que combine resultados experimentales y análisis numérico.

# 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Dirección General de Investigación Científica y Tecnológica (DGICYT) por la financiación aportada para la realización de esta investigación (proyecto PB92-1084-CO2).

# 7. BIBLIOGRAFIA

- Gurson, A.L., "Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and grotw: Part I-Yield criteria and flow rules for porous ductile media", J.Eng. Mat.Tech. 9, 2-15 (1977)
- [2] Rice, J. R. y Tracey, D. M., "On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields", J. Mech. Phys. Solids, 17, 201-217 (1969)
- [3] Tvergaard , V. y Needleman, A., "Analysis of the cup-cone fracture in round tensile bar", Acta Metall., 32, 157-169 (1984)
- [4] Hibbit, H. D., Karlsson, B. I. y Sorensen, E. P., "ABAQUS User's Manual, versión 5.3" (1992)
- [5] Needleman, A. y Tvergaard, V., "An analysis of ductile rupture in notched bars", J. Mech. Sol., 32, 461-490 (1984)
- [6] ASTM E813 "J1C, a measure of fracture toughness", American Society for testing and materials, (1993)

# MODELO ANALITICO PARA LA SIMULACION DE LA ROTURA DE BLINDAJES CERAMICA-METAL SOMETIDOS A IMPACTO DE PROYECTILES

R. Zaera <sup>(1)</sup>, R. Cortés <sup>(1)</sup>, C. Briales <sup>(2)</sup>, M. A. Martínez <sup>(1)</sup>, V. Sánchez-Gálvez <sup>(1)</sup>

- (1) Departamento de Ciencia de Materiales; E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos; Universidad Politécnica de Madrid, Ciudad Universitaria; 28040 Madrid.
- (2) Departamento de Investigación y Desarrollo; Empresa Nacional Santa Bárbara; Paracuellos del Jarama; Madrid.

**Resumen.** En el presente trabajo se muestra un modelo analítico unidimensional para el análisis de la rotura de blindajes cerámica-metal frente al impacto de proyectiles metálicos. El modelo simula diversos comportamientos para el proyectil y para el blanco, que van pasando por distintas fases a lo largo del proceso de penetración. La transición de una fase a otra depende de condiciones particulares entre las variables del problema. Se consideran dos criterios de rotura del blindaje que permiten decidir cuándo el proyectil ha perforado el blanco. El modelo se aplica a situaciones reales de impacto cuya documentación está disponible en la literatura sobre el tema. Se observa una correspondencia razonablemente buena entre los resultados analíticos y las medidas experimentales.

Abstract. In this work, a unidimensional model for the response of ceramic/metal armours under projectile impact is presented. The model assumes different projectile and target behaviours as the penetration process proceeds. Transition from one deformation mode to another depends upon the particular problem conditions. Either plugging or radial strain failure criteria are implemented in the model. Application has been made to real impact situations, and a good agreement between analysis and experiment has been observed in the cases studied.

## **1. INTRODUCCION**

Los blindajes cerámica-metal consisten esencialmente en una losa de material cerámico -alúmina, carburo de silicio, etc...- respaldada por una placa de material metálico -aluminio o acero- y unida a ella por un adhesivo elástico. En los últimos años se ha desplegado un considerable esfuerzo en el estudio de este tipo de blindajes, cuya aptitud para aumentar la seguridad frente a impacto balístico sin que exista una grave penalización en su peso está ya demostrada.

El desarrollo inicial y la comprensión del comportamiento de estos blindajes se debe en gran medida a Wilkins [1], quien utilizó un programa en diferencias finitas junto a una serie de ensayos experimentales para describir la secuencia de fragmentación de la cerámica, respuesta estructural de la placa metálica y erosión del proyectil.

En el pasado, el diseño de estos blindajes estaba fundamentalmente basado en datos obtenidos mediante estudios paramétricos experimentales. Sin embargo, el gran número de parámetros que influyen en la respuesta del blanco, así como la reducida información obtenida acerca del proceso de penetración inducen a utilizar otro tipo de métodos de diseño y cálculo. En este sentido, los métodos numéricos -elementos finitos o diferencias finitas- tienen la capacidad de proveer una gran cantidad de datos acerca de las variables del problema; por contra, se trata de análisis que necesitan de tiempos de ejecución largos, lo que les hace poco prácticos para estudios paramétricos. Por ello es conveniente disponer junto a los dos métodos señalados, de la *simulación analítica*, que requiere de pocos minutos para analizar un caso en los equipos informáticos de uso habitual.

Hasta la fecha sólo se han propuesto dos modelos analíticos que simulen este tipo de problemas; el primero de ellos debido a Woodward [2] y el segundo, más reciente y completo, debido a den Reijer [3]. Ambos modelos son unidimensionales y simulan el impacto normal de un proyectil metálico cilíndrico contra una losa de material cerámico respaldada por una placa metálica.

La aproximación que se obtiene con este tipo de modelos depende en gran medida de su complejidad. La introducción de un mayor número de variables en el modelo permite reproducir con mayor exactitud los fenómenos físicos que aparecen durante el proceso, al tiempo que se complica la resolución del sistema de ecuaciones diferenciales y aumenta el tiempo de ejecución. Por ello es necesario llegar a un compromiso entre la capacidad del modelo para predecir resultados experimentales y la necesidad de que el cálculo no adquiera la complejidad de un modelo numérico.

El presente trabajo parte del modelo de den Reijer e introduce una serie de mejoras tendentes a considerar efectos observados durante el análisis de las pruebas experimentales y numéricas de este tipo de impactos.



Fig. 1. Configuración del blindaje cerámica-metal.

# 2. MODELIZACION DEL PROYECTIL

Desde antes de la 2ª Guerra Mundial se sabía que una bala que impactaba sobre un blanco a una elevada velocidad se "desintegraba" total o parcialmente, quedando el material esparcido en pequeños fragmentos. El mismo proyectil impactando sobre el mismo blanco a velocidades bajas, quedaba distorsionado pero conservaba su masa.

Este fenómeno ejemplifica los dos tipos básicos de deformación que se dan en el impacto sobre un blanco de un proyectil balístico convencional. Por encima de una cierta velocidad límite de penetración -velocidad de la punta del proyectil- la punta se erosiona fluyendo el material hacia los lados; durante esta fase llamada de *erosión*, el proyectil pierde velocidad y masa. Por debajo de dicha velocidad límite la punta se deforma plásticamente adquiriendo la forma característica de *hongo*; el proyectil pierde velocidad pero conserva su masa.

Aparte de estos dos tipos de comportamiento, se admite un tercero para estadios finales del proceso de penetración, en los que la presión que ejerce el blanco sobre el proyectil es ya inferior al límite elástico de su material y éste se comporta rígidamente.



Pérdida de velocidad pero no de masa Conserva la forma

Fig. 2. Tipos básicos de comportamiento para un proyectil balístico convencional.

Para el comportamiento denominado de erosión se utilizan las ecuaciones de White [4] y para el comportamiento de hongo se utiliza el modelo propuesto por Yatteau [5]. Ambos modelos suponen un comportamiento rígido-perfectamente plástico del material y utilizan ecuaciones de continuidad y cantidad de movimiento sobre volúmenes de control móviles en la punta del proyectil.

El paso de un modelo de comportamiento a otro se considera tras cada paso de integración temporal en función de determinadas relaciones entre las variables del problema.

# 3. MODELIZACION DE LA CERAMICA

## 3.1. Formación del cono cerámico

El comportamiento de la cerámica en las fases iniciales del impacto ha sido objeto de análisis por numerosos autores. El estudio del campo tensional en la cerámica durante los primeros microsegundos del impacto y de los fragmentos de cerámica recogidos tras cada prueba permite comprender los fenómenos que dan lugar a la aparición de un volumen de cerámica fracturada de forma aproximadamente cónica en la zona del impacto.

Al iniciarse el impacto, el campo tensional en la cerámica es elástico (descrito por Boussinesq) y la máxima tensión de tracción se produce en la dirección radial, por lo que la primeras fisuras que aparecen tienen forma anular concéntrica con la periferia del proyectil y próximo a ella. De acuerdo con Shockey [6] éstas fisuras son poco profundas y se extienden hasta un milímetro de profundidad aproximadamente. Estas grietas de forma anular continúan creciendo siguiendo las direcciones perpendiculares a las de máxima tensión principal, por lo que desvían sus trayectorias de la línea de impacto, formando un cono cuyo semiángulo en el eje está entre 60° y 75° ([5-7]).

Por delante de las fisuras descritas avanza la onda de compresión a la velocidad de transmisión de las ondas elásticas por el material cerámico intacto hasta llegar a la parte trasera de la losa, en contacto con el adhesivo elástico que la une a la placa metálica. La menor rigidez de este material hace que comience a propagarse una onda de tracción en sentido opuesto. Estas ondas de tracción crean las mayores tensiones principales en sentido circunferencial lo que induce la formación de fisuras de forma radial hacia la parte frontal de la losa.

La observación de los fragmentos de cerámica recuperados tras el impacto apoya la teoría anteriormente expuesta. Las intersecciones entre las fisuras en la zona frontal del espesor de la losa indican que las fisuras cónicas han atravesado el material antes que las fisuras radiales, ya que en los fragmentos reconstruidos aparecen discontinuidades en las fisuras radiales tras su intersección con las cónicas. Así mismo, en la zona trasera de la losa, las discontinuidades aparecen en las fisuras cónicas, lo que indica que aquí se han formado antes las fisuras radiales.



Fig. 3. Propagación de las fisuras cónicas y dirección de las máximas tensiones de tracción.

Aparte de este tipo de fracturas, en la zona de la losa cerámica en contacto con la punta del proyectil se observa una zona cilíndrica parcialmente pulverizada y recompactada ([3]). Esta pulverización es debida a las altas tensiones de compresión que aparecen en la interfase proyectil-cerámica y que superan el Límite Elástico Hugoniot, lo que se traduce en una extensa microfracturación de la cerámica ([7]).

La modelización de esta fase presentaría una gran complejidad. Puesto que el objetivo de este modelo es simplificar razonablemente el análisis del fenómeno se supondrá que durante la etapa de fisuración de la cerámica, la losa se comporta como un material infinitamente rígido que presenta, de acuerdo con la experimentación, una barrera casi infranqueable para el proyectil.

Se admite que la duración de esta etapa finaliza cuando, tras reflejarse en la cara posterior de la losa la onda inicial del impacto, las fisuras radiales han alcanzado la parte frontal ([3]). Por lo tanto el tiempo necesario t<sup>\*</sup> de duración de esta etapa se estima como:

$$t^* = \frac{h_c}{u_{cela}} + \frac{h_c}{u_{crack}}$$
(1)

siendo  $h_c$  el espesor de la losa cerámica,  $u_{cela}$  la velocidad de las ondas elásticas en la cerámica y  $u_{crack}$  la velocidad de propagación de las grietas radiales, que por simplicidad se supone constante.

#### 3.2 Comportamiento de la cerámica fisurada

La energía cinética del proyectil disipada durante la fase de formación del cono puede dividirse en energía necesaria para fracturar la cerámica -despreciable según estudios realizados por Mayseless [8] y O'Donnell [9]- y en energía empleada en erosionar el proyectil. Esta erosión implica una separación física del material del proyectil, con lo que su momento no contribuye más en la perforación ([3]). A partir de este momento, la erosión del proyectil continúa, al tiempo que los fragmentos de cerámica comienzan a desplazarse en el sentido del impacto, confinados dentro del volumen cónico; este confinamiento consigue que el material fracturado retenga gran parte de su resistencia a cortante ([7]) y que distribuya la presión en una zona más amplia sobre la placa metálica.

En cuanto a la expresión de la fuerza que la cerámica pulverizada ejerce sobre la punta del proyectil oponiéndose a la penetración, se ha utilizado la ecuación que aparece en el trabajo de den Reijer, introduciendo una modificación que tiene en cuenta la dependencia de la presión en la resistencia de la cerámica, como simplificación del modelo propuesto por Cortés [10]. La expresión adoptada considera los efectos que tienen mayor importancia en el comportamiento conjunto proyectil-cerámica; estos son presión, grado de confinamiento y resistencia a la penetración. Dicha expresión es:

$$F = \frac{Vol_o}{Vol} \left[ \beta \left( \dot{x} - \dot{u}_o \right) + \mu P + \tau_o \right] + P$$
(2)

siendo F la presión sobre la punta del proyectil, Vol el volumen disponible para la cerámica fracturada -depende de la deformación de la placa metálica-, Volo el volumen que ocuparía la cerámica fracturada en un ambiente sin presión -depende de la cantidad de material cerámico que ha sido expulsado en sentido opuesto al del impacto-,  $\dot{x}$  la velocidad de penetración del proyectil,  $\dot{u}_0$  la velocidad de la placa metálica en su zona axial, P la presión hidrostática dentro del volumen de cerámica confinada,  $\mu$  el coeficiente de fricción interno de la cerámica,  $\tau_0$  un coeficiente de cohesión del material y  $\beta$  un parámetro que es preciso ajustar durante la puesta a punto del modelo para cada material cerámico.

El término de presión hidrostática debe entenderse como resultado del aumento de volumen de la cerámica fracturada respecto del de la cerámica intacta, impedido por el confinamiento. Su valor se estima mediante la siguiente expresión:

$$P = K_{c} \left[ \frac{Vol_{o} - Vol}{Vol_{o}} \right]$$
(3)

donde K<sub>c</sub> es el módulo de compresibilidad volumétrico del material.

## 4. MODELIZACION DE LA PLACA METALICA

Desde los años 50 se han utilizado con éxito modelos de deformación basados en rótulas plásticas circulares móviles para simular el comportamiento de placas delgadas o membranas sometidas a cargas impulsivas. En el modelo propuesto por den Reijer, la respuesta estructural de la placa se recoge mediante cuatro modelos de comportamiento que se apoyan en una idea común: la presencia de dos rótulas plásticas circulares, la primera de ellas móvil y la segunda, concéntrica con la primera y exterior a ella, fija. En este trabajo se ha

pretendido mejorar la descripción del fenómeno de deformación de la placa, permitiendo también el movimiento de la rótula exterior. La posición "p" de la rótula interior se define geométricamente situándose en todo instante en el borde del área sobre la que el cono cerámico ejerce presión; a medida que el proyectil avanza y los fragmentos de cerámica son expulsados en sentido inverso al del impacto, la altura del cono se reduce continuamente y la rótula interior se desplaza hacia el eje de simetría. La posición "R" de la rótula exterior se obtiene de las ecuaciones dinámicas planteadas sobre la placa y va aumentando su distancia al eje con el tiempo, distribuyendo la función resistente sobre un área cada vez mayor.



**Fig. 4.** Posición de las rótulas plásticas móviles respecto.de la línea de impacto.

El paso de un modelo a otro se decide, al igual que con el proyectil, en función de determinadas relaciones entre variables. Los cuatro modelos propuestos son:

 rótulas: simula la respuesta inicial de la placa, en la que los efectos predominantes son los debidos a flexión; las dos rótulas móviles se desplazan.

 cortante: el modelo comienza cuando el cortante en la rótula interior alcanza el valor plástico; aparece una discontinuidad en el campo de velocidades a ambos lados de la rótula interior.

• *plug*: el modelo se inicia cuando la deformación tangencial en la rótula interior alcanza un valor crítico; a partir de éste momento, comienza a generarse un "tapón" o "plug" -en inglés- en el centro del blanco que desliza respecto del resto de la placa a lo largo de la rótula interior.

• *membrana*: cuando la placa alcanza deflexiones del orden de su propio espesor, el efecto producido por los esfuerzos de membrana domina sobre el efecto de los momentos flectores y el cortante (Perrone [11], Shen & Jones [12]), por lo que en esta fase comienzan a ser tenidos en cuenta.

Para la modelización del material se ha elegido un comportamiento rígido-perfectamente plástico para evitar la complejidad del estudio de transmisión de ondas elásticas; por otra parte, en este tipo de problemas la mayor parte de la energía disipada por la placa lo es en deformación plástica por lo que se suele obviar el comportamiento elástico.

En cuanto al campo de velocidades en la placa se ha optado por considerar únicamente la componente en la dirección del impacto. Los estudios realizados por Griffith y Vanzant [13] demostraron que a altas velocidades de deformación y bajo cargas impulsivas transversales, los desplazamientos radiales eran despreciables. Así pues, el campo de velocidades adoptado corresponde al descrito en la figura 5. Para las fases "cortante" y "tapón" se considera una discontinuidad de velocidades en la rótula interior para permitir el deslizamiento del tapón.



Fig. 5. Campo de velocidades en la placa metálica.

# 4.1 Criterio de plastificación en las rótulas

En el modelo desarrollado se ha pretendido considerar un criterio de plastificación que tenga en cuenta la contribución de los distintos esfuerzos que actúan sobre la placa: momentos flectores, cortantes y esfuerzos de membrana. En el caso de que actúen los tres tipos de esfuerzo -modelo "membrana"- se utiliza el criterio de plastificación en esfuerzos propuesto por Shen y Jones [12]:

$$\frac{M}{M_o}\sqrt{1-\left(\frac{Q}{Q_o}\right)^2} + \left(\frac{N}{N_o}\right)^2 + \left(\frac{Q}{Q_o}\right)^2 = 1 \qquad (4)$$

donde M, Q y N son respectivamente los esfuerzos flector, cortante y de membrana (por unidad de longitud) y  $M_o = \sigma_o \cdot h_b^{2/4}$ ,  $Q_o = \sigma_o \cdot h_b/K^{1/2}$ ,  $N_o = \sigma_o \cdot h_b$ , siendo  $\sigma_o$  el límite elástico dinámico del material,  $h_b$  el espesor de la placa metálica y K la constante del criterio de plastificación de Von Mises. En el caso de que no existan esfuerzos de membrana -resto de los modelos-, el criterio de plastificación en esfuerzos propuesto es

$$\frac{M}{M_{o}} = 1 - \frac{3}{4} \left(\frac{Q}{Q_{o}}\right)^{2} \qquad Q \leq \frac{2}{3}Q_{o}$$

$$\frac{M}{M_{o}} = 3\frac{Q}{Q_{o}} \left(1 - \frac{Q}{Q_{o}}\right) \qquad Q > \frac{2}{3}Q_{o}$$
(5)

que se obtiene de las distribuciones de tensiones normales y tangenciales habitualmente utilizadas en la teoría de Resistencia de Materiales para secciones rectangulares y aplicando el criterio de Von Mises. Tanto la relación (4) como la (5) se aplican de forma desacoplada para los esfuerzos radiales y circunferenciales.

Se ha pretendido también considerar el efecto de la reducción de la sección debido al alargamiento de la placa en sentido radial; para ello se calcula geométricamente la deformación radial media entre las dos rótulas y aplicando el principio de conservación del volumen para deformaciones plásticas se obtiene la reducción de la sección  $h_b$ .

Otro efecto que se ha intentado recoger es el de disminución de la resistencia a cortante en el perímetro del tapón formado durante la fase "plug". El deslizamiento de la parte central de la placa respecto de la parte exterior genera bandas de cortante adiabáticas en las que el calentamiento del material hace disminuir radicalmente la resistencia del material. En esta zona se ha propuesto una ley lineal de decrecimiento del límite elástico con la longitud del ligamento que une el tapón con la parte exterior de la placa.



Fig. 6. Reducción de la sección entre ambas rótulas y deslizamiento del tapón.

## 4.2 Modos de rotura

Los dos tipos de rotura que se presentan en placas circulares delgadas sometidas a impacto son la formación del tapón -rotura por cortante- y la deformación dúctil -rotura por deformación radial-(Teeling-Smith [14], [3]). Siguiendo el modelo de den Reijer se han adoptado ambos criterios para determinar la perforación del blanco por el proyectil.

#### 4.3 Ecuaciones

De la modelización de la placa se obtienen ecuaciones de fuerzas y momentos sobre las partes interior y exterior, los criterios de plastificación señalados y una ecuación deducida de la aplicación sobre la placa del principio de máxima disipación del trabajo plástico. Junto a las ecuaciones que describen el comportamiento del proyectil y la cerámica constituyen un sistema de ecuaciones diferenciales que se integran utilizando el método de Runge-Kutta de cuarto orden.

#### 5. COMPARACION DE RESULTADOS

Los datos experimentales se han tomado del trabajo publicado por den Reijer [3], en el que el autor realizó impactos de un proyectil cilíndrico de acero de 6 mm de diámetro y 31,5 mm de longitud -reproduce el proyectil 7,62 NATO- contra blancos formados por una loseta de alumina Morgan Matrox Hilox 973 de 8,1 mm de espesor respaldada por placas de aluminio 6061-T6 de 4, 6 y 8 mm de espesor. Sobre cada una de las configuraciones geométricas del blanco se ensayaron un caso de parada y otro de perforación y se obtuvieron las posiciones de las partes anterior y posterior del proyectil y de la parte posterior de la placa metálica en diversos instantes del proceso de penetración mediante una técnica de fotografía ultrarápida sobre placas impresas con rayos X desarrollada por el mismo autor.

espesor aluminio	4 mm	6 mm	8 mm
velocidad de	786 m/s	815 m/s	995 m/s
impacto			
resultado experim.	parada	parada	parada
resultado analítico	parada	parada	parada
posición final	8,0 mm	9,0 mm	-
interfase (exp.)			
posición final	11,3 mm	8,1 mm	10,6 mm
interfase (analítico)			
deflexión final	7,0 mm	4,0 mm	6,0 mm
(exp.)			
deflexión final	7,7 mm	3,7 mm	5,5 mm
(analítico)			
tiempo final (exp.)	60 µs	60 µs	60 µs
tiempo final (analít.)	133 µs	140 µs	145 µs

 Tabla 1. Comparación de resultados experimentales y analíticos para los tres casos de parada.

espesor aluminio	4 mm	6 mm	8 mm
velocidad de	829 m/s	916 m/s	1091 m/s
impacto			
resultado experim.	perfora.	perfora.	perfora.
resultado analítico	perfora.	perfora.	perfora.
tipo rotura (exp.)	dúctil	tapón	tapón
tipo rotura (analít.)	dúctil	tapón	tapón
posición final	10,0 mm	-	-
interfase (exp.)			
posición final	11,9 mm	16,0 mm	14,5 mm
interfase (analítico)			
deflexión final	8,0 mm	11,0 mm	8,0 mm
(exp.)			
deflexión final	8,1 mm	11,6 mm	9,6 mm
(analítico)			
tiempo final (exp.)	60 µs	60 µs	40 µs
tiempo final (analít.)	108 µs	179 µs	87 μs

Tabla 2. Comparación de resultados experimentales y analíticos para los tres casos de perforación.

Los mismos casos se simularon mediante el modelo obteniéndose los resultados que se resumen en la tablas 1 y 2 y en la fig. 7, en la que se representa la evolución de las longitudés del proyectil para los casos de 8 mm de espesor de aluminio.



Fig. 7. longitudes de proyectil para 8 mm Al.

#### **6. CONCLUSIONES**

De los resultados anteriores se observa que el modelo predice correctamente las deflexiones finales, aunque se observa que el tiempo necesario para alcanzarlas es mayor en los datos analíticos. Esta diferencia es tanto más evidente cuanto mayor es el espesor de la placa metálica, especialmente durante las fases iniciales del proceso de penetración. El aumento de la rigidez con el espesor predicho por el modelo responde a varias causas. La más importante de ellas es la falta de realismo en la hipótesis de formación de rótulas plásticas. En este tipo de problemas de impacto, los gradientes de tensiones en la dirección del espesor de la placa son muy elevados, con zonas plastificadas en la cara frontal de la placa metálica y comportamiento elástico en la cara opuesta. La formación de una rótula plástica únicamente se aproxima a la realidad si la plastificación afecta a todo el espesor de la placa en zonas localizadas. La modelización de estos problemas mediante códigos de elementos finitos o diferencias finitas indica que estas condiciones sólo se dan para placas suficientemente delgadas. Por otra parte el criterio de plastificación empleado se aplica de forma desacoplada y no tiene en cuenta la sinergia de los esfuerzos radiales con los circunferenciales, lo que hace aumentar la rigidez de la placa.

En la posición y longitud del proyectil, los resultados analíticos se ajustan bien a los experimentales. En cuanto a la forma de rotura, el modelo predice correctamente el tipo de fallo del blanco observado en los tres casos de perforación. El modelo propuesto puede utilizarse como herramienta de diseño para espesores metálicos pequeños. En placas más gruesas utilizadas en blindajes para amenazas de mayor calibre es necesario plantear otros modelos de deformación y rotura de la parte metálica del blanco.

## 7. REFERENCIAS

[1] M. L. Wilkins, C. F. Cline y C. A. Honodel, "Fourth Progress Report on Light Armour Program", Report UCRL-50694 Livermore, Lawrence Radiation Laboratory, Univ. of California, 1969. [2] R. L. Woodward, "A simple one-dimensional approach to modelling ceramic composite armour defeat", Int. Journal Impact Engn., Vol. 9, nº 4, pp. 455-474, 1990.

[3] P. C. den Reijer, "Impact on Ceramic Faced Armour", Ph. D. Thesis Delft, University of Technology Delft, The Netherlands, 1991.

[4] M. P. White, "Impact Force of a Rigid-Plastic Missile", Journal of Applied Mechanics, Vol. 51, pp. 102-106, 1984.

[5] Y. D. Yatteau, "Improved Multiple Plate Penetration Model for Spin-Stabilized Projectiles", Laboratories for Applied Mechanics, Denver Research Institute, Denver CO, USA, 1985.

[6] D. A. Shockey, A. H. Marchand, S. R. Skaggs, G. E. Cort, M. W. Burkett, R. Parker, "Failure Phenomenology of confined ceramic targets and impacting rods", Int. J. Impact Engng., Vol. 9, pp. 263-275, 1990.

[7] S. J. Bless, Z. Rosenberg, B. Yoon, "Hypervelocity penetration of ceramics", Int. J. Impact Engng., Vol. 5, pp. 165-171, 1987.

[8] M. Mayseless, W. Goldsmith, S. P. Virostek, S. A. Finnegan, "Impact on Ceramic Targets", Journal of Applied Mechanics", Vol. 54, pp. 373-378, 1987.

[9] R. G. O'Donnell, R. L. Woodward, W. A Gooch Jr., W. J. Perciballi, "Fragmentation of Alumina in Ballistic Impact as a Function of Grade and Confinement", Proceedings 12th Int. Symp. on Ballistics, San Antonio, USA, 1990.

[10] R. Cortés, C. Navarro, M. A. Martínez, J. Rodríguez, V. Sánchez-Gálvez, "Numerical Modelling of Normal Impact on Ceramic Composite Armours", Int. J. Impact Engng., Vol. 12, pp. 639-651, 1992.

[11] N. Perrone, P. Bhadra, "Simplified Large Deflection Mode Solutions for Impulsively Loaded Viscoplastic, Circular Membranes". Journal of Applied Mechanics", Vol. 51, pp. 505-509, 1984.

[12] W. Q. Shen, N. Jones, "Dynamic Response and Failure of Fully Clamped Circular Plates under Impulsive Loading". Int. J. Impact Engng., Vol. 13, pp. 259-278, 1993.

[13] J. Griffith, H. Vanzant, "Large Deformation of Circular Membranes Under Static and Dynamic Loading". 1st Int. Congress on Experimental Mechanics, New York, Paper 702, 1961.

[14] R. G. Teeling-Smith, G. N. Nurick, "The Deformation and Tearing of Thin Circular Plates Subjected to Impulsive Loads". Int. J. Impact Engng., Vol. 11, pp. 77-91, 1991.

## **ROTURA FRAGIL DE PMMA PROVOCADA POR ENTALLAS**

## F.J. Gómez, A. Valiente y M. Elices

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

**Resumen**. En este trabajo se presenta un estudio numérico y experimental de la rotura del polimetilmetacrilato en modo I a partir de entallas en ángulo, en las cuales se produce una singularidad de tensiones comparable a la que origina una fisura. Con los valores obtenidos se han determinado las singularidades que originan la rotura para diferentes ángulos de entalla. Comparando estas singularidades con la correspondiente a una fisura de igual profundidad, se han establecido los límites a partir de los cuales las diferencias no afectan a la condición de rotura.

Abstract. This paper deals with fracture conditions at V-notch specimens for a linear-elastic material. A numerical and experimental analysis of notched bend specimens was performed to study the stress singularities at fracture as a function of notch angle. The singularities are compared with the stress singularity of a crack of the same depth and the comparison is used for establishing the limits from which fracture loads are not modified by the differences between a crack and a V-notch.

#### 1. INTRODUCCION

En el caso de sólidos fisurados, la Mecánica de la Fractura ha desarrollado criterios de rotura basados en el carácter universal de los campos de tensiones y deformaciones que origina la fisura. Sin embargo, cuando en lugar de fisuras son entallas los defectos que debilitan el sólido, el principio básico para formular el criterio de rotura falla porque los campos de tensiones y deformaciones debidos a las entallas no tienen el carácter universal anterior.

Las entallas en arista viva provocan campos de tensiones y deformaciones singulares que han sido estudiados por diferentes autores [1, 2]. El carácter de la singularidad y por tanto la forma del campo tensional es función del ángulo de apertura de la entalla y del tipo de material. La solución correspondiente al caso elástico-lineal es conocida y se debe a Williams [1].

El objetivo de este estudio es encontrar un criterio de rotura aplicable a entallas en arista viva basado en la solución de Williams. Para ello, se ha llevado a cabo un programa de ensayos de rotura con entallas de este tipo en PMMA (polimetilmetacrilato), por ser un material con comportamiento elástico lineal hasta rotura. Además se han calculado numéricamente, por el método de los elementos finitos, los factores de intensidad de tensiones de la solución de Williams que corresponden a las probetas ensayadas.

## 2. SINGULARIDAD DE TENSIONES DEBIDAS A UNA ENTALLA EN ARISTA VIVA

La singularidad del campo de tensiones elástico en las proximidades de una entalla en arista viva fue estudiada por Williams [1], quien determinó el orden de la singularidad en función del ángulo de la entalla. Para solicitación en modo puro, los primeros términos del desarrollo en serie de los campos de tensiones y desplazamientos son de la forma:

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathrm{Kr}^{\lambda - 1} \mathbf{f}(\boldsymbol{\theta}, \lambda, \boldsymbol{\beta}) \tag{1}$$

$$\vec{u} = \frac{K}{2\mu} r^{\lambda} \vec{g} (\theta, \lambda, \beta, \nu)$$
(2)

donder y  $\theta$  son las variables de posición (figura 2),  $\beta$ el semiángulo de entalla (figura 2), v el coeficiente de Poisson y  $\mu$  el módulo de rigidez transversal;  $\lambda = \lambda(\beta)$ ,  $f(\theta, \lambda, \beta)$ ,  $\bar{g}(\theta, \lambda, \beta, v)$  son funciones universales para cada modo de solicitación (escalar, tensorial y vectorial respectivamente) y K es un factor de proporcionalidad que depende de la geometría del sólido, del tamaño de la entalla y del sistema de cargas aplicadas.

La dependencia de  $\lambda$  con el ángulo  $\beta$  para solicitación en modo I aparece en la figura 1.



Fig. 1. Relación entre  $\lambda$  y el ángulo  $\beta$ .

Los campos (1) y (2) incluyen el caso de una fisura. Haciendo  $\beta=0$ ,  $\lambda=0.5$  y K=K<sub>IC</sub> se reducen a las conocidas distribuciones de tensiones y desplazamientos correspondientes a una fisura bajo solicitación en modo I.

Para entallas con un mismo ángulo  $\beta$ , el factor K desempeña el mismo papel que el factor de intensidad de tensiones, K<sub>I</sub>, en una fisura, ya que determina la intensidad del estado tensional e introduce el efecto de la geometría y de las cargas. Por consiguiente, para un mismo ángulo de entalla, la condición de rotura será que el factor K alcance un valor crítico. A diferencia, pues, de la tenacidad de fractura, este valor crítico será función no sólo del material, sino también del ángulo de entalla. El factor K se puede hallar calculando numéricamente las tensiones y desplazamientos en las inmediaciones del vértice de la entalla, pero los inconvenientes de este método son los mismos que en el caso de K<sub>I</sub>. Por ello, Carpenter [3], apoyándose en el teorema de reciprocidad, ha desarrollado un método de cálculo mediante el cual K se determina a partir de una integral curvilínea independiente del camino de integración:

$$K = 2\mu\sqrt{\pi} \frac{\int_{\Gamma} (\boldsymbol{\sigma} \ \vec{n} \cdot \vec{u}^* - \boldsymbol{\sigma}^* \vec{n} \cdot \vec{u} \ )ds}{h(\beta, \nu)}$$
(3)

En esta expresión  $\vec{n}$  representa el versor normal a la curva de integración (figura 2),  $\sigma$  el tensor de tensiones,  $\vec{u}$ el vector desplazamiento y  $\sigma^*$ ,  $\vec{u}^*$  y h( $\beta$ ,v) son funciones definidas a partir de las soluciones (1) y (2) como:

$$\boldsymbol{\sigma}^* = \mathbf{r}^{-\lambda - 1} \mathbf{f} \big( \boldsymbol{\theta}, -\lambda, \boldsymbol{\beta} \big) \tag{4}$$

$$\vec{u}^{*} = \frac{r^{-\lambda}}{2\mu} \vec{g}(\theta, -\lambda, \beta, \nu)$$
 (5)

$$h(\beta, \nu) = \int_{-\alpha}^{\alpha} (f(\theta, \lambda, \beta) \vec{e}_r \vec{g}(\theta, -\lambda, \beta, \nu) - - f(\theta, -\lambda, \beta) \vec{e}_r \vec{g}(\theta, \lambda, \beta, \nu)) d\theta \quad (6)$$

siendo ē, el versor radial.



Fig. 2. Camino de integración.

Mediante este método se puede calcular K con suficiente precisión sin que sea necesaria la utilización de elementos singulares, ni tampoco un excesivo refinamiento de la malla en la entalla.

## 3. ENSAYOS DE ROTURA

El programa experimental ha consistido en la realización de ensayos de flexión hasta rotura con probetas entalladas en V. El material utilizado para confeccionar las probetas ha sido PMMA, un polímero transparente con comportamiento elástico y lineal hasta rotura. La tabla 1 indica las propiedades del metacrilato utilizado en los ensayos de rotura. Las constantes elásticas y la resistencia a tracción han sido determinadas mediante ensayos de tracción simple. La tenacidad de fractura, K<sub>IC</sub>, lo ha sido mediante el método de ensayo que establece la norma ASTM E399 [4] empleando probetas de flexión fisuradas.

Tabla 1. Propiedades mecánicas del PMMA.

Módulo de elasticidad: 2.69 GPa Coeficiente de Poisson: 0.4 Resistencia a tracción: 69 MPa Tenacidad de fractura,  $K_{IC}$ : 1.0 MPa  $\sqrt{m}$ 

La forma y dimensiones de las probetas empleadas en los ensayos de rotura puede verse en la figura 3.

Se han ensayado probetas con cuatro valores distintos del ángulo  $\beta$ :  $2\beta = 15^{\circ}$ ,  $30^{\circ}$ ,  $60^{\circ}$  y 90°. Para cada valor de  $\beta$  se han ensayado cuatro probetas. Las entallas se han mecanizado en taller con herramienta de corte convencional.

Los ensayos se han llevado a cabo en control de deformación a través de un extensómetro resistivo longitudinal, que, fijado en la cara inferior de la probeta, permitía medir la apertura de la entalla (CMOD). Además de esta magnitud, se ha registrado la carga aplicada a la probeta.



Fig. 3. Forma y dimensiones de las probetas.

Como característica común a todos los ensayos cabe señalar que la rotura se ha producido al propagarse de forma estable una fisura desde el fondo de la entalla.

Las curvas Carga-CMOD obtenidas pueden observares en la figura 4. Los resultados más significativos de los ensayos se resumen en la tabla 2. (Carga y CMOD al iniciarse la rotura y rigidez de la probeta) Tabla2. Resultados de los ensayos de rotura.

Angulo 2ß	Carga <sub>R</sub> (kN)	CMOD <sub>R</sub> (mm)	Rigidez (kN/mm)
15	0.19±2%	0.17±4%	1.16±2%
30	0.24±2%	0.20±2%	1.17±1%
60	0.21±2%	0.199±1%	1.08±1%
90	0.30±3%	0.30±3%	1.014±0.3%



Fig. 4. Relación Carga-CMOD.

75

## 4. DETERMINACION DE LAS TENSIONES EN LA ENTALLA

Para determinar por completo el estado tensional en las proximidades del vértice de la entalla es necesario calcular el factor K de la ecuación (1). Para ello se ha realizado una modelización de los ensayos de rotura por el método de los elementos finitos, utilizando el programa comercial ABAQUS, en su versión 5.2. [5]. Las hipótesis consideradas en el cálculo han sido material elástico-lineal, pequeñas deformaciones y deformación plana. Para representar las probetas se han utilizado mallas formadas por elementos cuadráticos convencionales de 6 y 8 nodos con tamaños comprendidos entre 25 µm de lado en las proximidades de la entalla, y 2.3 mm lejos de ella.



Fig. 5. Camino de integración en la malla de elementos finitos.

Para calcular el factor K se ha aplicado la ecuación (3), evitando así el efecto de los errores debidos a la utilización de elementos convencionales en la zona de singularidad de tensiones. La integral de la ecuación (3) se ha calculado sobre un cuadrado simétrico respecto al plano de simetría de la probeta, centro el vértice de la entalla y 0.2 mm de lado (figura 5).

 Tabla 3. Factores de intensidad de tensiones generalizados.

Angulo 2B	k/P	R <sub>num</sub> .	R <sub>exp</sub> .	
-	$(10^{3}m^{-1-\lambda})$	(kN/mm)	(kN/mm)	
15	2.5766	1.16	1.16	
30	2.6029	1.16	1.17	
60	2.7289	1.14	1.08	
90	3.0741	1.02	1.01	

Dado que el problema elástico modelizado es lineal, el factor K, en lo sucesivo factor de intensidad de tensiones generalizado, es proporcional a la carga aplicada a la probeta. Por ello en la tabla 3 aparecen los valores de dicho factor por unidad de carga, obtenidos para cada una de las probetas a partir de los resultados de la modelización numérica. Asimismo aparecen las rigideces

de las probetas, también obtenidas numéricamente, pero junto a ellas se han incluido las medidas en los ensayos de rotura a fin de comprobar la fiabilidad de los resultados numéricos.

## 5. ANALISIS DE RESULTADOS

El orden de la singularidad de tensiones que originan las entallas en arista viva, es decir, el exponente de la variable r en el campo de tensiones (1), así como la forma del propio campo, dependen del ángulo de entalla. Dado que cuando  $\lambda$  es igual a 1/2, el campo (1) se transforma en el correspondiente a una fisura, cabe pensar que para entallas con valores de  $\lambda$  próximos a 1/2, las diferencias en la singularidad de tensiones no afecten al criterio de rotura correspondiente a una fisura, y el valor crítico del factor de intensidad de tensiones generalizado sea independiente del ángulo de entalla y coincida con la tenacidad de fractura.

En principio la aproximación será válida hasta un cierto valor de  $\lambda$ , y a través de  $\lambda$  hasta un cierto valor del ángulo de entalla. Para determinar este ángulo hay que comparar el valor de los factores de intensidad de tensiones generalizados que producen la rotura de las probetas entalladas con la tenacidad de fractura del material.

El factor de intensidad de tensiones generalizado K es función de la forma de la solicitación y de la geometría, pero proporcional a la magnitud de las cargas aplicadas. Por tanto, para las probetas ensayadas podrá escribirse del siguiente modo:

$$K = \frac{P}{B^2} a^{1-\lambda} h\left(\frac{a}{b}, \beta\right)$$
(7)

siendo, a la profundidad de la entalla, b el canto y B el espesor de la probeta.

La expresión anterior con  $\beta=0^{\circ}$  y  $\lambda=1/2$ , corresponde a una fisura de profundidad a, y el factor K se transforma en el factor de intensidad de tensiones K<sub>I</sub>:

$$K_{I} = \frac{P}{B^2} a^{0.5} h\left(\frac{a}{b}, 0\right)$$
(8)

La condición de rotura a explorar es:

$$\mathbf{K} = \mathbf{K}_{\mathbf{IC}} = \mathbf{K}_{\mathbf{I}} \tag{9}$$

y por tanto sustituyendo (7) y (8) en (9) resulta:

$$\frac{P_{e}}{P_{f}} = a^{\lambda - \frac{1}{2}} \frac{h\left(\frac{a}{b}, 0\right)}{h\left(\frac{a}{b}, \beta\right)}$$
(10)

donde los subíndices e y f, añadidos a las cargas, indican que son cargas de rotura para probetas entalladas y fisuradas, respectivamente. En la figura 6 se compara la condición de rotura dada por (10) con los resultados experimentales de la tabla 2. La carga de rotura para probeta fisurada se ha deducido de la condición (9) empleando la tenacidad de fractura de la tabla 1 y la expresión del factor de intensidad de tensiones de la referencia [6].



Fig. 6. Carga de rotura frente al ángulo de entalla.

La figura 6 pone de manifiesto que la condición de rotura (10) se verifica hasta un ángulo de entalla de 60°, pero no así para un ángulo de 90°. Además para ángulos menores de 60° la carga de rotura coincide sensiblemente con la de una probeta fisurada.



Fig. 7. Variación de la singularidad con la distancia r.

En las figuras (7) y (8) se ha representado la variación de la singularidad de tensiones con la distancia y con el ángulo para una fisura, una entalla de  $60^{\circ}$  y otra de  $90^{\circ}$ . Las curvas correspondientes a la entalla de  $60^{\circ}$  marcan el límite a partir del cual las dos singularidades (entalla y fisura) son prácticamente iguales en cuanto a la condición de rotura. Las curvas correspondientes a la entalla de  $90^{\circ}$  se sitúan claramente fuera de este límite.

En cuanto al orden de la singularidad, el exponente  $\lambda$ , el límite de validez se sitúa en 0.49, es decir una diferencia del 1% respecto al exponente de las fisuras, igual a 0.5. Conviene señalar que para modo II el ángulo de la entalla correspondiente al valor de  $\lambda$  0.49 es de 3°, muy inferior a 60°. Por tanto un criterio de fractura basado en equiparar las singularidades de tensiones en una entalla en V y en una fisura, si el valor de  $\lambda$  es mayor que 0.49, sólo sería aplicable a probetas entalladas bajo solicitación en modo II para ángulos de entalla menores de 3°.



Fig. 8. Variación de la singulardad con el ángulo  $\theta$ .

# 6. CONCLUSIONES

En modo I de solicitación la singularidad de tensiones originadas por las entallas en arista viva con ángulo menor que 60° es muy similar al de una fisura de igual profundidad. Esto explica que de acuerdo con los resultados experimentales de este trabajo, la condición de rotura apenas varíe respecto al caso de una fisura.

La base de la similitud entre fisuras y entallas en forma de V está en el orden de la singularidad. En modo I los valores del exponente  $\lambda$  son muy similares para ángulos menores de 60 grados. En modo II la variación del exponente con el ángulo de entalla es mucho más acusada incluso para ángulos pequeños, por lo que un criterio de rotura basado en la identificación de las singularidades sólo puede proponerse para ángulos de entalla menores de 3°.

# 7. REFERENCIAS

- Williams M.L., "Stress singularities resulting from various boundary conditions in angular corners of plates in extension", Journal of Applied Mechanics. 19, 526-528 (1952).
- [2] Sih G.C. y Ho J.W., "Sharp notch fracture strength characterized by critical energy density", Theoretical

and Applied Fracture Mechanics. 16, 179-214 (1991).

- [3] Carpenter W.C., "Calculation of fracture mechanics parameter for a general corner", International Journal of Fracture. **24**, 45-58 (1984).
- [4] Norma ASTM E 399-83 "Standard Test Method for Plane-Strain Toughness of Metallic Materials" (1983)
- [5] Hibbitt H.D., Karlsson B.I. y Sorensen E.P. "ABAQUS User's Manual" Versión 5.2 (1992)
- [6] Tada H., Paris P. y Irwin G., "The stress analysis handbook", Del Research Corp., Hillertown, PA, USA, (1973).

## G.V. Guinea, M. Elices y J. Planas

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

**Resumen.** En este artículo se aborda el cálculo del factor de intensidad de tensiones para el ensayo de rotura por carga en cuña (wedge splitting test), que es un nuevo procedimiento de ensayo de fractura cada vez más utilizado. Se han ejecutado diferentes cálculos por elementos finitos y sus resultados se han combinado con las ecuaciones del comportamiento asintótico para grandes y pequeños tamaños de fisura. La objetividad de la malla y otros factores que pudieran perturbar el resultado han sido debidamente considerados.El resultado es un conjunto de ecuaciones sencillas y útiles del factor de intensidad de tensiones que permiten incorporar plenamente esta geometría al catálogo de ensayos de la Mecánica de la Fractura.

Abstract. This paper is concerned with the analysis of the stress intensity factor for the wedge splitting test, a new procedure for determining fracture properties. The stress intensity factor has been computed from numerical analysis by means of the finite element method. Mesh objectivity and some other factors afecting the computational precision have been taken into account. The numerical results have been combined with the asymptotic behaviour for very deep or very superficial cracks to obtain a wide range expression for the stress factor. The equations presented in this work bring the wedge splitting test to a new position among the standard fracture tests.

# 1. INTRODUCCIÓN

Existen en la actualidad diferentes métodos de ensayo para la medida de propiedades de fractura, siendo los más conocidos la viga en flexión, la probeta compacta y la probeta de doble viga en voladizo. Estos procedimientos estaban inicialmente ideados para el ensayo de materiales metálicos pero su uso se ha ido extendiendo a otros como los hormigones, las rocas y los cerámicos.

La necesidad de medir nuevas propiedades mediante la ejecución de ensayos estables más allá de la carga máxima (por ejemplo la energía específica de fractura) ha complicado notablemente la realización de los ensayos tradicionales, lo que ha propiciado la aparición de nuevas técnicas como el ensayo de rotura por cuña.

El ensayo de rotura por cuña fue propuesto por primera vez en 1986 por Linsbauer y Tschegg [1,2], y refinado posteriormente por Bruhwiler y Wittmann [3] y por Tschegg [4]. El procedimiento de ensayo se ilustra en la figura 1 y consiste en aplicar mediante una cuña metálica una fuerza separadora en la boca de una probeta entallada. El ensayo se realiza en posición vertical, apoyando la probeta en un soporte lineal situado en su base. Para minimizar los esfuerzos de fricción entre la cuña y los apoyos laterales se disponen dos líneas de rodillos de apoyo.



Durante el ensayo, la cuña penetra en la probeta propagando establemente la fisura generada en el fondo de la entalla inicial. Esta fisura crece hasta la base de la probeta, rompiéndola en dos mitades. Dos captadores miden en todo instante la fuerza vertical comunicada a la cuña, P, y la abertura de la entalla  $\gamma$ .



Entre las ventajas de este nuevo procedimiento están su estabilidad y la pequeña cantidad de material que necesitan sus probetas, cualidades que lo hacen idóneo para el ensayo de materiales frágiles. Además, este ensayo está bien adaptado para utilizar probetas de formas muy diferentes, incluso testigos de hormigón o roca (figura 2).

Pese a sus ventajas, el ensayo de rotura por cuña no puede incorporarse aún al conjunto de ensayos de fractura estándar por no existir valores tabulados del factor de intensidad de tensiones y de la abertura de la boca de la entalla (CMOD).

Este artículo aborda el cálculo del factor de intensidad de tensiones para la probeta prismática, que es la más utilizada. En los siguientes apartados se presentan los resultados del cálculo numérico para esta geometría y las ecuaciones de comportamiento límite para grandes y pequeñas fisuras. Como conclusión se propone una fórmula para el cálculo del factor de intensidad de tensiones.



Fig. 2. Diversos tipos de probetas para el ensayo de rotura por cuña

# 2. ANÁLISIS

La geometría que se analizó está representada en la figura 3. La fuerza transmitida por la cuña se simuló mediante una fuerza horizontal F, aplicada en unas piezas mucho más rígidas que la probeta. La componente vertical de la fuerza no se tuvo en cuenta ya que con los ángulos de cuña habituales ( $\approx 10^{\circ}$ ) su efecto es despreciable.

Las dimensiones del cajeado y de la pieza de transmisión se consideraron fijas, iguales a las utilizadas en el dispositivo patentado por Tschegg, a saber:

c = 30.0 mm p = 6.5 mm h = g = 20.0 mms = 20.0 mm f = 9.0 mm e = 4.5 mmAdemás se tomó una relación l/d igual a 1. Como variables de cálculo se eligieron la profundidad de fisura, *a*, y el tamaño de la probeta, *d*.



Fig. 3. Geometría de cálculo

El cálculo se realizó sin dimensiones, dividiendo todas las magnitudes geométricas por la profundidad del cajeado c. Para tener en cuenta la rigidez de la pieza de apoyo se supuso una relación 1:5 entre los módulos de elasticidad de la probeta y del apoyo, relación usual en probetas de hormigón y apoyos metálicos.

Los valores finales para el cálculo fueron los siguientes:

## parámetros fijos

s/c = 0.67	g/c = 0.67	h/c = 0.67
p/c = 0.22	e/c = 0.15	f/c = 0.30

parámetros variables

$$d/c = 1/c = desde 2.0 a 10.2$$

a/(d-c) = desde 0.04 a 0.96

Estos valores cubren todo el rango experimental de interés.

Los calculos se realizaron con el programa ANSYS®, utilizando elemento isoparamétricos de tres, cuatro y seis nodos y modelizando, por simetría, solo la mitad de la probeta. En la figura 4 se reproducen algunas de las mallas utilizadas. El extremo de la fisura se simuló con una roseta de seis elementos triangulares singulares cuyo tamaño fue siempre inferior a 1/8 de la longitud de la fisura.

Los resultados de estos cálculos se dan en la figura 5, en donde se representa el factor de intensidad de tensiones adimensional para diferentes tamaños de probeta frente a la profundidad de fisura.

Se realizaron en total 278 cálculos para diferentes tamaños y profundidades de fisura.



Fig. 4. Mallas utilizadas en el cálculo



Fig. 5. Valores del factor de intensidad de tensiones

## 3. FÓRMULAS DE INTERPOLACIÓN

Para realizar un buen ajuste de los valores de  $K_I$  obtenidos en el apartado anterior se tuvo en cuenta el comportamiento límite para fisura profunda y para fisura superficial.

# 3.1 Fisuras profundas

Cuando el tamaño de la fisura es muy grande y el ligamento es casi cero la situación es la representada en la figura 6, en la que los parámetros dominantes son el tamaño del ligamento y el momento por unidad de espesor aplicado a la probeta. En este caso el valor de  $K_I$  es [5,6]:

$$K_{I} = 3.975 \frac{M}{b\sqrt{b}}$$
(1)

con un error menor del 0.1%.

En nuestro caso el valor del momento es igual a:  $M = \frac{F(d-p)}{B}$ (2)

siendo B el espesor de la probeta y d y p las dimensiones mostradas en la figura 3. Sustituyendo (2) en (1) y utilizando variables adimensionales obtenemos:

$$\frac{K_{I}B\sqrt{c}}{F} = G_{1}(\frac{a}{dc}, \frac{d}{c}, \frac{p}{c}) =$$

$$= 3.975 \left(\frac{d}{c} - \frac{p}{c}\right) \left(\frac{d}{c} - 1\right)^{-3/2} \left(1 - \frac{a}{d-c}\right)^{-3/2} \qquad (3)$$

como ecuación válida para fisuras profundas.



Fig. 6. Cálculo de K<sub>I</sub> para fisuras profundas



Fig. 7. Cálculo de  $K_I$  para fisuras superficiales

## 3.2 Fisuras superficiales

Si el tamaño de la fisura tiende a cero, el factor de intensidad de tensiones se aproxima al de una fisura de borde, según se indica en la figura 7.

En este caso el factor de intensidad de tensiones depende exclusivamente de la profundidad de la fisura, a, y de la tensión local actuante en la zona  $\sigma$ , y su valor resulta [7]:

$$K_{I} = 1.122 \sigma \sqrt{\pi a}$$
(4)

Para calcular la tensión local  $\sigma$  de nuestro problema se realizó un análisis numérico mediante elementos finitos con las mismas mallas utilizadas para el cálculo de  $K_I$ , pero ahora sin introducir ninguna fisura. El resultado en función del tamaño de probeta se representa en la figura 8, y puede aproximarse con un error menor del 1% dentro del intervalo de cálculo por la expresión:



Si se sustituye (5) en (4) obtenemos el factor de intensidad de tensiones, que puede escribirse de manera adimensional como:

$$\frac{K_{I}B\sqrt{c}}{F} = G_{0}(\frac{a}{dc}, \frac{d}{c}) = (\frac{d}{c}-1)^{1/2} (1.6415 + 32.37(\frac{d}{c})^{-2} + 224.05(\frac{d}{c})^{-5}) (\frac{a}{d-c})^{1/2}$$
(6)

#### 3.3 Ajuste de una fórmula de interpolación

Las ecuaciones anteriores permiten obtener una fórmula de interpolación para calcular  $K_I$  en todo el rango de profundidades de fisura, desde a/(d-c) = 0 hasta 1. Para ello basta escribir  $K_I$  como una combinación lineal de las funciones  $G_I$  y  $G_0$  que dan los valores adimensionales de  $K_I$  para fisuras profundas y superficiales (ecuaciones (3) y (6) respectivamente):

$$\frac{K_{I}B\sqrt{c}}{F} = G_{0}\left(\frac{a}{dc}, \frac{d}{c}\right) H_{0}\left(\frac{a}{dc}, \frac{d}{c}\right) + G_{1}\left(\frac{a}{dc}, \frac{d}{c}\right) H_{1}\left(\frac{a}{dc}, \frac{d}{c}\right)$$
(7)

siendo  $H_0$  y  $H_1$  dos funciones de interpolación que deben ajustarse con los valores de  $K_I$  calculados numéricamente.

Para seleccionar las funciones de interpolación hemos tenido en cuenta las condiciones mínimas que deben cumplir en los extremos:

- H<sub>0</sub> = 1 y H<sub>1</sub> =0 para 
$$\frac{a}{dc}$$
 = 0 y cualquier  $\frac{d}{c}$   
- H<sub>0</sub> = 0 y H<sub>1</sub> =1 para  $\frac{a}{dc}$  = 1 y cualquier  $\frac{d}{c}$  (8)

lo que nos ha llevado a considerar las dos funciones siguientes:

$$H_{0} = (1 - \frac{a}{dc})^{3/2} [1 + (\frac{a}{dc})^{1/2} (\alpha_{0} + \frac{a}{dc})^{3/2} (1 + (\frac{a}{dc})^{1/2} (\alpha_{0} + \frac{a}{dc})^$$

En la Tabla 1 se recogen los valores de ajuste de los parámetros  $\alpha_0$ ,  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  y  $\alpha_3$ , en función del tamaño de probeta d/c. El ajuste se realizó con un número medio de 35 puntos por tamaño, equiespaciados en todo el intervalo de profundidades de fisura.

Los valores indicados en la tabla permiten calcular el valor de  $K_I$  con error menor del 2% respecto del cálculo numérico en todo en intervalo de profundidades de fisura. Además, el error disminuye al 1% si sólo se consideran fisuras con a/(d-c)>0.2.

d∕c	α0	α1	α2	αз
2.0	-2.036	5.646	-0.676	3.078
2.3	-2.045	5.599	-2.203	6.417
3.0	-1.939	5.116	-3.673	8.398
4.1	-1.698	3.798	-6.209	12.139
5.0	-1.510	2.670	-9.188	15.943
6.1	-1.457	1.933	-12.527	20.501
6.9	-1.402	1.454	-13.414	22.172
10.2	-1.613	1.296	-13.494	22.698

 Tabla 1. Valores de ajuste en función del tamaño de probeta

## 4. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

Los valores de  $K_I$  utilizados para el ajuste de la fórmula de interpolación propuesta en el apartado anterior son, como hemos visto, el resultado de cási trescientos cálculos por elementos finitos. Para asegurar la bondad de estos cálculos se tomaron ciertas precauciones respecto del tamaño máximo de los elementos de la malla y la inclusión de elementos singulares, según se ha descrito en apartados anteriores.

A falta de otros valores de  $K_I$  con los que comprobar los resultados obtenidos hemos optado por una comprobación indirecta realizando un cálculo por elementos finitos de una geometría similar bien conocida: la viga en flexión en tres puntos. En el cálculo hemos mantenido la misma forma, tipo, tamaño y número de los elementos utilizados en la zona de la fisura y en sus alrededores.

La figura 9 reproduce el error en  $K_I$  obtenido con el cálculo respecto a los valores publicados por Srawley [8]. Como vemos en la figura los valores de ambos cálculos son prácticamente idénticos.



**Fig.9.** Comparación de los resultados de Srawley [8] con el cálculo por elementos finitos. El error se define como (K<sub>I elem.finitos</sub>-K<sub>I Srawley</sub>)/K<sub>I Srawley</sub>
Los resultados mostrados en esta figura permiten tener cierta confianza en la precisión de los datos numéricos calculados para la probeta de rotura por cuña y en la fórmula de interpolación ajustada.

Como resumen y conclusión de este trabajo podemos afirmar que se ha obtenido por vez primera para la probeta de rotura por cuña una expresión de amplio rango para el factor de intensidad de tensiones, lo que permitirá en el futuro extender y universalizar el uso de este tipo de geometría para la medida de propiedades de fractura.

## 5. REFERENCIAS

- Linsbauer, H.N. and Tschegg, E.K., "Fracture energy determination of concrete with cube-shaped specimens", Zement und Beton, 31, 38-40 (1986)(in German)
- [2] Tschegg, E.K. and Linsbauer, H.N., "Test method for the determination of fracture mechanics properties", Patent Specification No. A-233/86 390 328, Austrian Patent Office (1986)(in German)
- [3] Bruhwiler, E. and Wittmann, F.H., "The wedge splitting test: A method of performing stable fracture mechanics tests", Engineering Fracture Mechanics, 35, 117-125 (1990)
- [4] Tschegg, E.K., Patent Specification No. A-408/90, Austrian Patent Office (1990)
- [5] Wilson, W.K., "Stress intensity factors for deep cracks in bending and compact tension specimens", Engineering Fracture Mechanics, 2, 169 (1970)
- [6] Benthem, J.P. and Koiter, W.T., "Asymptotic approximations to crack problems, Chap.3 in Methods of Analysis of Crack Problems (G.C. Shih Ed.), Noordhoff International Publishing (1972)
- [7] Paris, P.C., and Shih, G.C., "Stress analysis of cracks", ASTM STP 381, pp. 30-81 (1965)
- [8] Srawley, J.E., "Wide range stress intensity factor expressions for ASTM E399 standars fracture toughness specimens", International Journal of Fracture, 12, 475-476 (1976)

## 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología y a la Dirección General de Investigación Científica y Técnica la ayuda recibida a través de los proyectos de investigación MAT94-0120-C03 y PB93-0031.

## NUEVA EXPRESIÓN DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES PARA LA PROBETA DE FLEXIÓN EN TRES PUNTOS

#### J. Y. Pastor, G. V. Guinea, J. Planas, y M. Elices

### Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid ETSI de Caminos, Canales, y Puertos. Ciudad Universitaria, s.n. 28040-Madrid

**Resumen.** El objetivo del presente artículo es presentar una expresión general del factor de intensidad de tensiones en probetas entalladas de felexión en tres puntos, válida para cualquier que sea la relación luzcanto y entalla-canto. Para su cálculo se ha aplicado el principio de superposición a los resultados analíticos ya conocidos para esta geometría. Los valores obtenidos se han comparado con otros procedentes de la literatura y con resultados própios obtenidos de una modelización por elementos finitos, siendo el acuerdo, en general, muy bueno. La sencillez e intervalo dde validez de las ecuación obtenida la hacen de gran utilidad a la hora del análisis de fractura de los materiales.

**Abstract:** This article presents a general expression for the stress intensity factor of three point bending specimens, valid for any span-depth and notch-depth relations. This expression has been computed by applying the superposition method to analytical values, compiled from the literature for this geometry. The results obtained has been widely compared with the fitting obtained for other authors, and own results from a finite elements' modelization. The agreement is excellent in general. The simplicity and range of application of the proposed equation make it very useful for the fracture analysis of materials.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las vigas entalladas de flexión en tres puntos se utilizan ampliamente en la caracterización en fractura de todo tipo de materiales debido a la facilidad de su mecanizado, la sencillez del ensayo, la poca cantidad de material empleado y la simplicidad del análisis de los resultados. Las probetas se diseñan habitualmente con una relación luz-canto (S/D) igual a cuatro de acuerdo con las normas [1], y eventualmente con una relación S/D igual a ocho. No obstante, hay situaciones donde para mejorar la estabilidad del ensayo, ahorrar material, o por cualquier otro tipo razones, es necesario utilizar otras relaciones luz-canto. En ese caso, hay muy poca información disponible en la literatura acerca de expresiones para el factor de intensidad de tensiones (FIT). En estae artículo se calcula el FIT de vigas en flexión en tres puntos válidas para cualquier relación luz-canto y cualquier profundidad de fisura, a.

El factor de intensidad de tensiones en probetas de flexión en tres puntos (TPB) con cualquer relación luzcanto se puede obtener utilizando el principio de superposición. Si partimos de una probeta TPB, con una cierta relación S/D (por ejemplo cuatro), de la que conozcamos su FIT, podemos obtener el FIT para cualquier otra relación S/D sin más que superponer a la primera expresión su complementaria de flexión en cuatro puntos (FPB), hasta obtener la probeta TPB requerida. Donde el FIT para probetas FPB es bien conocido ya que es el caso de flexión pura. En este proceso, es particularmente interesante tratar de obtener el FIT para flexión en tres puntos mediante una expresión de tipo polinómico, ya que entonces, como se mostrara en una segunda parte de este artículo [2], se puede utilizar esta ecuaciión para determinar la flexibidad de la geometría TPB por integración directa.

La única exigencia para la obtener un resultado totalmente general es partir de ajustes del FIT en forma polinómica, que tengan una gran precisión, y sean válidas en todo el intervalo de  $\alpha$ =a/D (de 0 a 1).

## 2. FIT EN FLEXIÓN EN TRES PUNTOS CON S/D=4

El ajuste para la determinación del FIT de probetas TPB con una relación S/D=4 realizado por Srawley [3], y recogido por Tada [4], puede servirnos de base en nuestro cálculo. No obstante, esta expresión presenta un pequeño error no mencionado en la bibliografía. Cuando se hace tender a cero la longitud de entalla, entonces el FIT adimensonalizado  $\frac{K_I D^{3/2}}{6 M} \frac{(1-\alpha)^{3/2}}{\alpha^{1/2}}$  (donde K<sub>I</sub> es el factor de intensidad de tensiones, M es el momento flector a que está sometida la probeta y  $\alpha$  es a/D) de una probeta sometida a flexión pura debe tender a 1.9887 [5]. Entonces, cuando utilizamos una probeta TPB con dimensiones finitas se debe introducir una corrección debido a la perturbación local en la distribución de tensiones que introduce la carga puntual aplicada en los apoyos (ver por ejemplo Timoshenko [6]). Esta corrección hace que la tensión máxima,  $\sigma_0$ , que soporta la viga se vea corregida según la ecuación:

$$\sigma = \sigma_0 \left(1 - 0.133 \ \frac{4}{3} \ \frac{D}{S}\right)$$
(1)  
donde  $\sigma_0 = \frac{P S}{4}$ , P es la carga aplicada, y  $\sigma$  es la

tensión máxima a la que está sometida una viga TPB de dimensiones finitas sometida a la misma carga. De esta forma el factor 1.9887 se transforma en 1.9446 para S/D=8, y en 1.9001 para S/D=4. El primer valor coincide con el valor para S/D=8 de Brown [7]. Sin embargo, el valor límite del ajuste de Srawley para una TPB con S/D=4 es 1.9887, lo que, como se ha visto, es incorrecto.

A fin de subsanar este pequeño error, del orden del 3%, pero significativo cuando se trabaja con valores pequeños de entalla, se han tomado los puntos originales calculados analiticamente por Srawley [3], y se ha modificado el valor correspondiente del FIT para cuando a/D=0. Con los valores corregidos (Tabla 1) se ha hecho un nuevo ajuste utilizando un polinomio similar al empleado por Srawley [3], de forma que se obtiene que:

$$F_{1}(\alpha) = (1-\alpha)^{3/2} Y_{1}(\alpha) = \frac{K_{11} D^{3/2}}{6 M} \frac{(1-\alpha)^{3/2}}{\alpha^{1/2}}$$
(2)  
$$F_{1}(\alpha) = \frac{m_{11} - \alpha(m_{12} + m_{13} (1-\alpha) + m_{14} (1-\alpha)^{2} + m_{15} (1-\alpha)^{3})}{(1+2\alpha)}$$

siendo los coeficientes obtenidos  $m_{11}$ ,  $m_{12}$ ,  $m_{13}$ ,  $m_{14}$ , y  $m_{15}$  los se muestran en la Tabla 2.

**Tabla 1.** FIT adimensinalizado según los puntos originales de Srawley,  $F_0$ , para probetas TPB con S/D=4, estos valores corregidos en el origen, F'<sub>0</sub>, y los resultados del análisis de los autores,  $F_1$ .

	Val	lues of F	(α)	
a/D	F <sub>0</sub>	F'o	F <sub>1</sub>	100 $(1 - F'_0/F_1)$
0.0	1.9887	1.9001	1.9001	0.002
0.2	1.2522	1.2522	1.2519	- 0.017
0.3	1.0863	1.0863	1.0870	0.065
0.4	0.9723	0.9723	0.9716	- 0.070
0.5	0.8862	0.8862	0.8864	0.017
0.6	0.8198	0.8198	0.8201	0.033
0.7	0.7670	0.7670	0.7669	- 0.017
1.0	0.6630	0.6630	0.6630	0.002

En nuestro ajuste el error maximo frente a los puntos originales corregidos, F'<sub>0</sub>, es menor de  $\pm 0.07\%$  (Tabla 1) para a/D en el intervalo de 0 a 1, frente al  $\pm 0.2\%$  obtenido por Srawley [3].

## 3. FIT EN FLEXIÓN PURA

Ajustes de gran precisión para el FIT para vigas en flexión pura se pueden encontrar fácilmente en distintas obras de referencia de mecánica de fractura [4, 6]. No obstante, estas expresiones no son siempre válidas para todo valor de a/D, o bien son ajustes de tipo trigonométrico, como el propuesto por Tada [4], que luego resultan dificiles de integrar y operar. Dada esta situación se ha optado por tomar los puntos calculados

por algún método analítico de gran precisión y realizar nuestro propio ajuste.

Tabla	2.	Coe	ficien	ites	del	ajuste	(2)	de	los	valc	res
de Srav	vley	[3]	para	el	FIT	adim	iens	ion	aliz	ado	en
probetas	s TPB	con	S/D=	4 re	ealiz	ado po	r los	s au	tore	s.	

Coeficiente	$F_1(\alpha)$	Error (%)
m <sub>11</sub>	1.9001	0.0003
m <sub>12</sub>	-0.08893	0.0009
m <sub>13</sub>	0.60259	0.02
m <sub>14</sub>	-0.4411	0.08
m <sub>15</sub>	1.2227	0.07

De los muchos estudios realizados para la determinación del FIT en esta geometría se ha elegido el de Bethem [5] por considerarse, a juicio de los autores, el más completo. En la referencia [5] se puenden encontrar valores de FIT, calculados por un método asintótico de gran precisión, en función de  $\alpha$  desde 0 hasta 1 en incrementos de 0.05. Los cálculos realizados por otros autores [8-11] dan resultados similares (Tabla 3), pero que sin embargo no cubren todo el intervalo de variación de  $\alpha$ , o lo hacen en incrementos de 0.10 en lugar de 0.05.

En la Fig. 1 y en la Tabla 3 se muestran los puntos analíticos originales del FIT adimensionalizado obtenidos en los estudios menciados anteriormente, así como los ajustes de Munz [7], de Tada según un polinómio de cuarto grado [4] (este ajuste se debe originalmente a Brown [8]), y Tada con funciones trigonométricas [4]. La expresión tomada para el FIT adimensionalizado en este caso es:

$$F(\alpha) = (1-\alpha)^{3/2} Y(\alpha) = \frac{K_{\rm I} D^{3/2}}{6 M} \frac{(1-\alpha)^{3/2}}{\alpha^{1/2}}$$
(3)

donde  $Y_2(\alpha)$  es un factor que sólo depende de la geometría de la probeta.

Ahora tomaremos los valores analíticos obtenidos por Bethem y Koiter [5], y los ajustaremos por un polinómio de cuarto grado, similar al empleado para el ajuste del FIT en probetas TPB con S/D=4

$$F_{2}(\alpha) = \frac{K_{12} D^{3/2}}{6 M} \frac{(1-\alpha)^{3/2}}{\alpha^{1/2}}$$
(4)  
$$F_{2}(\alpha) = \frac{m_{21} - \alpha(m_{22} + m_{23}(1-\alpha) + m_{24}(1-\alpha)^{2} + m_{25}(1-\alpha)^{3})}{(1+2\alpha)}$$

Los coeficientes obtenidos en el ajuste se pueden ver en la Tabla 4. El acuerdo de nuestro ajuste con los puntos originales es muy bueno tal y como se aprecia en la Fig. 2. En la Fig. 3 se presenta la diferencia relativa —100 (1–F/F<sub>2</sub>), siendo F el FIT adimensionalizado de otros autores para flexión pura— entre nuestro ajuste y los puntos originales de Bethem menor del  $\pm 0.29\%$  en el peor de los casos.

				Valores	de F(a/D)				
a/D	Tada [4]	Tada [4]	Munz	Brown	Srawley	Gross	Bethem	Bueckner	Este
	trigonométrico	polinómico	[7]	[8]	[9]	[10]	[5]	[11]	artículo
1.00	1.988	1.988	1.988		1.989	1.990	1.989		1.988
0.05	1.758	1.754	1.773	1.757		1.757	1.755	1.763	1.760
0.10	1.575	1.579	1.601	1.581	1.585	1.581	1.577	1.583	1.580
0.15	1.430	1.444	1.460	1.447		1.446	1.437	1.442	1.437
0.20	1.313	1.335	1.345	1.337	1.339	1.338	1.324	1.332	1.322
0.25	1.218	1.244	1.249	1.246		1.246	1.228	1.243	1.227
0.30	1.140	1.165	1.167	1.167	1.167	1.166	1.150	1.167	1.148
0.35	1.073	1.095	1.098	1.097		1.097	1.081	1.101	1.081
0.40	1.017	1.035	1.038	1.036	1.039	1.037	1.023	1.040	1.023
0.45	0.968	0.982	0.985	0.983		0.984	0.973	0.985	0.973
0.50	0.924	0.937	0.938	0.937	0.938	0.938	0.927	0.934	0.929
0.55	0.886	0.896	0.896			0.897	0.888		0.889
0.60	0.851	0.856	0.859		0.858	0.856	0.853		0.854
0.65	0.820		0.824				0.821		0.822
0.70	0.791		0.793		0.794		0.791		0.792
0.75	0.765		0.765				0.766		0.765
0.80	0.741		0.740		0.743		0.741		0.740
0.85	0.719		0.717				0.720		0.717
0.90	0.699		0.696				0.698		0.697
0.95	0.680		0.678				0.681		0.679
1.00	0.663		0.663		0.663		0.663		0.663

Tabla 3. FIT adimensionalizado para vigas en flexión pura obtenido por distintos autores [4-5, 7-11].



Fig. 1. FIT adimensionalizado para flexión pura. Puntos originales [5, 8-11] y los ajustes de [4, 7].



Fig. 2. FIT adimensionalizado para flexión pura. Puntos originales de Bethem and Koiter [5] frente al ajuste de los autores, de Tada trigonométrico y polinómico [4], de Munz [7], y por elementos finitos (MEF).

**Tabla 4.** Coeficientes del ajuste (4) de los autores a partir de los puntos originales de Bethem and Koiter [5] para el FTT adimensionalizado en flexión pura

Coeficiente	$F_2(\alpha)$	Error (%)
m <sub>21</sub>	1.9890	0.0003
m <sub>22</sub>	-0.00013	0.0009
m <sub>23</sub>	0.45	0.02
m <sub>24</sub>	-0.46	0.08
m <sub>25</sub>	1.23	0.07

A fin de contrastar los resultados obtenidos se han representado en la Tabla 3 y en la Fig. 3 los resultados de nuestro ajuste frente a los de Munz y los dos de Tada. Se puede ver que las diferencias son mínimas. En esta figura también se muestran los resultados del FIT adimensionalizado obtenidos a partir de un cálculo por elementos finitos (MEF) realizado con ANSYS 5.0 para una probeta TPB con relación S/D=16 (esta situación debería de estar ya muy cerca del caso límite que es el de flexión pura). La malla empleada presenta 100 elementos sobre la línea de propagación de la grieta. Los elementos empleados son de tipo isoparamétricos de 3 y 4 nodos, utilizandose una roseta de elementos triangulares alrededor del fondo de fisura a fin de aumentar la precisión del cálculo. Nótese en la Fig. 3 que los resultados del ajuste por MEF quedan ligeramente por debajo de nuestro ajuste para flexión pura ---esto era de esperar ya que la flexión pura es el caso límite--- y que nuestro ajuste queda ligeramente por debajo del de Munz y el polinómico de Tada.

En la Fig. 3 también se representa la diferencia relativa entre los resultados de nuestro ajuste frente a los ajustes por MEF (desviación máxima 1.9% y mínima 0.31%), de Munz (desviación máxima 0.11% y mínima -1.79%), y de Tada (desviación máxima 0.70% y mínima -0.25%). En ambos casos las diferencias son pequeñas, si bien son más importantes frente al MEF, ya que este método presenta menor precisión.

## 4. EXPRESIÓN GENERAL PARA EL FIT EN FLEXIÓN EN TRES PUNTOS

Como se explicó en la introducción el momento flector, M, de una probeta TPB con una relación luz-canto cualquiera puede expresarse como la suma del momento,  $M_1$ , de una probeta TPB con relación S/D igual a 4, más el momento flector,  $M_2$ , de su probeta FPB complementaria. De forma que se verifica que:

$$M = M_1 + M_2 = \frac{PS}{4}$$
 (5)

donde  $M_1 = 4 M \frac{D}{S} = 4 M \beta$  (6)

$$M_2 = M\left(1 - 4\frac{D}{S}\right) = M(1 - 4\beta)$$
(7)

y se denota por  $\beta$  a la fracción D/S.

Ahora, haciendo uso del principio de superposición (suponemos que estamos en medios elásticos y lineales,

y que los apoyos están suficientemente alejados como para que no influyan de forma significativa en la zona de fractura) podemos aproximar el FIT para una probeta TPB con cualquier relación S/D ó a/D por:

$$K_{I} = K_{I,1} + K_{I,2}$$
 (8)

donde  $K_{I,1}$  es el FIT para una probeta TPB con  $\beta = 0.25$ , que se ha tomado de la expresión (2) ajustada de los puntos analíticos de Srawley [3] corregidos. Mientras que  $K_{I,2}$  es el FIT de la probeta FPB complementaria, que: se ha tomado de ajuste (4) realizado anteriormente para los puntos de Bethem [5]. Conviene recordar en este momento que ambas expresiones,  $Y_1 e Y_2$ , fueron calculadas para todo valor de  $\alpha$  ( $0 \le \alpha \le 1$ ), con una precisión mejor del 0.3%.

De esta forma el FIT que nos interesa sw puede escribirse como:

$$K_{I}(\alpha,\beta) = \frac{6}{D^{3/2}} \alpha^{1/2} \{ M_{1}Y_{1}(\alpha) + M_{2}Y_{2}(\alpha) \}$$
(9)

y sustituyendo (2) y (4) en (9) obtenemos que tras operar el FIT viene dado por:

$$K_{I}(\alpha, \beta) = \frac{6}{D^{3/2}} P S \alpha^{1/2} \{\beta Y_{1}(\alpha) + \mu Y_{2}(\alpha)\}$$
$$K_{I}(\alpha, \beta) = \frac{6}{D^{3/2}} P S \alpha^{1/2} Y(\alpha, \beta)$$
(10)

 $\cos \mu = (1 - 4 \beta)/4.$ 

O bien en forma adimensionalizada como:

$$F(\alpha, \beta) = (1-\alpha)^{3/2} Y(\alpha, \beta) = \frac{K_{\rm I} D^{3/2}}{6 M} \frac{(1-\alpha)^{3/2}}{\alpha^{1/2}} (11)$$

Si sustituimos ahora los valores de todos los coeficientes y operamaos, la expresión general que se obtiene para el SIF adimensionalizado para una probeta TPB para cualquier  $\beta$  y  $\alpha$  dados, se puede escribir ahora en forma compacta como un polinomio de cuarto grado del tipo:

$$K_{I}(\alpha,\beta) = \frac{3SP\alpha^{1/2}}{2D^{3/2}} \left( \frac{A - \alpha B + \alpha^{2}C - \alpha^{3}D + \alpha^{4}E}{(1 - \alpha)^{3/2} (1 + 2\alpha)} \right) (12)$$

donde  $0 \le \alpha \le 1$ , y  $\beta > 0.5$  (esta última condión es necesaria para que siga siendo aplicable el principio de superposición empleado en la deducción y que, obviamente, queda limitada su aplicación cuando el canto, D, es similar a la luz entre apoyos, S).

Los coeficientes A, B, C, D y E, son constantes que dependen de la relación luz-canto. En la Tabla 5 se muestra el valor de estos coeficientes para S/D = 2.5, 4, 8, 10, 16, flexión pura ( $\beta$ =0), y el caso generial, en función de  $\beta$ .



Fig. 3. FIT adimensionalizado para flexión pura. Puntos originales de Bethem and Koiter [5], ajustes de Tada [3] y Munz[7], y puntos obtenidos por MEF, frente a nuestro ajuste.

**Tabla 5.** Valores de los coeficientes del polimómio de ajueste del SIF adimensionalizado para S/D = 2.5, 4, 8, 10, 16, fllexión pura ( $\beta$ =0) y el ajuste generico en función de  $\beta$ .

β	A	B	С	D	·· E
0.400	1.847	-1.342	3.494	-3.230	1.220
0.250	1.900	-1.295	3.389	-3.227	1.223
0.125	1.945	-1.256	3.300	-3.225	1.224
0.100	1.953	-1.248	3.283	-3.224	1.224
1/16	1.967	-1.236	3.256	-3.223	1.225
0	1.989	-1.217	3.212	-3.222	1.226
General	1.989 -	-1.217 -	3.212 +	-3.222 -	1.226 -
	0.356 β	0.315 β	0.705 β	0.020 β	0.015 β

En la Fig. 4 se muestran las curvas del FIT de flexión en tres puntos para  $\beta$ =0.4, 0.25, 0.125, y 0.0625, así como el caso de flexión pura. Es interesante observar como en la expresion obtenida, cuando  $\alpha$ =0, F(0,  $\beta$ ) tiende a 1.989 al hacerse  $\beta$  igual a cero. Se puede ver como a partir de  $\beta$ =0.1 (S/D=10) las diferencias respecto del caso límite —flexión pura— son menores al 2%.



Fig. 4. FIT adimensionalizado para flexión en tres puntos obtenido por el ajuste ajuste de los autores en función para S/D = 2.5, 4, 8, 16 y flexión pura.

Al igual que se hizo en el apartado anterior se ha realizado una modelización por elementos finitos del

problema para probetas TBP con S/D=2.5 y 4. Los resultados del FIT adimensionalizado por este método se compararon con los obtenidos por nuestro método de superposición, con los de otros autores, y con el caso de flexión pura, tal y como se muestran en las Figs. 5 y 6. En la Fig. 5 se han representado los resultados de nuestro ajuste para S/D=2.5 frente a los dados por el ajuste a partir de cálculos por elementos finitos de Gettu et al. [12], los de la modelización de los autores, y los obtenidos para flexión pura. La Fig. 6 muestra los resultados de nuestro ajuste para S/D=4 frente a los dados por el ajuste de Srawley [3], los del MEF para esta geometría y los obtenidos para flexión pura. Se puede ver que las diferencias respecto a la ecuación prouesta son en todos ambos casos pequeñas (por debajo del 1%), siendo el acuerdo, en general, muy bueno. Las mayores discrepancias aparecen respecto al MEF cerca de los calores extremos de  $\alpha$  ( $\alpha=0$  y  $\alpha=1$ ), donde los resultados del MEF parecen diverger de nuestra solución y de la dada por otros autores. Una salvedad cabe a todo este razonamiento, y son las ligeras diferencias que aparecen entre nuestros cálculos y el ajuste propuesto por Gettu et al. [12]. Hay que recordar que en este caso los puntos obtenidos para realizar el ajuste proceden de una modelización por elemento finitos de la que no tenemos datos (no aparecen en el artículo), y que por tanto puede estar afectada de cierto error.



Fig. 5. FIT adimensionalizado para S/D=2.5 de Gettu [12], Pastor et al., y MEF frente a flexión pura.



Fig. 6. FIT adimensionalizado para S/D=4 de Srawley [4], Pastor et al., y MEF frente a flexión pura.

- 5. CONCLUSIONES
- Se ha detectado un error el el factor de intensidad de tensiones (FIT) para flexión en tres puntos (con relación luz-canto igual a cuatro) dado por Srawley [3]. El error se ha subsanado y se ha propuesto un nuevo polinómio de cuarto grado que proporciona un ajuste óptimo con error menor de ±0.07% respecto a los puntos originales.
- 2. Se ha propuesto una nueva expresión de ajuste para el el FIT en flexión pura. La ecuación obtenida es un polinómio de cuarto grado, que utiliza como puntos de referencia los dados por Bethem & Koiter [5], y que presenta un error en el ajuste menor del 0.29% para toda longitud de grieta.
- 3. Empleando el Principio de Superposición se ha obtenido una expresión totalmente general del FIT para flexión en tres puntos que es válida en cualquier relación luz-canto y longitud de grieta. Además, como esta expresión es de tipo polinómico, resulta fácilmente integrable de forma que se podría obtener la flexibilidad de estas probetas de forma relativamente sencilla, tal y como se muestra en la referencia [2].
- 4. La confianza en la corrección del método empleado para el cálculo del FIT de probetas TPB se deriva de varias comparaciones. El resultado se ha contrastado para varias relaciones de luz-canto con los resultados de una modelización por elementos finitos. Como verificación adicional también se compararón nuestros resultados con los obtenidos por otros investigadoresores. El acuerdo, en general, fue más que aceptable para cualquier relación a/D y D/S. No obstante, son necesarias comprobaciones futuras para confirmar la validez de nuestros resultados con toda generalidad.

#### 6. **BIBLIOGRAFIA**

 "Standard test method for J<sub>IC</sub>, a measure of fracture toughness". ASTM standard E813-88.
 1988 Annual Book of ASTM Standards, vol. 03.01, p. 689-712. American Society for Testing and Meterials, Philadelphia, PA (1988).

- [2] Pastor, J. Y., Guinea, G. V., Planas, J. and Elices, M. "Expresión general para la flexibilidad y su función inversa en pprobetas de flexión en tres puntos". Se publicará.
- [3] Srawley, J. E., "Wide Range Stress Intensity Factor Expressions for ASTM E399 Standard Fracture Toughness Specimens". STP 601, 559, 1976. Philadelphia, PA, ASTM.
- [4] Tada, H., Paris, P. C., and Irwin, G. R., "The stress analysis of cracks handbook". Ed. Paris Productions Incorporated, Del Research Corp., St. Louis, Missouri, USA, 1985.
- [5] Bethem, J. P., and Koiter, W. T., "Asymtotic Approximations to Crack Problems". Chapter 3 in Mechanics of Fracture; 1 Methods of Analysis of Crack Problems", p. 131-178. Edited by G. C. Sih, Noordhoff International Publishing, Leyden, The Netherlands (1973).
- [6] Timoshenko, S. and Goodier J. N., "Teoría de la Elasticidad", Ediciones Urmo, Bilbao (1972).
- [7] Munz, D., and Fett, T., "Mechnisches Verhalten Keramischer Werkstoffe". Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg (1989).
- [8] Brown, W. F., and Srawley J. E. "Plane Strain Crack Testing of High Strength Metallic Materials". ASTM Special Technical Publication, No. 410, p. 1-30, (1966).
- [9] Srawley, J. E., and Gross, B., "Side-Cracked Plates Subject to Combined Direct and Bending Forces". Crack and Fracture, STP 601, p. 559-579, Philadelphia, PA, ASTM (1976).
- [10] Gross, B. and Srawley, J. E. "Stress-Intensity Factors for Single-Edge-Notch Specimens in Bending or Combined Bending and Tension by Boundary Collocation of a Stress Function". Technical Note D-2603, NASA, p. 1-15 (1965).
- [11] Bueckner, H. F., "Weight Functions for the Notched Bar". ZAMM, 51, p. 97-109 (1971).
- [12] Gettu, R., Bazant, Z. P., and Karr, M. E., "Fracture properties and britleness of highstrength concrete". ACI Materials Journal, 87 (6), 608-618 (1990).

## **AGRADECIMIENTOS**

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT) y a la Dirección General de Investigación Científica y Tecnológica (DGICYT) por la financiación aportada para la realización de esta investigación a través de los proyectos MAT94-0120-C03-03, MAT94-1527-E, y PB93-0031.

## PREDICCIÓN DEL ÁNGULO DE PROPAGACIÓN DE UNA GRIETA SITUADA EN UN RECUBRIMIENTO

#### C. Blanco, J.M. Martínez Esnaola y J.M. Bastero

## Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Universidad de Navarra, P. Manuel Lardizábal 13, 20009 San Sebastián

у

## Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT), P. Manuel Lardizábal 15, 20009 San Sebastián

**Resumen.** Se estudia el problema de la predicción de la dirección de propagación de una grieta situada en el recubrimiento de un material semi-infinito. La orientación de la grieta respecto de la intercara es arbitraria y se considera el caso más general de anisotropía elástica en ambos materiales. Modelizada la grieta como una distribución de dislocaciones en el recubrimiento, se obtienen los campos de tensiones en las proximidades de la punta de la grieta en función de la distribución calculada. Utilizando los criterios de máxima tensión circunferencial (MTS) y máxima tensión principal (MTPS) basados en el campo de tensiones existentes antes de la iniciación de la fractura, se analiza la influencia de la inclinación y longitud de la grieta así como de su distancia a la intercara en el ángulo de propagación.

Abstract. The problem of predicting the propagation angle of a crack lying in the coating of a semi-infinite substrate is considered. The crack makes an arbitrary angle with respect to the interface, and the most general case of elastic anisotropy is assumed for both materials. The coating crack is modelled as a continuous distribution of dislocations from which the stress field in the neighbourhood of the crack tip is obtained. The maximum tangential stress (MTS) and maximum tangential principal stress (MTPS) criteria, based on the existing stress field prior to crack extension, are used to analyse the influence of a number of parameters, such as crack length and orientation and distance to the interface, on the initial propagation angle.

#### 1. INTRODUCCIÓN

Atkinson y Eftaxiopoulos [1] obtuvieron la solución elástica para una dislocación situada en un bimaterial anisótropo infinito en el que los campos de desplazamientos dependen únicamente de dos componentes  $-u_k = u_k(x_1, x_2)$ . Modificando esta solución, en trabajos anteriores obtuvimos los campos de tensiones de una dislocación situada en un recubrimiento de un material semi-infinito y la aplicamos para modelizar una grieta en el recubrimiento como una distribución continua de dislocaciones [2]. Un breve resumen de esta solución se encuentra en la sección 2.

En la sección 3 se obtienen los campos de tensiones en las proximidades de la punta de la grieta como función de los valores que toma la distribución de dislocaciones calculada en la punta de la grieta.

Estos campos se utilizan para la predicción del ángulo de propagación mediante los criterios de máxima

tensión circunferencial (MTS) y máxima tensión principal (MTPS). En la sección 4 se comparan los resultados obtenidos mediante este método con algunos existentes en la literatura para el caso isótropo. Por último, se presentan también resultados para el caso de anisotropía.

## 2. MODELIZACIÓN DE UNA GRIETA INTERNA EN EL RECUBRIMIENTO

### 2.1. Solución de una dislocación en el recubrimiento

En [2] se determinaron los campos de desplazamientos y tensiones originados por una dislocación con vector de Burguers b situada en el recubrimiento de un medio semi-infinito.

Consideramos un sistema de referencia mediante el cual la superficie libre del recubrimiento queda situada en el plano  $x_2 = 1$ , la intercara en  $x_2 = 0$  y la dislocación en el punto A = (a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>). (Fig. 1) Los campos de desplazamientos para el recubrimiento vienen dados por las ecuaciones [2]

$$u_{k}(x_{1}, x_{2}) = \frac{1}{4\pi} \sum_{\alpha} A_{k\alpha} M_{\alpha j} d_{j} \ln(z_{\alpha} - \zeta_{\alpha}) + U_{k}(x_{1}, x_{2}) + CC$$
(1)

con

$$U_{k}(x_{1}, x_{2}) = \frac{1}{4\pi} \sum_{\alpha} \sum_{\beta} A_{k\alpha} W_{\beta\alpha} \overline{M}_{\beta j} d_{j} \ln(z_{\alpha} - \overline{\zeta}_{\beta}) + \frac{1}{4\pi} \sum_{\alpha} A_{k\alpha} \left[ d_{j} \int_{0}^{\infty} \frac{1}{\epsilon} R_{\alpha i}^{-1}(\epsilon) \Phi_{ij}(\epsilon) \exp(-i\epsilon z_{\alpha}) d\epsilon + \sum_{\beta} W_{\beta\alpha} d_{j} \int_{0}^{\infty} \frac{1}{\epsilon} \overline{R}_{\beta i}^{-1}(\epsilon) \overline{\Phi}_{ij}(\epsilon) \exp(i\epsilon z_{\alpha}) d\epsilon \right] + CC$$
(2)

y los campos de tensiones

$$\sigma_{k1}(x_1, x_2) = \frac{-1}{4\pi} \sum_{\alpha} L_{k\alpha} M_{\alpha j} d_j p_\alpha \frac{1}{z_\alpha - \zeta_\alpha} + T_{k1}(x_1, x_2) + CC$$
(3a)  

$$\sigma_{k2}(x_1, x_2) = \frac{1}{4\pi} \sum_{\alpha} L_{k\alpha} M_{\alpha j} d_j \frac{1}{z_\alpha - \zeta_\alpha} + T_{k2}(x_1, x_2) + CC$$
(3b)  

$$\sigma_{k3}(x_1, x_2) = \frac{1}{4\pi} \sum_{\alpha} L'_{\lambda \alpha} M_{\alpha j} d_j \frac{1}{z_\alpha - \zeta_\alpha} + T_{33}(x_1, x_2) + CC$$
(3c)

con

$$L'_{3\alpha} = A_{k\alpha} (c_{33k1} + p_{\alpha} c_{33k2})$$
(4)

$$T_{k1}(x_1, x_2) = \frac{-1}{4\pi} \sum_{\alpha} \sum_{\beta} L_{k\alpha} W_{\beta\alpha} \overline{M}_{\beta j} d_j p_{\alpha} \frac{1}{z_{\alpha} - \overline{\zeta}_{\beta}} + \frac{i}{4\pi} \sum_{\alpha} L_{k\alpha} p_{\alpha} \Big[ d_j \int_0^{\infty} R_{\alpha i}^{-1}(\varepsilon) \Phi_{ij}(\varepsilon) \exp(-i\varepsilon z_{\alpha}) d\varepsilon - \sum_{\beta} W_{\beta\alpha} d_j \int_0^{\infty} \overline{R}_{\beta i}^{-1}(\varepsilon) \overline{\Phi}_{ij}(\varepsilon) \exp(i\varepsilon z_{\alpha}) d\varepsilon \Big] + CC$$
(5a)

$$T_{k2}^{*}(x_{1}, x_{2}) = \frac{-1}{4\pi} \sum_{\alpha} \sum_{\beta} L_{k\alpha} W_{\beta\alpha} \overline{M}_{\beta j} d_{j} \frac{1}{z_{\alpha} - \overline{\zeta}_{\beta}} + \frac{i}{4\pi} \sum_{\alpha} L_{k\alpha} \left[ d_{j} \int_{0}^{\infty} R_{\alpha i}^{-1}(\varepsilon) \Phi_{ij}(\varepsilon) \exp(-i\varepsilon z_{\alpha}) d\varepsilon - \sum_{\beta} W_{\beta\alpha} c \int_{0}^{\infty} \overline{R}_{\beta i}^{-1}(\varepsilon) \overline{\Phi}_{ij}(\varepsilon) \exp(i\varepsilon z_{\alpha}) d\varepsilon \right] + CC$$
(5b)

$$T_{33}(x_1, x_2) = c_{33k1} \frac{\partial}{\partial x_1} U_k(x_1, x_2) + c_{33k2} \frac{\partial}{\partial x_2} U_k(x_1, x_2)$$
(5c)

que corresponden a los términos no singulares.

*CC* denota el conjugado de la expresión que le precede y se aplica el convenio de la suma para los índices latinos.

Las magnitudes  $c_{ijkl}$  son las constantes del material del recubrimiento y  $z_{\alpha}$ ,  $\zeta_{\alpha}$ ,  $W_{\beta\alpha}$ ,  $D_{ki}$ ,  $F_{\alpha k}$ ,  $R_{i\alpha}(\varepsilon)$ ,  $\Phi_{ij}(\varepsilon)$ ,  $A_{k\alpha}$ ,  $p_{\alpha}$ ,  $L_{i\alpha}$ ,  $M_{\alpha j}$ , y,  $d_j$  son las que aparecen con los mismos nombres en [2].



## Fig. 1. Dislocación en el recubrimiento.

## 2.2. Modelización de la grieta interna

Se considera una grieta interna en el recubrimiento formando un ángulo  $\lambda$  con la intercara ( $\lambda \neq 0$ ).



Fig. 2. Grieta en el recubrimiento.

Consideramos el sistema de referencia xy de modo que la grieta quede situada en el plano y = 0 (Fig. 2). En este nuevo sistema de referencia el tensor de tensiones para el recubrimiento con una dislocación situada en  $x = \zeta$  se puede expresar como [2]

$$\sigma_{ir}'(x,y) = \frac{1}{2\pi} \operatorname{Re}\left\{\sum_{\alpha} C_{ir\alpha j} d_j \frac{1}{x - \zeta + y\mu_{\alpha}}\right\} + T_{ir}'(x,y)$$
(6)

con

$$C_{11\alpha j} = M_{\alpha j} \frac{1}{\tau_{\alpha}} \Big[ L_{1\alpha} 2(l_{11}l_{12} - p_{\alpha}l_{11}^2) + L_{2\alpha}l_{12}^2 \Big]$$
(7a)

$$C_{i2\alpha j} = M_{\alpha j} \frac{1}{\tau_{\alpha}} l_{ik} L_{k\alpha} (l_{22} - p_{\alpha} l_{12})$$
(7b)

$$C_{13\alpha j} = M_{\alpha j} \frac{1}{\tau_{\alpha}} L_{3\alpha} (l_{12} - p_{\alpha} l_{11})$$
(7c)

$$C_{33\alpha j} = M_{\alpha j} \frac{1}{\tau_{\alpha}} L'_{3\alpha}$$
(7d)

$$T_{11}'(x_1, x_2) = 2 \operatorname{Re} \left\{ l_{11}^2 T_{11} + 2 l_{11} l_{12} T_{12} + l_{12}^2 T_{22} \right\}$$
(8a)

$$T_{i2}'(x_1, x_2) = 2 \operatorname{Re} \left\{ l_{ik} \left[ l_{21} T_{k1} + l_{22} T_{k2} \right] \right\}$$
(8b)

$$T'_{13}(x_1, x_2) = 2 \operatorname{Re} \left\{ l_{11} T_{13} + l_{12} T_{23} \right\}$$
(8c)

$$T'_{33}(x_1, x_2) = 2 \operatorname{Re} \{ T_{33} \}$$
(8d)

$$\mu_{\alpha} = \frac{-sen\lambda + p_{\alpha}cos\lambda}{cos\lambda + p_{\alpha}sen\lambda}$$
(9)

siendo

$$\tau_{\alpha} = \cos\lambda + p_{\alpha} sen\lambda$$
(10)  
y l<sub>ij</sub> la matriz del cambio de coordenadas.

Modelizamos la grieta como una distribución continua de dislocaciones. Definiendo la densidad de dislocaciones como

$$d'_{j}(\zeta) = \frac{\mathrm{d}d_{j}(\zeta)}{\mathrm{d}\zeta} \tag{11}$$

y efectuando los cambios de variables

$$\begin{cases} x = \frac{a+b}{2} + \frac{b-a}{2}x'\\ y = \frac{b-a}{2}y'\\ \zeta = \frac{a+b}{2} + \frac{b-a}{2}\cos\varphi' \end{cases}$$
(12)

se obtiene el campo de tensiones

$$\sigma_{ir}^{\prime\prime}(x',y') = \frac{1}{2\pi} \operatorname{Re}\left\{\sum_{\alpha} C_{ir\alpha j} \int_{0}^{\pi} \frac{D_{j}^{\prime}(\cos\varphi')}{x' - \cos\varphi' + y'\mu_{\alpha}} d\varphi'\right\} + T_{ir}^{\prime\prime}(x',y')$$
(13)

siendo

$$D'_{j}(\zeta) = (1 - \zeta^{2})^{1/2} d'_{j}(\zeta)$$
(14)

# 3. CAMPO DE TENSIONES EN LA PUNTA DE LA GRIETA

A continuación se procede a obtener una expresión adecuada para los campos de tensiones en las proximidades de la punta de la grieta x' = 1.

Tomando coordenadas polares y despreciando los términos no singulares,

$$\sigma_{ir}^{\prime\prime\prime}(r \to 0, \theta) = \frac{1}{2\pi} \operatorname{Re} \left\{ \sum_{\alpha} C_{ir\alpha j} \int_{0}^{\pi} \frac{D_{j}^{\prime}(\cos \varphi^{\prime})}{1 + r(\cos \theta + \mu_{\alpha} sen \theta) - \cos \varphi^{\prime}} d\varphi^{\prime} \right\}$$
(15)

Desarrollando en serie alrededor de  $cos\phi^{\prime} = 1$  y despreciando de nuevo los términos no singulares se obtiene

$$\sigma_{ir}^{\prime\prime\prime}(r \to 0, \theta) = \frac{1}{2\pi} \operatorname{Re}\left\{\sum_{\alpha} C_{ir\alpha j} D_{j}^{\prime}(1) \int_{0}^{\pi} \frac{\mathrm{d}\varphi^{\prime}}{1 + r(\cos\theta + \mu_{\alpha} sen\theta) - \cos\varphi^{\prime}}\right\}$$
(16)

Resolviendo la integral de la ecuación (16) por el teorema de los residuos se obtiene

$$\sigma_{ir}^{\prime\prime\prime}(r \to 0, \theta) = \frac{r^{-1/2}}{4} \operatorname{Re}\left\{\sum_{\alpha} C_{ir\alpha j} D_{j}^{\prime}(1) i q_{\alpha}(\theta) \cdot \frac{1}{\sqrt{r(\cos\theta + \mu_{\alpha} \sin\theta)^{2} + 2(\cos\theta + \mu_{\alpha} \sin\theta)}}\right\}^{(17)}$$

donde  $q_{\alpha}(\theta)$  toma los valores  $\pm i$  o  $\pm 2i$ , dependiendo de la posición de los polos del integrando de la ecuación (16).

Definimos

$$s_{ir}(\theta) = \lim_{\epsilon \to 0} \sqrt{2\pi\epsilon} \sigma'_{ir}(\epsilon, \theta) = \lim_{r \to 0} \sqrt{\pi r(b-a)} \sigma'''_{ir}(r, \theta)$$
(18)

Nótese que, según la definición dada en [2] para los factores de intensidad de tensiones,  $s_{2r}(\theta = 0) = K_{\rho(r)}$  siendo

$$\rho(1) = 2, \ \rho(2) = 1 \ y \ \rho(3) = 3$$
 (19)

Sustituyendo (17) en (18) y operando,

$$s_{ir}(\theta) = \frac{\sqrt{2\pi(b-a)}}{8} \cdot \left\{ \sum_{\alpha} C_{ir\alpha j} D'_{j}(1) i q_{\alpha}(\theta) \frac{1}{\sqrt{(\cos\theta + \mu_{\alpha} sen\theta)}} \right\}$$
(20)

Llamando  $l_{ii}^{(\theta)}$  a la matriz de giro de ángulo  $\theta$ , definimos

$$t_{kr}(\theta) = l_{ki}^{(\theta)} s_{ij}(\theta) l_{rj}^{(\theta)}$$
(21)

que serán los campos de tensiones en las proximidades de la punta de la grieta, según los ejes radiales (Fig. 3).

Procediendo de modo análogo, para el extremo x' = -1,

$$s_{ir}(\theta) = \lim_{\epsilon \to 0} \sqrt{2\pi\epsilon} \sigma'_{ir}(\epsilon, \theta) = \frac{\sqrt{2\pi(b-a)}}{8} \cdot \operatorname{Re}\left\{\sum_{\alpha} C_{ir\alpha j} D'_{j}(-1) i q_{\alpha}(\theta) \frac{1}{\sqrt{\cos\theta + \mu_{\alpha} \operatorname{sen}\theta}}\right\}$$
(22)

у

$$t_{kr}(\theta) = l_{ki}^{(\pi+\theta)} s_{ij}(\theta) l_{rj}^{(\pi+\theta)}$$
(23)



Fig. 3. Tensor de tensiones en coordenadas radiales.

# 4. RESULTADOS

Entre los principales criterios de fractura en modos mixtos (I y II) desarrollados hasta el momento se encuentran el de máxima tensión circunferencial (MTS) y el de máxima tensión principal (MTPS). El primero de ellos fue propuesto por Erdogan y Sih [3], y afirma que la grieta se propaga en la dirección radial correspondiente a la máxima tensión circunferencial  $\sigma_{\theta}$  y la iniciación se producirá en el momento en que esta tensión alcance su valor crítico. El criterio MTPS fue desarrollado por Maiti y Smith [4] y postula que el ángulo de propagación se obtiene con la condición  $\sigma_{r\theta} = 0$ .

En estado plano y si el material es isótropo, se puede demostrar fácilmente que estos dos criterios son equivalentes cuando se obtiene el campo de tensiones en la punta de la grieta mediante el primer término de la función de tensiones [5]

$$\Phi = r^{3/2} f_1(\theta) + r^2 f_2(\theta) + r^{5/2} f_3(\theta) + \dots$$
(24)

Si se utilizan más términos del desarrollo, los ángulos que se obtienen al imponer las condiciones  $\frac{\partial \sigma_{\theta}}{\partial \theta} = 0$  y  $\sigma_{r\theta} = 0$  no coinciden, aunque resultan muy próximos.

Maiti y Smith [4, 6] hicieron un estudio comparativo de varios criterios de fractura para el caso de una grieta en

un medio infinito isótropo bajo tracción uniaxial (Fig. 4) y bajo cortadura pura (Fig. 5). Utilizan valores exactos de las tensiones en la punta de la grieta antes del inicio de la propagación, por lo que los valores que obtienen con los criterios MTS y MTPS son distintos.



Fig. 4. Grieta en un medio infinito bajo tracción uniaxial.

Hemos simulado esta situación considerando el caso isótropo como un caso límite de anisotropía suave y tomando como extremos de la grieta a = 0.5 y b = 0.501, de modo que las condiciones de contorno del recubrimiento apenas influyan en los resultados. Las Tablas 1 y 2 presentan los resultados recogidos en los artículos de referencia y los obtenidos mediante la presente formulación. Para el cálculo del ángulo de propagación se han calculado las tensiones  $t_{ir}(\theta)$  con -90°  $\leq \theta \leq$  90° y tomando  $\Delta\theta = 0.1$ .



Fig. 5. Grieta en un medio infinito con tensión remota de pura cortadura.

**Tabla 1.** Dirección de propagación ( $\theta_c$ ) para una grieta bajo tracción uniaxial.

β	Angulo (- $\theta_c$ ) basado en el criterio de							
	MIS [4]	MIPS [4]	MISyMIPS					
			presente trabajo					
15°	68.8°	68.0°	65.5°					
30°	61.2°	61.0°	60.0°					
45°	53.0°	53.O°	53.1°					
60°	42.0°	42.2°	43.2°					
75°	24.8°	24.8°	26.7°					

β	Angulo ( $\theta_c$ ) basado en el criterio de							
	MTS [6]	MTPS [6]	MTS y MTPS presente trabajo					
0°	70.4°	70.4°	70.5°					
7.5°	64.8°	65.5°	65.5°					
15°	58.6°	59.0°	60.0°					
22.5°	50.6°	51.2°	53.1°					
30°	39.4°	40.4°	43.2°					
37.5°	22.8°	23.6°	26.8°					

**Tabla 2.** Dirección de propagación ( $\theta_c$ ) para una grieta bajo cortadura pura.

A continuación se recogen resultados obtenidos mediante esta formulación para el caso anisótropo. Sandhu [7] en su revisión sobre criterios de fractura, incluye, para materiales anisótopos, los dos criterios que estamos utilizando. Designaremos los materiales utilizados mediante *Mat 1* y *Mat 2* y sus constantes elásticas son las designadas en [2] como  $C_{ijkl}^{(1)}$  y  $C_{ijkl}^{(2)}$  respectivamente.

En las Figuras 6 y 7 se reflejan los valores obtenidos para las tensiones en la punta de dos grietas con la misma orientación pero distintas longitudes. Se observa en ambas que la tensión circunferencial  $t_{22}$  alcanza su máximo en el mismo punto en el que  $t_{12}$  se anula.



**Fig. 6.** Tensiones  $t_{ij}(\theta)$  en el extremo *b* de la grieta.  $\lambda = 30^{\circ}, a = 0.1, b = 1.8$ , recubrimiento: *Mat 1*, base: *Mat 2*, tracción en los labios de la grieta.



**Fig. 7.** Tensiones  $t_{ij}(\theta)$  en el extremo *b* de la grieta.  $\lambda = 30^{\circ}, a = 0.1, b = 0.6$ , recubrimiento: *Mat 1*, base: *Mat 2*, tracción en los labios de la grieta.



En las Figuras 8 y 9 se recogen los ángulos de

recubrimiento sometida a tracción en sus labios y con

propagación obtenidos para una grieta en

distintas inclinaciones y longitudes.

**Fig. 8.** Angulos de propagación en el extremo *b*.  $a = 0.1, b = d / \text{sen}\lambda$ , recubrimiento: *Mat 1*, base: *Mat 2* Modo I.



**Fig. 9.** Ángulos de propagación en el extremo *a*.  $a = 0.1, b = d / \text{sen}\lambda$ , recubrimiento: *Mat 1*, base: *Mat 2* Modo I.

Se observa que el ángulo de propagación respecto del plano de la grieta aumenta en los dos extremos al aproximarse ésta a la superficie libre. Además la influencia de la superficie libre es mayor en el extremo más alejado de ella (extremo *a*), puesto que los valores absolutos de los ángulos que alcanza son mayores. Respecto a la influencia de la intercara, se observa que la desviación respecto del plano de la grieta aumenta al disminuir  $\lambda$ .

En las Tablas 3 y 4 se recogen resultados para la misma situación qué en las dos figuras anteriores con la diferencia de que los labios de la grieta están sometidos a cortadura pura.

el

d	λ								
	15°	30°	45°	60°	75°	90°			
0.2	-70.5	-71.9	-71.5	-69.4	-67.6	-67.6			
0.3	· -69.7	-71.7	-71.4	-69.4	-67.6	-67.6			
0.4	-68.4	-71.3	-71.2	-69.3	-67.5	-67.6			
0.5	-66.5	-70.6	-70.8	-69.0	-67.4	-67.6			
0.6	-64.1	-69.4	-70.1	-68.6	-67.2	-67.6			
0.7	-60.8	-67.4	-68.9	-67.7	-66.8	-67.6			
0.8	-55.7	-64.3	-66.7	-66.3	-66	-67.6			
0.9	-37.0	-58.4	-62.6	-63.5	-64.7	-67.6			

**Tabla 3.** Ángulos de propagación en el extremo *b*.  $a = 0.1, b = d / \text{sen}\lambda$ , recubrimiento: *Mat 1*, base: *Mat 2* Modo II.

**Tabla 4**. Ángulos de propagación en el extremo *a*.  $a = 0.1, b = d / \text{sen}\lambda$ , recubrimiento: *Mat 1*, base: *Mat 2* Modo II.

d		λ								
	15°	30°	45°	60°	75°	90°				
0.2	-73.2	-72.9	-71.8	-69.5	-67.6	-67.6				
0.3	-73.7	-73.2	-72.1	-69.7	-67.7	-67.6				
0.4	-74.2	-73.5	-72.3 .	-69.8	-67.7	-67.6				
0.5	-74.5	-73.8	-72.5	-69.0	-67.8	-67.6				
0.6	- 74.6	-74	-72.6	-70	-67.8	-67.6				
0.7	-74.4	-74.1	-72.7	-70.1	-66.8	-67.6				
0.8	-73.8	-74	-72.7	-70.1	-67.8	-67.6				
0.9	-71.5	-73. <b>5</b>	-72.6	70	-67.8	-67.6				

#### **5. CONCLUSIONES**

Se ha desarrollado un método analítico-numérico para obtener el ángulo de propagación de una grieta situada en un recubrimiento anisótropo. El método permite analizar la influencia de las propiedades elásticas de los materiales en contacto y de parámetros geométricos, tales como la inclinación y longitud de la grieta y su distancia a la intercara.

**Agradecimientos**. C.B. agradece a la Asociación de Amigos de la Universidad de Navarra la beca concedida para la realización de la Tesis Doctoral.

## 6. REFERENCIAS

- [1] Atkinson, C. and Eftaxiopoulos, D.A., "Interaction between a crack and a free or welded boundary in media with arbitrary anisotropy", International Journal of Fracture Mechanics, 50, 159-182 (1991).
- [2] Blanco, C., Martínez Esnaola, J.M., y Bastero, J.M., "Interacción grieta-intercara en materiales recubiertos con anisotropía elástica general", Anales de Mecánica de la Fractura, 11, 68-74 (1994).

- [3] Erdogan, F. and Sih, G.C., "On the crack extension in plates under plane loading and transverse shear", Transactions ASME, Journal of Basic Engineering, 85D, 519-527 (1963).
- [4] Maiti, S.K. and Smith, R.A., "Comparison of the criteria for mixed mode brittle fracture based on the preinstability stress-strain field. Part I: Slit and elliptical cracks under uniaxial tensile loading", International Journal of Fracture Mechanics, 23, 281-295 (1983).
- [5] Williams, M.L., "On the stress distribution at the base of a stationary crack", Journal of Applied Mechanics, 24, 109-114 (1957).
- [6] Maiti, S.K. and Smith, R.A., "Comparison of the criteria for mixed mode brittle fracture based on the preinstability stress-strain field. Part II: Pure shear and uniaxial compressive loading", International Journal of Fracture Mechanics, 24, 5-22 (1984).
- [7] Sanduh, S.W., "A survey of failure theories of isotropic and anisotropic materials", Air Forces Technical Report AFFDL-TR-72-71 (1972).

## FRACTURE BEHAVIOUR CLOSE TO CRACK INITIATION IN PRESENCE OF RESIDUAL STRESS FIELDS

#### M. Pereira

Catholic University of Rio de Janeiro (PUC-Rio) and CEFET "CSF" - RJ Department of Materials Science and Metallurgy P.O. Box 38008, Rio de Janeiro, RJ, CEP 22453-900, Brazil

### H. Wohlfahrt

Technical University of Braunschweig (TU Braunschweig) Institute of Welding Technology Langer Kamp 8, 38106 Braunschweig, Germany

#### M. Schaper

Technical University of Dresden (TU Dresden) Institute of Materials Science Helmholtzstr. 7, 01062 Dresden, Germany

**Abstract**. The purpose of this work is to investigate fracture resistance close to crack initiation in a high strength structural steel in the presence of residual stresses. Residual stress fields were produced in the fatigue precrack region and measured on the surface of the specimens using X-ray diffraction as well as in the crack tip using the hole-drilling method. The specimens were tested at a temperature within the ductile-brittle transition region of the material. The fracture resistance was then evaluated on the basis of the Crack Tip Opening Displacement (CTOD) and J-integral. It was possible to determine qualitatively the influence of the residual stresses on the fracture resistance behaviour. Tensile residual stresses acting in the loading direction result in a decrease of the fracture resistance of the specimens.

**Resumo**. O objetivo desta pesquisa é investigar a iniciação de trincas em aço estrutural de alta resistência mecânica na presença de tensões residuais. Tensões residuais foram produzidas na região da pré-trinca de fadiga. Mediu-se a distribuição das tensões residuais nas superfícies dos corpos de prova através de difração de raios-X, enquanto que, na região diretamente à frente da ponta da pré-trinca de fadiga, adotou-se a técnica do "furo-cego". Os corpos de prova foram ensaiados em temperatura pertencente à região de transição dúctil-frágil do material. A resistência à fratura foi avaliada com base na abertura da ponta da trinca (Crack Tip Opening Displacement, CTOD) e da Integral J (J-Integral). As tensões residuais trativas, agindo na direção do carregamento dos corpos de prova, foram responsáveis pela diminuição da resistência à fratura.

## **1. INTRODUCTION**

An important problem associated with the strenght and the fracture toughness of materials is the presence of residual stress fields which arise from the fabrication processes or from the elastic loading during the assemblage of structures or both. Their influence on the fracture toughness of materials is largely studied. High tensile residual stresses in regions near the crack tip may promote brittle fracture, fatigue and stress corrosion [1-4]. In such cases they can lead to a premature failure of the structural member and occurs at a stress level inferior to what would normally be expected. They increase the effective tensile stress component acting along the loading direction. Compressive residual stresses can improve the fatigue resistance of materials [5], reducing the effective tensile stress, increasing the closure at the fatigue crack tip and consequently, retarding the growth rate. The residual stress fields may also contribute to an enhancement of the multiaxiality of the total stress state [6]. Residual stress fields acting in the thickness direction may be high enough to restrict the straining in this direction, thus creating a plane strain condition.

## 2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

A low alloy high-strength structural steel StE 690, namely N-A-XTRA 70, has been selected in this investigation. The mechanical properties and microstructures are reported in Table 1.

## 2.1 Specimen Preparation

SENB specimens of 18mm thickness were machined in the L-T orientation, according to the ESIS P2-91D procedure [7]. Fatigue precracking with an a/W equivalent to 0,5 was carried out applying a "step-wise high R-ratio" procedure ( $R = 0.1 \rightarrow 0.5$ ) to ensure a uniform fatigue precrack front shape [8]. After fatigue precracking all the specimens were stress relieved at a temperature of 550°C during 2 hours.

## 2.2 Generation of Residual Stresses

It was possible to create surface and subsurface compressive residual stress fields by means of shotpeening [9]; both sides of the specimens were peened at the fatigue precrack region, making use of globular steel shots with a diameter of 1.397mm and an Almen intensity of 9C.

Tensile residual stresses were introduced by means of two different techniques [9]. Some specimens have been subjected to a grinding, for the purpose of creating surface and subsurface tensile stress states. The grinding direction coincided with the crack propagation direction and the specimens were dry ground with a corundum grinding wheel on both sides. Cutting speed and depth of cut were set at 28 m/min and 0.005mm, respectively.

Tensile residual stresses through the thickness of the specimens were created by means of a special heating technique called "hot-spot" which was carried out on a welding simulator [9]. Copper electrodes were pressed at each border of the specimens. A water cooling system was placed on surfaces of the specimens in order to allow a heat concentration in the fatigue precrack region only. The procedure has been controlled by the peak temperature measured on the specimen surface within 5mm of the fatigue precrack tip. When the peak temperature reached the range of 450-500°C the simulation was stopped.

## 2.3 Residual Stress Measurements

The surface residual stresses has been evaluated by means of X-ray diffraction and according to the multiple exposure  $\sin^2 \Psi$  method [10]. The measurements were done ahead of the precrack tip (y=0mm) at x = 1, 2, 3, 4, 5mm as well as across crack plane (x = 1.0mm) at y = -4, -2, 0, +2, +4mm. The subsurface residual stresses up to a depth of 0.5mm were also measured by

X-ray diffraction after an electropolishment. Additionally, the hole-drilling method [11] was performed in order to evaluate the residual stress fields up to a depth of 3mm ahead of the crack tip.

## 2.4 Fracture Mechanics Testing

Fracture mechanics tests have been carried out in threepoint bending at -20°C, according to the ESIS P2-91D procedure [7]. The temperature was chosen with respect to the evaluated Charpy impact transition temperature.

## **3. RESULTS**

The distribution of the transversal component of the residual stresses is depicted in Figs. 1-3. Each distribution has been obtained by averaging both specimens sides while the average value of all specimens (both sides) in the same condition is given in brackets.

The specimens exhibited a non-linear force-displacement record and stable crack growth. The plotting of the fracture resistance  $\delta$  and J against  $\Delta$ a has been carried out according to the ESIS P2-91D procedure [7]. The ductile regime fracture parameters  $\delta_{0.2/BL}$ ,  $J_{0.2/BL}$ ,  $\delta_{0.2}$  and  $J_{0.2}$  were selected to characterize the fracture resistance of the specimens. These parameters are presented in Table 2.

## 4. DISCUSSION

The "hot-spot" induces tensile residual stresses in a region which has been subjected to a local compressive yielding [9]. Caused by a local heating, a volume of material expands whilst the cool material surrounding this "hot-zone" restricts its expansion and consequently, this restriction leads to yielding. The contraction of the "hot-zone" is constrained during cooling due to the irreversible plastic deformation. Thus, the surrounding elastic material has to make the system fit and exerts tensile residual stresses on the plastically deformed area in order to achieve a self-equilibrating condition.

According to Table 2 one remark must be made. It concerns the specimens which were subjected to shotpeening and grinding. If one takes into account that both techniques induce superficial and residual stress fields only [9], it could be expected that there is no significant influence on the fracture resistance data of the specimens with a thickness of 18mm. To evaluate the influence of surface finishing treatments on the fracture resistance of the materials, it is more convenient to use thin specimens [1].

The presence of tensile residual stresses due to "hotspot" influenced the fracture parameter as is shown in Table 2. This influence could be expected if one observes Figs. 4 and 5. The stretched zone width of a specimen which has been subjected to "hot-spot" is smaller than that of a specimen subjected to shotpeening (provided that surface treatment did not influence the fracture resistance of the specimen as discussed early). Since the stretched zone width is correlated with the CTOD at crack initiation then the parameters close to this event should be also influenced [9].

The transversal residual stresses at the fatigue precrack tip induces it to an initial "crack-opening" displacement [9, 12, 13]. The external and residual loads reinforce each other when testing starts and they both lead to a premature fracture of the specimen. The "crack-opening" effect is the cause of lower values of CTOD close to crack initiation after "hot-spot" technique. The results obtained in the presence of tensile residual stresses are very similar to those obtained in the presence of thermal stresses [2-6]. Some premature crack initiation in pressure vessels have been observed and attributed to the "crack-opening" due to the thermal stresses.

#### 5. CONCLUSIONS

A fundamental problem relative to the strength and the fracture resistance of materials has been the main topic of this research. Here are the conclusions:

- In the vicinity of the fatigue precrack tip tensile residual stress fields are induced successfully by the "hot-spot" technique.
- CTOD and J-Integral seem to be appropriate parameters to evaluate the influence of the residual stresses on the fracture behaviour of high-strength steels in the ductile-brittle transition region.
- It has been possible to determine qualitatively the influence of residual stresses on crack initiation. The tensile residual stresses acting in the load direction diminish the fracture resistance of the materials markedly.
- Surface treatments, if applied to thick specimens, do not affect their fracture behaviour in monotonic loads.

## **REFERENCES**

[1] Sinha, F., Prasad, T. and Mishra, A., "Influence of residual stresses on fracture behaviour: an experimental study", Eng. Fract. Mech. **21**, 1113-1118 (1985).

- [2] Rybicki, E.F., Stonesifer, R.B. and Olson, R.J., "Stress intensity fractors due to residual stresses in thin-walled girth-welded pipes", J. Pressure Vessel Technol. (Trans. ASME) 103, 66-P74 (1981).
- [3] Rybicki, E.F. and Stonesifer, R.B., "An LEFM analysis for the effects of weld-repair-induced residual stresses on the fracture of the HSST ivt-8 vessel", J. Pressure Vessel Technol. (Trans. ASME) 102, 318-323 (1980).
- [4] Bryan, R.H. et al., "Test of thick vessel with a flaw in residual stress field", J. Pressure Vessel Technol. (Trans. ASME) 103, 85-93 (1981).
- [5] Wohfahrt, H., "Shot-peening and residual stresses", Proceedings of the Army Materials Conference Residual Stress and Stress Relaxation, London, United Kingdom (1982), pp. 71-84, Plenum Press, London (1982).
- [6] Wohlfahrt, H., "Residual stresses due to welding: their origin, calculation and evaluation", Proceedings of the European Conference on Residual Stresses, Karlsruhe, Germany (1983), pp. 81-86, DGM Verlag, Oberursel (1983).
- [7] European Structural Integrity Society (ESIS), "ESIS procedure for determining the frature behaviour of materials"/ESIS P2-91D, ESIS Publications, Delft (1991).
- [8] Koçak, M. et al., "Effects of welding residual stresses on fatigue precracking of CTOD specimens" Proceedings of the International Conference: Residual Stresses 89, Los Angeles, U.S.A. (1989) pp. 249-254, IITT-International, Gournay-Sur-Marne (1990).
- [9] M. Pereira, "Efffect of residual stresses on the fracture behaviour of steels of different yield limits", Ph.D. Dissertation, Kassel University, Kassel, Germany (1993), VDI Verlag, Düsseldorf (1994).
- [10] Preckel, U., Eigenspannungen Rechnergestutzte Bestimmung in Umformteilen, Verlag TUV Rheinland GmbH, Koln, Germany (1988).
- [11] ASTM, "Standard method for determining residual stresses by the hole-drilling strain-gage method", ASTM E 837-81, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1982).
- [12] Martinez, L.L., Pereira, M. and Wohlfahrt, W., "Effects of residual stress fields on the brittle fracture of high-strength structural steels", Proceedings of EUROMAT 92, Genua, Italy (1992), AIM, Milano (1992).
- [13] Pereira, M., Wohlfahrt, H. and Schaper M. "Influence of residual stresses on the fracture behaviour of steels in the transition range", Proceedings of the 10<sup>th</sup> European Conference on Fracture; Structural Integrity, Berlin, Germany (1993), pp. 755-760, EMAS Publishers, Warley (1993).

Table 1 - Mechanical properties and microstructures for StE 690 steel

	Mechanical properties and microstructures										
	$\sigma_{Y}$ (MPa)		σ <sub>t</sub> (MF	$\sigma_{t}$ (MPa)		microstructures					
	room	-20°C	room	-20°C							
AR	730	750	865	870	-60	tempered martensite and lower bainite					
SR	715	<b></b> ,	835	~	-	tempered martensite and bainite					

AR = as-received condition. Continuously rolled plate, water quenched from 920°C, tempered at 620-650°C/30 min.

SR = stress-relieved condition performed at 550°C during 2 hours.

 $T_0 = -$  ductile-brittle transition temperature.

 Table 2 - Ductile regime fracture parameters close to the onset of crack initiation.

$\delta_{\rm 0.2/BL}(mm)$	$\delta_{0.2}(mm)$	J <sub>0.2/BL</sub> (MPa.m)	$J_{0.2}(MPa.m)$	
0.350	0.270	0.525	0.400	
0.295	0.215	0.460	0.335	
0.238	0.200	0.400	0.315	
0.350	0.280	0.556	0.450	
	$\delta_{0.2/BL}$ (mm) 0.350 0.295 0.238 0.350	$\begin{array}{c} \delta_{0.2/BL}(mm) & \delta_{0.2}(mm) \\ \hline 0.350 & 0.270 \\ 0.295 & 0.215 \\ 0.238 & 0.200 \\ 0.350 & 0.280 \end{array}$	$\begin{array}{c cccc} \delta_{0.2/BL}(mm) & \delta_{0.2}(mm) & J_{0.2/BL}(MPa.m) \\ \hline 0.350 & 0.270 & 0.525 \\ \hline 0.295 & 0.215 & 0.460 \\ \hline 0.238 & 0.200 & 0.400 \\ \hline 0.350 & 0.280 & 0.556 \\ \hline \end{array}$	$ \begin{array}{c ccccc} \delta_{0.2BL}(mm) & \delta_{0.2}(mm) & J_{0.2BL}(MPa.m) & J_{0.2}(MPa.m) \\ \hline 0.350 & 0.270 & 0.525 & 0.400 \\ \hline 0.295 & 0.215 & 0.460 & 0.335 \\ \hline 0.238 & 0.200 & 0.400 & 0.315 \\ \hline 0.350 & 0.280 & 0.556 & 0.450 \\ \hline \end{array} $



Fig. 1 - Transversal residual stresses, distribution across the crack plane at x = 1.0mm.



Fig. 2 - Transversal residual stresses, distribution along the uncracked ligament at y=0mm.



Fig. 3 - Transversal residual stresses, through-thickness distribution.

BIBLIOTECA ESII



Fig. 4 - Fractographic feature close to crack initiation in a specimen subjected to shot-peening. Fatigue precrack extension (1), stretched zone (2) and stable crack growth (3).



Fig. 5 - Fractographic feature close to crack initiation in a specimen subjected to "hot-spot". Fatigue precrack extension (1), stretched zone (2) and stable crack growth (3).

## ENSAYOS DE IMPACTO EN EL POLIESTIRENO (PS) Y EN MEZCLAS DEL PS CON EL ELASTOMERO SBS.

#### A.B. Martínez, M.R. Díaz, M. Ll. Maspoch.

## Departamento de Ciencias de Materiales e Ingeniería Metalúrgica. ETSEIB, Universisdad Politécnica de Cataluña. Diagonal 647, 08028 Barcelona.

**Resumen.** De la adición de una segunda fase a polímeros frágiles, puede resultar un polímero multifásico de mayor tenacidad, que presenta en la punta de la grieta una zona plástica sustancial que da lugar a una propagación estable de grieta. Nuestros materiales se han obtenido por mezcla de poliestireno cristal con HIPS y también con un copolímero SBS en bloque. Se estudia el comportamiento a la fractura de estos materiales a altas velocidades de solicitación y se comparan los resultados con los publicados anteriormente a bajas velocidades de deformación.

**Abstract.** The addition of a rubbery phase on brittle polymers, can result in a toughened multiphase polymer that presents a substantial plastic zone in the crack tip and have a stable crack propagation. Our materials were produced by back-blending a crystal polystyrene with a rubber-modified grade and also with a SBS block copolymer. The fracture behaviour of these materials has been studied at high strain rates and the results compared with the previously published at low strain rate.

# **1.INTRODUCCIÓN**

Los materiales plásticos suelen presentar diferentes valores de sus propiedades mecánicas según estén solicitados a tracción o a compresión. Ello es consecuencia de los diversos mecanismos de deformación que pueden presentar, crazing y shear yielding. Como consecuencia de su naturaleza viscoelástica, las propiedades no sólo dependen de la temperatura, sino además del tiempo. A temperatura constante dichos valores dependerán de la velocidad de solicitación.

El poliestireno es un termoplástico amorfo, que se utiliza por sus buenas cualidades para el moldeo, por su aspecto y por su transparencia, pero a temperatura ambiente se encuentra por debajo de su temperatura de transición vítrea y en la práctica su comportamiento es extremadamente frágil. Cuando está solicitado a tracción presenta un micromecanismo de deformación por crazing, mientras que a compresión el mecanismo es el de cedencia en bandas de cizalladura [1]. Este mecanismo de crazing (deformación plástica altamente localizada en un volumen muy reducido) es el responsable de la fragilidad que presentan los polímeros que lo sufren. Para incrementar la tenacidad de estos polímeros que presentan crazing, cuando estan sometidos a tracción, se procede a su mezcla con polímeros elastoméricos obteniéndose mezclas multifásicas constituidas por una matriz de polímero frágil y una segunda fase dispersa en la que se encuentra el elastómero. Estas mezclas multifásicas, donde la adhesión en la interfase entre la segunda fase y la matriz es fundamental, presentan un mecanismo de deformación por múltiple crazing y/o múltiple shear yielding, es decir, deformación plástica extensiva [1-2] que depende del tamaño y fracción en volumen de segunda fase.

El poliestireno de alto impacto (HIPS) es un polimero multifásico constituido por una matiz de poliestireno con una segunda fase donde se encuentra el elastómero. Esta segunda fase se encuentra muy bien adherida a la matriz.

En dos recientes trabajos [3-4] hemos estudiado la fractura del poliestireno a distintas velocidades de solicitación con la misma geometría SENB normalizada [5] resultando un comportamiento frágil que sigue la LEFM. Tambien se estudió [6-7] la influencia del lubrificante que actúa como plastificante y hace que en su ausencia se genere facilmente un manojo de crazes en la punta de la entalla resultando valores más elevados de  $K_{tc}$  y G<sub>tc</sub>.

En otro trabajo [8] estudiamos, con la misma geometria SENB pero solo a bajas velocidades de deformación, la fractura del poliestireno de impacto, y también la de varias mezclas de poliestireno con SBS (terpolimero en bloque estireno-butadieno-estireno) resultando que estos poliestirenos modificados presentan una zona sustancial de deformación plástica en la punta de la entalla y siguen el slip line field que corresponde a la geometría SENB empleada. Ello ocurre incluso a pequeñas fracciones en volumen de SBS añadido.

Sin embargo, es conocido que estos polímeros multifásicos

presentan una transición dúctil-frágil en función de la velocidad de solicitación, por lo que en este trabajo presentamos el estudio de estos mismos materiales, con la misma geometría SENB, pero a altas velocidades de deformación empleando un péndulo de impacto instrumentado.

#### 2. DETALLES EXPERIMENTALES.

En una extrusora se mezclaron y grancearon diferentes proporciones de PS y SBS dando lugar a las mezclas E-X donde X indica la cantidad de SBS en 100 gr. de PS. De la misma forma se prepararon las mezclas H-X resultantes de mezclar 100 gr. de HIPS con X gr. de PS.

La granza de las mezclas fue inyectada en forma de barras prismáticas de 6.35 mm de espesor (probeta ASTM D-256).

Se utilizaron tres polímeros comerciales. El poliestireno polystyrol 143-E y el poliestireno de alto impacto polystyrol 476-L, que nos fueron gratuitamente facilitados por BASF Española SA, mientras que el terpolímero en bloque SBS, Calprene 416, también nos fue gratuitamente suministrado por REPSOL QUIMICA SA.

La morfología de las mezclas se estudió por microscopía electrónica de transmisión, por lo que se tiñeron con tetróxido de osmio muestras de las diferentes mezclas, que posteriormente se cortaron en un ultramicrotomo. Las micrografías obtenidas de las mezclas E-X se estudiaron en un analizador de imágenes.

Los ensayos con la geometría SENB se realizaron con las probetas inyectadas, siguiendo la geometría indicada por la norma [5] que es la misma seguida en los estudios [3-4, 6-9] a baja velocidad. Las probetas, de 6.35 \*12.7\*63.5 mm, una vez entalladas a diferentes profundidades, se agudizaron con una cuchilla de afeitar, y con la configuración Charpy se ensayaron con una distancia entre apoyos de 50.88 mm en un equipo pendular de impacto instrumentado en la cabeza del impactor y también en los dos apoyos, lo que permite registrar simultáneamente las fuerzas soportadas por el impactor y por los apoyos, con una frecuencia de 250 KHz. Mediante el análisis estático expuesto en la figura 1, a partir de la curva registrada de la fuerza en función del tiempo, se pueden calcular y representar los gráficos de la velocidad, desplazamiento y energía en función del tiempo de duración de la experiencia, y cruzando los datos, las gráficas de la fuerza y de la energía en función del desplazamiento. Este modelo puede emplearse cuando la contribución de los efectos dinámicos es pequeña, y cuando la pérdida de energía sufrida por el impactor es porcentualemente reducida.

Con el mismo ensayo y utilizando las mismas probetas sin entallar, es decir, utilizando la técnica del rebote [10], cuyo modelo y análisis simplificados se muestran en la figura 2, podemos determinar los valores del módulo elástico a estas elevadas velocidades de solicitación.







**Fig. 2.** Técnica del rebote. a) Modelo. b) Ecuaciones fundamentales. c) Curva característica.

## **3. CARACTERIZACION MORFOLOGICA DE LAS** MEZCLAS.

En la figura 3 se muestran unas micrografías obtenidas en el microscopio electrónico de transmisión típicas de las mezclas PS y SBS. Como el SBS queda teñido de negro por el tetróxido de osmio, se observa una matriz de PS en cuyo seno se encuentran dispersas partículas irregulares del SBS. Los resultados del análisis de las micrografías se muestran en la tabla 1. A medida que aumenta la cantidad de SBS añadida al PS, aumenta el tamaño relativo de las inclusiones de las fase dispersa. En un trabajo anterior [7] caracterizamos el material de estas mezclas y no observamos prácticamente degradación del mismo durante el proceso de mezcla. Sin embargo, sí se observó un



**Fig. 3.** Micrografías de mezclas PS/SBS obtenidas por microscopía electrónica de transmisión.



**Fig. 4.** Micrografías de HIPS y de HIPS diluido obtenidas por microscopía electrónica de transmisión.

 Tabla 1. Evaluación porcentual de la distribución de tamaños.

E-2	E-2,5	E-5	E-7,5	E-10
100%	98%	60%	61%	71%
0%	2%	40%	39%	29%
E-2	E-2,5	E-5	E-7,5	E-10
100%	100%	78%	75%	84%
0%	0%	22%	25%	16%
E-2	E-2,5	E-5	E-7,5	E-10
100%	100%	95%	92%	94%
0%	0%	5%	8%	6%
E-2	E-2,5	E-5	E-7,5	E-10
100%	100%	97%	95%	97%
	E-2 100% 0% E-2 100% 0% E-2 100% 0%	E-2       E-2,5         100%       98%         0%       2%         E-2       E-2,5         100%       0%         E-2       E-2,5         100%       100%         0%       0%         E-2       E-2,5         100%       0%         0%       0%         100%       100%         0%       0%	E-2       E-2,5       E-5         100%       98%       60%         0%       2%       40%         E-2       E-2,5       E-5         100%       0%       22%         E-2       E-2,5       E-5         100%       100%       95%         0%       0%       5%         E-2       E-2,5       E-5         100%       0%       5%         E-2       E-2,5       E-5         100%       0%       5%         E-2       E-2,5       E-5         100%       0%       5%	E-2       E-2,5       E-5       E-7,5         100%       98%       60%       61%         0%       2%       40%       39%         E-2       E-2,5       E-5       E-7,5         100%       100%       78%       75%         0%       0%       22%       25%         E-2       E-2,5       E-5       E-7,5         100%       100%       95%       92%         0%       0%       5%       8%         E-2       E-2,5       E-5       E-7,5         100%       100%       95%       92%         0%       0%       5%       8%         E-2       E-2,5       E-5       E-7,5         100%       100%       97%       95%

aumento de la temperatura de transión vítrea del material de la matriz a medida que aumentaba la cantidad de SBS,

debido a la dilución del lubrificante que lleva el poliestireno utilizado. Este lubrificante actúa como plastificante. La temperatura de transición vítrea del PS es de 81°C mientras que en la matriz del E-10 es de 94°C.

El HIPS muestra la estructura típica de este material (figura 4), una matriz de PS en la que se encuentra dispersa una segunda fase en forma de granada. Las pieles de la granada están formadas por el polibutadieno, y los granos interiores por subinclusiones de PS. En las micrografías de las distintas diluciones del HIPS con el PS, no se observan síntomas de la rotura de las partículas de segunda fase, habiéndose conservado la misma forma y tamaño durante el proceso de dilución en la extrusora, sólo ha variado la fracción en volumen en función de la cantidad añadida de PS. Respecto a la temperatura de transición vitrea de la matriz pasa de ser 95°C del H-0 a 92°C del H-100 indicando que la adición del PS plastifica ligeramente la matriz del HIPS.

# 4. RESULTADOS DE LA FRACTURA DE LAS MEZCLAS.

En la tabla 2 se presentan los resultados obtenidos al ensayar con geometría SENB, a temperatura ambiente y a una velocidad de 1 m/s, las distintas mezclas. La velocidad de 1 m/s fue escogida para minimizar la contribución de los efectos dinámicos.

Los valores del módulo elástico se han calculado de tres maneras diferentes. Mediante la técnica del rebote a partir del tiempo de contacto, sólo en este caso se redujo la velocidad a 0.5 m/s a fin de reducir la magnitud de los efectos dinámicos.

Material	U- a <b>φ</b> (YP) <sup>2</sup> <b>E</b> (GPa)	$P = \alpha (W-a)^2$ <b>K</b> (MPa)	<b>K</b> <sub>IC</sub> (MPam <sup>1/2</sup> )	<b>G</b> <sub>IC</sub> (KJ/m <sup>2</sup> )	<b>E</b> <sub>tc</sub> (GPa)	<b>E</b> <sub>cal.</sub> (GPa)	Tipo rotura	Caída hacia:
H-0 -		13.41			1.48		dúctil	adelante
H-30	******	14.42			1.98		dúctil	adelante
- H-60		14.92			1.94		dúctil	adelante
H-100		15.75			2.10		dúctil	adelante
H-300	2.64		2.207	1.81	2.29	2.27	frágil	atrás
E-0			1.780	0.80		3.29	frágil	atrás
E-2.5	2.53		1.958	1.36	2.54	2.37	frágil	atrás
E-5	2.64		2.000	1.45	2.34	2.31	frágil	atrás
E-15	2.14		2.055	1.68	2.11	2.11	frágil	atrás
E-25		16.47			1.87		dúctil	adelante

Tabla 2. Resumen de los resultados experimentales.

(----- No ajusta a una recta)

En el caso de la fractura frágil, donde se cumple la LEFM, puede calcularse el valor del módulo elástico a partir de los valores de  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$ , y utilizando el valor del coeficiente de Poisson de 0.4 para estos materiales.

$$G_{IC} = \frac{K_{IC}^{2}}{E} (1 - v^{2})$$
(3.1)

Si consideramos además que:

$$U = G_{IC} BW\phi \qquad (3.2)$$

$$K_{IC} = \frac{3Pa^{1/2}SY}{2BW}$$
(3.3)

La representación de la energía U, absorbida por las probetas con diferentes profundidades de entalla, en función de a $\phi$  Y<sup>2</sup>P<sup>2</sup> tiene que ser una recta que pase por el origen y de cuya pendiente hemos obtenido el valor del módulo elástico.

De la representación de la energía absorbida por probetas con diferentes profundidades de entalla, en función de  $BW\phi$ 

hemos obtenido la pendiente  $G_{IC}$ , y  $K_{IC}$  de la pendiente de la representación de la P en función de 2BW/(3SYa<sup>1/2</sup>).

Si se aplica la teoría de la plasticidad a un material elastoplástico ideal que se comporta igual en tensión que en compresión y cuya geometría es la que hemos utilizado [8], resulta que el valor de la carga P cuando se ha alcanzado el momento plástico vale

$$P \approx 2*1.26*\frac{K*B}{s}(W-a)^2 \qquad (3.4)$$

luego de la pendiente de esta función lineal de P con  $(W-a)^2$ puede calcularse K y si aplicamos el criterio de Tresca  $Y_t = 2K$ .

En los ensayos realizados a bajas velocidades de deformación con estas mismas mezclas e idéntica geometría [8] demostramos que cuanto mayor es la cantidad de segunda fase elastomérica, mayor es la zona dañada en la punta de la grieta, y que la iniciación de la propagación tiene lugar en la parte plana de la curva carga-desplazamiento, cerca del máximo, cuando se ha alcanzado el momento plástico. Si ocurre lo mismo a alta velocidad, la carga máxima tendrá que ser directamente proporcional al cuadrado de la distancia de ligamento.

En otra de las columnas de la tabla 2 clasificamos el tipo de rotura como frágil o dúctil en función de la extensión de la deformación plástica sobre la superficie de la fractura. El

ténomeno de múltiple crazing produce un fuerte y destacado emblanquecimiento fácil de observar a simple vista.

Finalmente, en la última columna de la tabla II se indica que ocurrió con los dos pedazos de las probetas justo en el instante de producirse la rotura. Según nuestra experiencia y también la de otros autores [11], los pedazos en que se rompe la probeta pueden caer a plomo de los soportes, o salir disparados en dirección contraria a la de avance del péndulo. Cuando la propagación es continua, la energía absorbida por la probeta es consumida en la propagación de grieta y los dos pedazos caen a plomo o en la misma dirección del impactor si quedan ligados por una pequeña bisagra. Cuando la propagación es inestable, la probeta almacena energía elástica, parte de la cual se gasta en propagar la grieta, mientras que la restante se disipa en forma de energía cinética para expulsar las dos mitades de la probeta.

En todos los casos nos encontramos en el estado de deformación plana, puesto que si en los ensayos a baja velocidad [8] con la misma geometría nos encontrábamos en este estado, al aumentar la velocidad de solicitación, aumentará la Y<sub>t</sub> y con mayor razón estaremos en deformación plana.

Los valores correspondientes al PS, E-0, se han tomado de un trabajo realizado anteriormante [3-4].

## 5. DISCUSION Y CONCLUSIONES.

En todas las mezclas, el tipo de rotura, caida de la probeta y tipo de recta que ajusta los resultados experimentales coinciden plenamente.

Tal y como cabía esperar, los valores de los módulos elásticos son mayores que los obtenidos a baja velocidad [7,9], disminuyen con la cantidad de elastómero presente, y como son razonablemente coincidentes, aunque se hayan calculado por tres métodos diferentes, ello nos da confianza en la calidad y precisión de los resultados.

El HIPS y todas las diluciones hasta el H-100 presentan fracturas continuas con deformación plástica extensiva en la punta de la entalla, igual que presentaba [8] el HIPS a bajas velocidades de deformación. Los valores de K disminuyen con la cantidad de caucho y su magnitud es mayor que la correspondiente [8] a bajas velocidades de deformación, tal como cabía esperar de la naturaleza viscoelástica del material. Cuando la K alcanza valores superiores a 15.75, la fractura se vuelve frágil y los valores de G<sub>IC</sub> y K<sub>IC</sub> son mayores que los correspondientes al PS sin lubrificante.

Mientras que a baja velocidad de solicitación todas las mezclas de PS y SBS mostraron plasticidad y propagación continua [8], a velocidades de impacto, sólo la mezcla E-25 mostró el mismo comportamiento. El valor de K es de 16.47, muy parecido al que corresponde a la transición

dúctil-fragil en las diluciones de HIPS, y mayor que el que corresponde al E-25 a bajas velocidades de deformación [8]. Mientras que el valor de K<sub>IC</sub> es prácticamente constante, alrededor de 2, el valor de de G<sub>IC</sub> varía ligeramente como consecuencia de la variación del módulo elástico. Los valores de G<sub>IC</sub> son prácticamente los mismos que los obtenidos para J<sub>IC</sub> a bajas velocidades de solicitación [8], y en todo caso siempre superiores al del PS. Estos valores de K<sub>IC</sub> y G<sub>IC</sub> son iguales a los obtenidos en otros trabajos [6-7] con poliestirenos de masas moleculares parecidas al aquí utilizado, pero con menor cantidad o ausencia de lubrificante.

Ello nos da a entender que en ausencia o escasa presencia de lubrificante, o sea, cuando el poliestireno no está plastificado, es muy fácil generar en la punta de la grieta un manojo de crazes, por lo que para que la grieta se inicie, ahora necesita sobrepasar un valor de  $K_{IC}$  que es algo superior, sin embargo el valor de  $G_{IC}$  viene determinado por el módulo elástico. Como los valores de  $K_{IC}$  para estas mezclas de PS y SBS son iguales a los del PS sin plastificar, podemos concluir que estas partículas de SBS de tamaño inferior a 1µm prácticamente no refuerzan la tenacidad, sólo a partir del E-15, donde hay partículas de tamaño superior, se empieza a reforzar la tenacidad, tal como ocurre con las mezclas H-X que presentan mayores tenacidades que las que corresponden al PS sin lubrificante y cuyo tamaño de partícula es más grande.

### 4. AGRADECIMIENTOS.

Los autores agradecen a la CICYT la financiación de proyecto MAT93-03431, en cuyo marco se ha realizado este trabajo, y M. R. Díaz agadece a la CIRIT la concesión de una beca predoctoral.

# 5. BIBLIOGRAFIA.

[1] Kinloch A.J., Young R.J., "Fracture behaviour of polymers", Applied Science Pub., London, 1983.

[2] Collier A.A., "Rubber toughened engineering plastics", Chapman & Hall., London, 1994.

[3] Martínez A.B., Maspoch M.Ll., Díaz M.R., "La fractura del poliestireno I: Comportamiento a bajas velocidades de solicitación", Rev. Plast. Mod., **459**, (Sept. 94), 237-245.

[4] Martínez A.B., Maspoch M.Ll., Díaz M.R., "La fractura del poliestireno II: Comportamiento a altas velocidades de solicitación", Rev. Plast. Mod., **460**, (Oct. 94), 361-365.

[5] ESIS, "A linear elastic fracture mechanics standard for determining  $K_c y G_c$  for plastics", March 1990.

[6] Martínez A.B., Maspoch M. Ll., "Determinación de los parámetros de la fractura de PS mediante el protocolo de

ensayo del European Group on Fractura", Ana. Mec. Frac., **34**, (1990), 156-163.

[7] Maspoch M. LL, Díaz M.R., Martinez A.B., "Fractura de mezclas de PS y SBS", Ana. Mec. Frac., 8, (1991), 129-134.

[8] Martinez A.B., Maspoch M. Ll., Diaz M.R., "Análisis de la fractura y deformación plástica de mezclas multifásicas", Ana. Mec. Frac., **11**, (1994), 297-302.

[9] Gordillo A., Martínez A.B., Maspoch M. Ll., "Efecto del contenido en caucho sobre la fractura del HIPS", Ana. Mec. Frac., **9**, (1992), 121-126.

[10] Martínez A.B., Arnau J., Santana O., Gordillo A., "Impacto de plásticos II. Impacto de baja energía", Información Tecnológica, **6**, (1994). En prensa.

[11] Vu-Khan T., "Determination of impact fracture parameters in ductile polymers", Polymer, **29**, (1988), 1979-1984.

## COMPORTAMIENTO A LA FRACTURA DE MEZCLAS DE POLIPROPILENO Y TALCO. PARTE II: APLICACION DE LAS TECNICAS DE IMPACTO INSTRUMENTADO

#### J.I. Velasco<sup>1</sup>, J.A. de Saja<sup>2</sup>, A.B. Martínez<sup>1</sup>

## <sup>1</sup>Universidad Politécnica de Cataluña (UPC) Departamento de Ciencias de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica E.T.S.E.I.B. Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcelona

## <sup>2</sup>Universidad de Valladolid (UVA) Departamento de Física de la Materia Condensada Facultad de Ciencias. Prado de la Magdalena s/n, 47011 Valladolid

**Resumen.** En el presente trabajo se han aplicado las técnicas de impacto instrumentado a la caracterización de la fractura del polipropileno (PP) y sus compuestos cargados con talco, tanto natural como funcionalizado con un agente de acoplamiento. Se han impuesto velocidades de deformación moderadas para disminuir los efectos dinámicos en los ensayos, y se ha comprobado que en las condiciones empleadas es aplicable la LEFM para la determinación de los parámetros de la fractura en los sistemas PP-talco. Se ha encontrado que fracciones moderadas de talco originan un incremento en los valores de la tenacidad a fractura del PP, a lo que contribuye la orientación de las partículas durante la inyección de las probetas. Los resultados obtenidos se interpretan en base a los detalles microestructurales; para ello se han estudiado los mecanismos de refuerzo del talco y su poder de nucleación sobre el PP.

Abstract. In the present paper fracture behaviour of talc-filled polypropylene was studied using instrumented impact tests. Moderate impact strain rate was imposed in the tests, in order to decrease the dynamic effects, and Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) was applied to obtain the  $K_{IC}$  and  $G_{IC}$  values. Natural and silane-coupled talc up to concentrations of 40 wt% was employed as filler. It was found that the addition of talc particles to the PP matrix increased the fracture toughness of the composite, which is conditioned by the orientation of the talc particles in the specimens injection-molding. For this results, a correlation between fracture toughness improvement and microstructural details was performed.

## **1. INTRODUCCION**

El polipropileno (PP) y sus compuestos cargados con talco son, hoy en día, utilizados en numerosas aplicaciones industriales y su volumen de fabricación representa uno de los más elevados dentro del mercado de los plásticos.

Para conseguir o mejorar las propiedades de refuerzo de las cargas minerales en los plásticos se necesita, por una parte, emplear partículas de alto módulo elástico y pronunciada esbeltez [1,2] y por otra, conseguir una buena compatibilidad interfacial entre el mineral y el polímero [3]. Debido a sus propias propiedades el talco es considerado una carga de bajo refuerzo para el PP. En este sentido, se vienen utilizando desde hace años aditivos para el recubrimiento superficial de las cargas, principalmente silanos y titanatos organofuncionales, así como diversos ácidos orgánicos [4]. Estos aditivos actúan modificando la región interfacial entre la carga y matriz, para proporcionar una unión mejorada entre ambas.

Debido a que la unión entre la parte no polar del aditivo que impregna al mineral y el polímero se debe a fuerzas de dispersión intermolecular débiles, la cohesión entre carga y matriz puede no verse incrementada; y por ello la mejora de propiedades mecánicas, en plásticos cargados con minerales tratados superficialmente, puede deberse a otros efectos, como una mejor dispersión o un aumento en el grado de humedecimiento de la carga por parte del polímero [5].

En un trabajo previo [6] se estudió el comportamiento a la fractura de los compuestos PP-talco, a velocidades de deformación lentas. A estas velocidades y en condiciones de deformación plana, el PP presenta una propagación de grieta inestable. La dispersión en el PP de una fracción de partículas de talco modifica este comportamiento, obteniéndose una propagación de grieta estable con gran cantidad de deformación plástica, a la que contribuyen principalmente mecanismos de cavitación y microestricción de la matriz alrededor de las partículas. Esto provoca una baja precisión en las medidas de la extensión de la grieta, y por ello en la determinación de J<sub>1C</sub>. Asimismo, la incorporación de un talco, previamente funcionalizado con un agente de acoplamiento, restringe la deformación plástica de la matriz y conduce a valores inferiores de J<sub>1C</sub>.

A elevadas velocidades de solicitación disminuye enormemente la deformación plástica de la matriz, pareciendo correcta la aplicación de la LEFM para la determinación de  $K_{IC}$  y  $G_{IC}$  en estos compuestos.

En el presente trabajo se han aplicado las técnicas de impacto instrumentado a la caracterización de la fractura del PP con diferentes composiciones de talco, tanto natural como funcionalizado, hasta un 40%. Se han impuesto velocidades de deformación moderadas para disminuir los efectos dinámicos en los ensayos. Los objetivos que se persiguen son, por una parte, comprobar si la LEFM es aplicable en estas condiciones, y por otra, profundizar en el conocimiento de los mecanismos de refuerzo que una carga de naturaleza laminar provoca sobre una matriz de PP. Para ello se examinan las superficies de fractura por microscopía electrónica de barrido. Asimismo se ha estudiado la influencia que, sobre la tenacidad a la fractura, tiene el poder nucleante del talco en estos compuestos.

#### 2. EXPERIMENTAL

#### 2.1 Materiales

El polipropileno utilizado fue suministrado por Repsol Química S.A. Sus características moleculares son  $M_w =$ 248297,  $M_w/M_n = 6.24$ ; isotacticidad = 97% (<sup>13</sup>C-RMN); MFI = 5.4 g/10 min (230 °C y 2160 gf).

Como carga mineral se utilizó el talco Luzenac 1445 cuyas principales características físico-químicas se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades del talco Luzenac 1445.

Partículas laminares	92 %
Diámetro medio	22 µm
Sup. específica	3.8 m²/g
Densidad	2,7 g/cm <sup>3</sup>

Para el tratamiento superficial del mineral se utilizó una mezcla de dos silanos organofuncionales convencionales (Ucarsil PC-1A y PC-1B) suministrados por Union Carbide. La granza original de PP fue inicialmente mezclada con cantidades fijas de talco (40% en peso nominal), tanto natural como funcionalizado, y extruído con una extrusora de doble husillo (APV-2030) para asegurar una buena dispersión del mineral. El material con talco natural se denomina PP40-N y el material con talco funcionalizado PP40-F. Por dilución de estos compuestos con el PP original, en extrusora de simple husillo, se prepararon el resto de materiales conteniendo 2, 10 y 20% nominal de talco (PP2-N,...). La verdaderas composiciones ponderales (W<sub>n</sub>) se determinaron por calcinación, y la composición en volumen de partículas (V<sub>p</sub>) se obtuvo a partir de las medidas de densidad de cada mezcla. En la Tabla 2 se muestran los valores.

Material	• W <sub>p</sub> (%)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	V <sub>p</sub> (%)
PP	0	0.9149	0
PP2-N	1.70	0.9278	0.72
PP10-N	10.40	0.9899	4.20
PP20-N	20.40	1.0660	8.46
PP40-N	40.44	1.2636	19.53
PP2-F	1.47	0.9240	0.51
PP10-F	8.44	0.9789	3.58
PP20-F	17.35	1.0497	7.55
PP40-F	35.05	1.1917	+ 15.50

## Tabla 2. Características iniciales de las mezclas PP-Talco.

#### 2.2 Preparación de probetas

Tras el granceado y secado de los distintos materiales se obtuvieron, por moldeo por inyección, probetas normalizadas (ASTM D-647) en forma de barra prismática de dimensiones 6.35 x 12.7 x 127 mm<sup>3</sup>, las cuales fueron cortadas a la mitad de su longitud y posteriormente entalladas para conseguir la geometría (SENB) empleada en los ensayos de la Mecánica de la Fractura. Dichas dimensiones garantizaron condiciones de deformación plana [7]. Las entallas se realizaron con una entalladora motorizada (CEAST) y fueron agudizadas con una cuchilla de afeitar.

Con el fin de aliviar tensiones residuales de moldeo se recocieron las probetas en una estufa a 100 °C durante 24 h. antes de los ensayos.

#### 2.3 Instrumentación y ensayos

Mediante un equipo de impacto instrumentado (CEAST), de tipo pendular con geometría Charpy, se realizaron ensayos diseñados para caracterizar la tenacidad en la iniciación de la fractura. La velocidad de impacto impuesta fue de 0.57 m/s con el fin de disminuir los efectos dinámicos; la masa del impactor 2.508 Kg. y la temperatura de los ensayos fue la del ambiente. Para cada material se emplearon un mínimo de 12 probetas con profundidades de entalla entre 0.5 y 7 mm.

Se tomaron micrografías de las superficies de fractura por microscopía electrónica de barrido (JEOL JSM-820) para observar, por una parte, la orientación de las partículas a lo largo del espesor de las probetas, y por otra parte para investigar los micromecanismos de fractura en los compuestos. Para asegurar una óptima conductividad de las superficies, se depositó sobre ellas una fina capa de oro.

Para evaluar la capacidad nucleante del talco sobre el PP y estudiar la influencia que, en este sentido, tiene la funcionalización del talco, se llevaron a cabo experimentos de cristalización isotérmica sobre el PP y los compuestos con la menor cantidad de talco (PP2-N y PP2-F), mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC, Metler). Las muestras fueron fundidas a 230 °C durante 5 min. para borrar su historia térmica, y entonces enfriadas a la máxima velocidad del aparato hasta la temperatura de cristalización isotérmica ( $T_{ci}^{a}$ ). La velocidad del proceso de cristalización fue caracterizada por el tiempo transcurrido hasta alcanzarse el 50% de la cristalinidad ( $\tau_{1/2}$ ). Asimismo se calculó el parámetro geométrico, *n*, y el factor de velocidad, *K*, de la ecuación de Avrami:

$$\alpha_{t} = \alpha_{\infty} \left[ 1 - \exp(-K t^{n}) \right]$$
 (1)

donde  $\alpha_t$  es la cristalinidad a tiempo *t* y  $\alpha_{\infty}$  es la cristalinidad a tiempo infinito.

#### **3. RESULTADOS Y DISCUSION**

#### 3.1 Consideraciones reológicas

Las cargas en general y el talco en particular tienden a incrementar la viscosidad de los compuestos fundidos [8]; sin embargo, como puede observarse en la Fig. 1. los compuestos con talco funcionalizado evidenciaron una fluidez similar a la del PP virgen, e incluso superior.



Fig. 1. Indice de fluidez volumétrico frente a fracción en volumen de partículas.

El agente de acoplamiento actúa, por lo tanto, como lubricante interno para el polipropileno [9], induciendo a la temperatura del ensayo una mayor movilidad de las cadenas de polímero entre las partículas laminares del talco, favoreciendo una mejor dispersión. Este comportamiento es propio de compuestos de bajo peso molecular, y no debe interpretarse como consecuencia de degradación durante el procesado, pues la serie-F presenta una mayor resistencia mecánica que la serie-N [6].

## 3.2 Morfología.

El estudio morfológico de las probetas por SEM revela la anisotropía que acompaña a todas las piezas obtenidas por moldeo por inyección. Debido a la naturaleza laminar del talco utilizado, las partículas se orientan según las líneas de flujo del fundido [10], de una forma similar a la de los compuestos reforzados con fibra corta [11]. Así se ponen de manifiesto dos regiones diferenciadas; una zona central de la probeta con partículas desorientadas y una zona externa, hasta las paredes de la probeta, donde las partículas de talco se encuentran predominantemente biorientadas con sus planos cristalinos a y b paralelos a dichas paredes. En las Fig. 5 y 6 se puede observar la disposición que toman las partículas en estas dos regiones.

La superficie de las partículas de talco actúa como puntos de nucleación en el PP [12] y puede, por lo tanto, modificar la cantidad y el tipo de cristalinidad. En este sentido hemos encontrado, mediante los experimentos cinéticos de cristalización descritos anteriormente, que el talco tratado con los silanos incrementa su actividad como agente nucleante en el PP. La Fig. 2. muestra las isotermas de cristalización a 140°C del PP, PP2-N y PP2-F, pudiendose observar que los compuestos cargados cristalizan mucho más rápidamente que el PP solo.



Fig. 2. Picos de cristalización a 140°C por DSC.

En la Tabla 3 se indican los parámetros cinéticos encontrados a varias temperaturas. La velocidad de formación de núcleos cristalinos heterogéneos viene determinada por el valor de la constante de velocidad K; el cual aumenta en el PP al descender el valor de T<sub>ci</sub>, con la presencia de talco, y con el tratamiento superficial de éste. Estos resultados demuestran una elevada capacidad nucleante del talco, que incluso se ve incrementada por el tratamiento con los silanos.

La velocidad de crecimiento esferulítico del PP se puede suponer constante a cada temperatura [13], por lo tanto, el tamaño cristalino debe reducirse en los compuestos nucleados. En este sentido se pudo observar, por microscopía óptica de luz polarizada, que el tamaño medio esferulítico del PP cristalizado a T<sup>a</sup> constante disminuye apreciablemente con la presencia de talco, y más acusadamente con el talco funcionalizado. Si bien el enfriamiento del PP en el molde de inyección provoca un gradiente de cristalinidad, desde las paredes hacia el núcleo central, los compuestos con talco presentan globalmente tamaños cristalinos inferiores, pudiendo condicionar la morfología de la fractura.

Material	T <sup>a</sup> <sub>cí</sub> , °C	п	K, min <sup>-n</sup>	$\tau_{1/2}, \min$
	128	2.1	3.0 x 10 <sup>-2</sup>	4.4
	130	2.0	1.8 x 10 <sup>-2</sup>	6.6
PP	132	2.1	4.8 x 10 <sup>-3</sup>	10.9
	134	2.3	5.5 x 10 <sup>-4</sup>	19.0
	136	2.2	4.8 x 10 <sup>-4</sup>	29.3
	-140	2.5	2.9 x 10 <sup>-5</sup>	60.4
	132	2.5	6.5 x 10 <sup>-2</sup>	2.6
	134	2.1	4.0 x 10 <sup>-2</sup>	3.7
	136	2.5	7.5 x 10 <sup>-3</sup>	6.2
PP2-N	138	2.6	1.7 x 10 <sup>-3</sup>	9.8
	140	2.1	1.2 x 10 <sup>-3</sup>	15.3
	142	2.3	3.0 x 10 <sup>-4</sup>	23.6
	144	2.5	1.5 x 10 <sup>-4</sup>	29.3
-	138	2.3	6.1 x 10 <sup>-2</sup>	2.9
	140	2.2	2.8 x 10 <sup>-2</sup>	4.4
PP2-F	142	2.4	7.8 x 10 <sup>-3</sup>	6.6
2	144	2.4	2.8 x 10 <sup>-3</sup>	9.7
	146	2.4	9.1 x 10 <sup>-4</sup>	14.7

 Tabla 3. Resultados de los ensayos de cristalización isotérmica.

#### 3.3 Impacto a baja velocidad

A la vista de los registros experimentales fuerza (P) frente a tiempo (t), que se muestran en la Fig. 3. la aplicación de la LEFM parece correcta para caracterizar la tenacidad a la fractura en términos del factor crítico de intensidad de tensiones ( $K_{1C}$ ) y de la energía crítica por unidad de área de grieta ( $G_{1C}$ ). Los compuestos PP-talco presentan comportamiento elástico-lineal, y la separación de la linealidad en cada serie se incrementa con la concentración de talco; si bien en el caso más desfavorable (PP40-N) no se supera el 10%.

Las relaciones establecidas por la LEFM para el caso de deformaciones planas son las siguientes:

$$K_{IC} = \frac{PSf}{BW^{3/2}} \tag{2}$$

$$G_{IC} = \frac{U}{BW\Phi}$$
(3)

siendo P la fuerza máxima, U la energía de fractura, S la distancia entre apoyos, B el espesor, y W la altura de la

probeta.  $\Phi y f$  son factores de calibración dependientes de la geometría, que toman distintos valores según el valor de la longitud inicial de la grieta. Las expresiones de estos factores, para la geometría SENB, se muestran en [7].



Fig. 3. Registros experimentales P vs. t. Profundidad de entalla 1.25 mm.

De los registros experimentales se obtuvo el valor de P y se calculó U como el área bajo la curva fuerza-desplazamiento. De la representación de P frente a  $BW^{3/2}/Sf$  y de U frente a  $BW\Phi$  se obtienen sendas rectas (Fig. 4), como establece la teoría, que pasan por el origen y cuyas pendientes se corresponden con los valores de K<sub>IC</sub> y G<sub>IC</sub>.

Los resultados obtenidos se detallan en la Tabla 4. Los valores para el PP ( $G_{IC} = 2.1 \text{ KJ/m}^2 \text{ y } \text{K}_{IC} = 1.90 \text{ MPam}^{1/2}$ ) concuerdan bien con el valor de  $G_{IC} = 1.8 \text{ KJ/m}^2$  reportado por Williams [14] y con el valor de  $K_{IC} = 1.9 \text{ MPam}^{1/2}$  obtenido por Casiraghi et al. [15].

Los resultados indican que la presencia de talco refuerza ligeramente la tenacidad a la fractura del PP en las condiciones estudiadas, particularmente hasta composiciones del 20% de talco.

La característica disposición orientada del talco, paralela a las paredes de la probeta y por tanto perpendicular a la dirección de propagación de la grieta, origina un efecto de "fibra corta", frenando la iniciación de la fractura debido a las tensiones de cizalla en la interfase partícula-matriz. El factor crítico de intensidad de tensiones se ve incrementado por este hecho, al igual que la energía elástica almacenada en la iniciación de la fractura.



Fig. 4. Determinación experimental de K<sub>IC</sub> y G<sub>IC</sub> para el PP.

La similitud entre los resultados obtenidos para los compuestos de ambas series sugiere que, bajo las condiciones de impacto estudiadas, la tenacidad a la fractura depende principalmente de factores geométricos, como la forma, tamaño y orientación de las partículas, además de la concentración, pero no del tratamiento superficial del talco. De igual forma, no se encontró relación aparente entre la cinética de cristalización de los compuestos y los valores de tenacidad a la fractura. Sin embargo, resultados anteriores [6] a baja velocidad de deformación sí mostraron la eficacia del recubrimiento superficial del talco para mejorar la resistencia mecánica de los compuestos PP-talco.

#### 3.4 Relación entre KIC y GIC

Para comprobar la validez de los resultados de impacto se compararon los valores del módulo elástico; obtenidos, por una parte, a partir de los parámetros de la fractura ( $E_{LEFM}$ ) según la expresión:

$$E_{LEPM} = \frac{K_{IC}^{2} (1 - v_{c}^{2})}{G_{IC}}$$
(4)

usando la siguiente relación para el coeficiente de Poisson de los compuestos:

$$v_{c} = v_{talco} (V_{p}) + v_{PP} (1 - V_{p})$$
 (5)  
( $v_{talco} = 0.22$ ;  $v_{PP} = 0.42$ )

y por otra parte los módulos obtenidos experimentalmente  $(E_{EXP})$  a la misma velocidad y sobre probetas sin entallar, a partir de la pendiente en el origen de las cúrvas fuerzadesplazamiento calculadas aplicando el análisis estático [16]. La similitud de los valores de  $E_{LEFM}$  y  $E_{EXP}$  (Tabla 4) es una prueba de la precisión de los resultados.

 Tabla 4. Resultados de los ensayos de impacto. Entre paréntesis se indica la desviación estándar.

Material	K <sub>IC</sub> (MPam <sup>1/2</sup> )	G <sub>IC</sub> (KJ/m²)	E <sub>lefm</sub> (GPa)	E <sub>EXP</sub> (GPa)
PP	1.90 (0.11)	2.10 (0.22)	1.40	1.26
PP2-N	2.02 (0.13)	2.23 (0.35)	1.49	1.35
PP10-N	2.42 (0.11)	2.95 (0.26)	1.63	1.65
PP20-N	2.47 (0.14)	3.11 (0.35)	1.63	1.73
PP40-N	2.63 (0.20)	2.49 (0.28)	2.37	2.44
PP2-F	2.13 (0.11)	2.35 (0.24)	1.57	1.44
PP10-F	2.39 (0.12)	2.81 (0.24)	1.67	1.67
PP20-F	2.69 (0.21)	2.93 (0.30)	2.05	1.87
PP40-F	2.47 (0.18)	1.80 (0.25)	2.86	2.57

# 3.5 Fractografia

Tras el estudio fractográfico llevado a cabo, por microscopía electrónica de barrido, se deduce que las partículas de talco orientadas actúan anclando o bloqueando la grieta (Fig. 5). De aquí se deduce que el espesor de la partícula debe ser superior al tamaño de la punta de la grieta que propaga. También se observa un cierto grado de arrancamiento de partículas ("pull-out"). Por otra parte, la gran acumulación de partículas de talco desorientadas, existente en los núcleos de las probetas de PP40-N y de PP40-F, origina la rotura por exfoliación de un gran número de dichas partículas, como puede observarse en la Fig. 6. Este hecho puede explicar el descenso en los valores de tenacidad a la fractura para estos compuestos, respecto de los que contienen una menor concentración de talco, pues éste presenta entre sus características una muy baja resistencia a la exfoliación.

En las Fig. 7 y 8 se muestran las superficies de fractura, a 1 mm/min de los compuestos PP10-N y PP10-F. En estas condiciones de baja velocidad de deformación predomina la plasticidad del PP, y puede observarse que la estabilidad de la propagación de la grieta es debida principalmente a



**Fig. 5.** Superficie de fractura de PP40-F. Zona lateral. Velocidad 0.57 m/s.



Fig. 6. Superficie de fractura de PP40-N. Zona central. Velocidad 0.57 m/s.



Fig. 7. Superficie de fractura de PP10-N. Zona lateral. Velocidad 1 mm/min.

mecanismos de cavitación y microestricción de la matriz alrededor de las partículas de talco.

Por otra parte se observa que la fractura de las muestras con talco funcionalizado va acompañada de menor cantidad de deformación plástica que la fractura de los compuestos con talco natural.



Fig. 8. Superfície de fractura de PP10-F. Zona lateral. Velocidad 1 mm/min.

Puede admitirse que el tratamiento superficial del talco origina un mayor grado de orientación molecular en la capa de PP que rodea a las partículas [17], lo que puede contribuir a incrementar la rigidez y resistencia a la tracción de dicha zona y por lo tanto a manifestar menor deformación plástica en la fractura. En este sentido se ha reportado, para sistemas cargados con microesferas, la existencia de una región de matriz de alto módulo y elevada densidad rodeando a la partícula, formada por la contracción del polímero durante el proceso de solidificación del fundido, y asumida a una orientación molecular más favorable en esta región [18].

# 4. CONCLUSIONES

- El polipropileno y sus compuestos cargados con talco siguen un comportamiento elástico-lineal a velocidades de impacto moderadas.

- La presencia de talco incrementa ligeramente la tenacidad a la fractura del PP a las velocidades de impacto estudiadas. La disposición orientada de las partículas de talco es la responsable principal de este incremento.

- Las técnicas de impacto instrumentado se mostraron eficaces para la determinación de los parámetros de la fractura con exactitud

- El tratamiento superficial del talco con agentes de acoplamiento resultó inefectivo para incrementar la tenacidad a la fractura de los compuestos PP-talco.

## **5. AGRADECIMIENTOS**

Los autores agradecen a la CICYT la financiación del proyecto MAT 93 / 03431 en cuyo marco se ha realizado este trabajo. Asimismo agradecen a Repsol Química S.A. por el suministro de materiales.

## 6. REFERENCIAS

- Riley A.M., Paynter C.D., McGenity P.N. y Adams J.M., "Factors affecting the impact properties of mineral filled polypropylene", Plast. Rubb. Process. Appl., 14, 85-93 (1990).
- Jancar J., "Influence of filler particle shape on elastic moduli of PP/CaCO<sub>3</sub> and PP/Mg(OH)<sub>2</sub> composites. Part 1: Zero interfacial adhesion", J. Mat. Sci., 24, 3947-3955 (1989).
- [3] Jancar J., "Influence of filler particle shape on elastic moduli of PP/CaCO<sub>3</sub> and PP/Mg(OH)<sub>2</sub> composites. Part 2: Enhanced interfacial adhesion", J. Mat. Sci., 24, 4268-4274 (1989).
- [4] Griffiths J.B., "Minerals as fillers. Modification to serve modern markets", Plast. Rubb. Process. Appl., 13, 3-8 (1990).
- [5] Rybnikar F. "Interactions in the system isotactic polypropylene-calcite", J. Appl. Polim. Sci., 42, 2727-2737 (1991).
- [6] Velasco J.I., de Saja J.A. y Martínez A.B. "Comportamiento a la fractura de mezclas de PP y talco", Anales Mec. Fract., 10, 174-180 (1993).
- [7] ESIS, "A linear elastic fracture mechanics (LEFM) standard for determining K<sub>c</sub> y G<sub>c</sub> for plastics", Testing Protocol, March 1990.
- Dobreva A., de Saja J.A., Velasco J.I., González M. [8] М., "Flow behaviour у Alonso of isotactic polypropylene filled with talc", Proceedings of the 4th European rheology conference, Sevilla 1994.
- Cogswell F.N., "Polymer melt rheology", (G. Godwin Ld. & P.R.I.) pp.84-89, J. Willey & Sons, 1981.

- [10] Rybnikar F. "Orientation in composite of polypropylene and talc", J. Appl. Polim. Sci., 38, 1479-1490 (1989).
- [11] Sphar D.E., Friedrich K., Schult J.M. y Bailey R.S., "Microstructure and fracture behaviour of short and long fibre-reinforced polypropylene composites", J. Mater. Sci., 25, 4427-4439 (1990).
- [12] Menczel J. y Varga J., "Influence of nucleating agents on crystallization of polypropylene. I.-Talc as a nucleating agent", J. Thermal Anal., 28, 161-174 (1983).
- [13] Rybnikar F., "Interactions in the system polyethylene-solid filler", J. Macromol. Sci. Phys., B19 (1), 1-11 (1981).
- [14] Williams J.G., "Fracture Mechanics of polymers" (Ellis Horwood Ld.), pp 249, J. Willey & Sons, 1984.
- [15] Casiraghi T., Castiglioni G. y Ronchetti T., "Fracture mechanics of polymers. Critical evaluation for linear elastic behaviour at high speed testing", J. Mat. Sci., 23, 459-466 (1988).
- [16] Martínez A.B., Arnau J., Sánchez M. y Díaz M.R., "Impacto de plásticos: Parte 1. Análisis estático", Información Tecnológica (en prerisa).
- [17] Plueddemann E.P., "Silane Coupling Agents", pp. 184, Plenum Press, N. York & London, 1989.
- [18] Vollenberg P.H.T. y Heikens D. "Particle size dependence of the Young's modulus of filled polymers: 1. Preliminary experiments", Polymer, 30, 1656-1662 (1989).

#### DETERMINACION DE LA ENERGIA REAL DE FRACTURA EN ENSAYOS DE IMPACTO INSTRUMENTADO SOBRE ACEROS FRAGILES DE ALTO LIMITE ELASTICO.

#### J.J.del Coz\*, A.Fdez. Canteli\*, C.Betegón\*, J.F.Kalthoff†

\*E.T.S.Ingenieros Industriales. Depto.Construcción. Ctra. de Castiello s/n. 33204-Gijón †Ruhr-Universität Bochum. Experimentelle Mechanik IA 2/26 D-44780. Bochum, Alemania

<u>Resumen.-</u> En este trabajo se desarrollan técnicas experimentales y métodos numéricos para la determinación de la energía real de fractura en ensayos de impacto instrumentado. En los ensayos de impacto, realizados en un péndulo Charpy y una torre de caída de peso, se instalaron bandas extensométricas en las cuchillas y en las proximidades de la entalla de la probeta. La energía cinética se determinó mediante fotografía de alta velocidad con una cámara de Cranz-Schardin. Por otra parte, se estudia numéricamente, mediante el método de los elementos finitos, el comportamiento de un modelo unidimensional de la probeta Charpy, constituido por elementos-viga de Timoshenko y un elemento *line-spring* que simula el comportamiento de la fisura, y se analiza dinámicamente. Los resultados obtenidos mediante los métodos numéricos y las técnicas experimentales se comparan entre sí y se aplicán los procedimientos investigados a la determinación de la tenacidad a fractura dinámica bajo modo I, K<sub>Ic</sub><sup>d</sup>, para el material de ensayo.

<u>Abstract.</u> In this work, experimental techniques and numerical methods have been applied in order to assess the real fracture energy in instrumented impact tests. For the impact tests, carried out both in a Charpy pendulum and in a drop-weight device, strain gauges were placed at the striking edge of the hammer and nearby the specimen notch. The kinetic energy has been determined by means of a high speed camera Cranz-Schardin. A numerical FEM one-dimensional model, makes up of Timoshenko beam-elements with a central line-spring element is used to simulate the crack behaviour. The experimental and numeric results for the material tested have been compared and applied in order to determine the dynamic fracture toughness for mode I,  $\mathbf{K}_{Ic}^{d}$ .

# **1.INTRODUCCION.**

La mayoría de las estructuras en ingeniería están sometidas a cargas dinámicas. En el caso de aceros de vía, estas solicitaciones se acentúan con la aparición de los trenes de alta velocidad, en los que se combinan elevadas presiones superficiales de rodadura con tensiones de flexión y tracción/compresión importantes. Ello obliga a la utilización, en la mayoría de los casos, de aceros de alto límite elástico (mayor de 600 N/mm<sup>2</sup>) y alta dureza superficial (mayor de 260 HB) [1].

Tales requisitos han de hacerse compatibles, igualmente, con una conveniente resistencia a la propagación de grietas en el material, por lo que resulta de interés el conocimiento del comportamiento del material agrietado bajo cargas de impacto.

En la actualidad existen ciertos procedimientos de ensayo, algunos de ellos normalizados sólo parcialmente, que permiten caracterizar dinámicamente los materiales metálicos [2],[3]. No obstante, se han apreciado discrepancias en los resultados obtenidos mediante diferentes normativas, en especial cuando se ensayan materiales frágiles con corto tiempo de fractura, en los que la energía cinética de la probeta parece jugar un papel importante [1],[4].

Por tal motivo se procedió a investigar, tanto numérica como experimentalmente, la contribución de la energía cinética en el proceso de fractura, al objeto de determinar la energía realmente consumida en la rotura de la pieza.

## 2.MATERIALES UTILIZADOS.

Se ha ensayado un acero de alto límite elástico, cuyas características mecánicas y composición química se muestran en las tablas 1 y 2. En la figura 1 se muestra el diagrama tensión-deformación idealizado para el mismo.

Denominación	$\sigma_{\rm F}$	$\sigma_R$	HB	ν	DIR
	N/mm <sup>2</sup>	N/mm <sup>2</sup>		%	
Carril AVE Aleado-50	700.0	1180.0	340-360	0.30	L-T
Tabla 1. Características mecánicas del acero ensayado.					

С	Si	Mn	Р	S	Al	Cr	Ti	V	Mo	Ni	Sn	Cu	As
770	240	1210	024	011	003	487	002	000	167	000	001	000	000

Tabla 2. Composición química del acero ensayado.



Fig. 1. Diagrama tensión-deformación del material.

## **3.EQUIPOS UTILIZADOS**

Como unidades de impacto dinámicas se han utilizado las siguientes :

- Péndulo Charpy marca IBERTEST, PIB-30, 300 J., velocidad de impacto máxima 5.42 m/s, dotado de un prototipo *low-blow*, que permite regular la altura de caída entre 0.0 y 0.9 m.
- Péndulo Charpy marca WOLPERT-Probat, PW 30/15, 300 J.,velocidad de impacto máxima 5.5 m/s, con enclavamiento automático y regulable entre 0.013 y 1.54 m.
- Torre de caída de peso marca Dynatup, GRC 8210, 100 J., de altura es regulable entre 0.0 y 2.0 m.

junto a los siguientes equipos :

- Cuchillas instrumentadas según normativa DVMS, elaboradas en Titanio y en Acero X210 CrMo 12.
- Equipos de amplificación y filtrado de la señal de las cuchillas instrumentadas, y de la señal de la banda extensométrica ubicada en la probeta a ensayar, de una frecuencia de hasta 1MHz.
- Tarjetas de recogida de datos analógico-digitales, marca Keithley-Metrabite, DAS-50, frecuencia de hasta 1 Mmuestra/s, 1MB de memoria RAM, 12 bits.
- Ordenador personal, encargado de la lectura y procesado de los datos adquiridos por las TAD, mediante el programa OSCILOS-3 V.2.2 ©OFS-JJCD(ETSII), bajo Windows® 3.1.
- Cámara de alta velocidad Cranz-Schardin, marca DRELLO, modelo BAL 1501, de 24 lentes, con generador para flash regulable entre 100 ns y 99.999 ms.

# 4.PREPARACION Y REALIZACION DE LOS ENSAYOS DE IMPACTO.

El proceso seguido fué el siguiente :

- Mecanización de las probetas Charpy, tanto entalladas como prefisuradas.
- Cálculo de la flexibilidad de los apoyos y de la máquina.
- 3.- Instrumentación y calibración de las probetas.
- 4.- Realización de los ensayos de impacto.
- 5.- Clasificación de los resultados experimentales.

#### 4.1.Mecanización de probetas.

Con el material indicado en el apartado 2 se mecanizaron veinte probetas Charpy (10x10x55 mm), todas ellas extraídas en dirección longitudinal, efectuándose las entallas en dirección L-T.

El proceso de prefisuración se llevó a cabo mediante electroerosión, con electrodos de cobre de 0.4 mm de espesor. La regulación de las variables del proceso permitió conseguir radios de entalla de 0.25 mm, con una rugosidad de 16  $\mu$ .

4.2.-Cálculo de la flexibilidad de los apoyos y de la máquina.

Para el cálculo de la flexibilidad de los apoyos,  $C_A$ , y de la máquina,  $C_M$ , se utilizaron los siguientes métodos [1]:

- Determinación de la pendiente inicial del diagrama Fuerza-desplazamiento.
- 2.- Conservación de la energía del impacto.
- 3.- A partir del periodo de oscilación de la probeta.

Los valores de la flexibilidad de la máquina,  $C_M$ , se obtuvieron a partir de ensayos de impacto a baja velocidad, sobre probetas 10x10x55 mm sin entalla, elaboradas en un acero de alto límite elástico y dureza superficial. Análogamente, los correspondientes valores de la flexibilidad de los apoyos,  $C_A$ , se determinaron mediante ensayos de impacto a baja velocidad sobre el material objeto de ensayo.

En la tabla 3 se resumen los resultados numéricos, deducidos a partir del valor medio de cada uno de los métodos utilizados, para cada tipo de cuchilla.

Cuchilla	CM	CA	С
	[x10 <sup>-9</sup> m/N]	$[x10^{-9}m/N]$	[x10 <sup>-9</sup> m/N]
Acero	8,941	3,199	12,140
Titanio	12,008	3,210	15,218

 Tabla 3. Flexibilidades obtenidas en los ensayos de impacto a baja velocidad.

#### 4.3.Instrumentación y calibración de las probetas.

Para la instrumentación de las probetas se utilizaron bandas extensométricas marca HBM, LY 11, 0.6/120 y 1.5/120, colocadas en las proximidades del fondo de la entalla, sobre una cara de la probeta.

La calibración se realizó a partir de la regresión lineal de la curva fuerza-voltaje de un ensayo estático, obteniéndose diferentes coeficientes, en el rango de  $25.000 \pm 2.500 \text{ KN/V}$ 

#### 4.4. Realización de los ensayos de impacto.

Los ensayos de impacto se llevaron a cabo bajo las siguientes condiciones de operación :

-Velocidad de impacto	= 1.2  m/s
-Temperatura	= 18°C
-Frecuencia de muestreo	= 1 a 0.5 MHz
-Número de puntos almacena	dos >= 2000
-Puntos antes del trigger	= 200
-Rango de voltaje	$= \pm 2.50 \text{ V}$
-Tipo de cuchillas= Forma	y dimensiones según DIN-
DVM, elaboradas e	en acero aleado y titanio.

En los ensayos se registraron las señales procedentes de las bandas extensométricas ubicadas en la cuchilla y en la probeta, tal y como puede apreciarse en la figura 2. Obteniéndose los valores de los parámetros de resistencia dinámica del material, tales como la fuerza máxima de impacto,  $\mathbf{F_m}$ , y la energía de fractura,  $\mathbf{E_I}$ , a partir de los cuales se determinó la tenacidad a fractura dinámica bajo modo I,  $\mathbf{K_{Ic}}^d$  [1],[2],[3].



Fig. 2. Señales captadas en los ensayos de impacto instrumentado.

Por otra parte, al objeto de estudiar la influencia de la energía cinética de la probeta en el proceso de fractura, se efectuaron ensayos en una torre de impacto instrumentada, captando el movimiento de la probeta mediante una cámara de alta velocidad Cranz-Schardin. Las condiciones de operación fueron las siguientes:

-Velocidad de impacto = 2.4; 3.7 y 5.0m/s -Energía de impacto = 15.0; 35.6 y 65 J. -Intervalo de tiempo entre fotos= 0.040; 0.128; 0.160; 0.200; 0.320; 1.000 ms.

- Tipo de cuchilla= Din-DVM, elaborada en acero aleado.

A partir de las fotografías del ensayo (ver figuras 3 y 4), se midieron las coordenadas de cada una de las esquinas de la probeta, calculándose la velocidad traslacional y rotacional ( $v_t$  y  $\omega_r$ ) mediante diferencias finitas. Los valores de la energía cinética traslacional,  $E_{tras}$ , rotacional,  $E_{rot}$ , y total,  $E_{cin}$ , se dedujeron, entonces, a partir de las expresiones (ver figura 5) :

$$\mathbf{E}_{\mathbf{tras}} = \frac{1}{2} \mathbf{m}_{\mathbf{p}} \cdot \mathbf{v}_{\mathbf{t}}^2 \tag{1}$$

$$\mathbf{E}_{rot} = \frac{1}{2} \mathbf{I}_{\mathbf{p}} \cdot \boldsymbol{\omega}_{\mathbf{r}}^2 \tag{2}$$
$$\mathbf{E}_{cin} = \mathbf{E}_{tras} + \mathbf{E}_{rot} \tag{3}$$

siendo  $\mathbf{m_p}$  la masa de la probeta e  $\mathbf{I_p}$  su inercia polar



Fig. 4. Posiciones que adopta la probeta en el impacto.



**Fig. 4.** Fotografías de la probeta realizadas mediante la Cámara de alta velocidad.



Fig. 5. Evolución de la energía cinética rotacional, traslacional y total en un ensayo, con v=2.4 m/s.

#### 4.5. Clasificación de los resultados experimentales.

En la figura 6 se representan los valores de la tenacidad a fractura dinámica,  $K_{Ic}^{d}$ , en base a la normativa ASTM E992 [3], E24.03.03 [2] y E992 con corrección de la energía cinética de la probeta [1].

En la figura 7 se representa la evolución de la relación existente entre la energía cinética de la probeta y la energía de fractura,  $\mathbf{E_{cin}}/\mathbf{E_{I}}$ , en función de la velocidad de impacto, así como la ecuación obtenida por ajuste mediante mínimos cuadrados :

$$\frac{\mathbf{E}_{cin}}{\mathbf{E}_{I}}(\mathbf{v}) = \mathbf{c}_{0} \cdot \mathbf{e}^{\mathbf{c}_{1} \cdot \mathbf{v}}$$
(4)

siendo :  $c_0 = 0.07031566$  y  $c_1 = 0.2146255$ 



Fig. 6. Tenacidad a fractura dinámica, K<sub>Ic</sub><sup>d</sup>.

# **5.METODOS NUMERICOS**

Mediante el programa ABAQUS se ha investigado el comportamiento dinámico de un modelo unidimensional de elementos finitos (figura 9), constituido por :



Fig. 7. Evolución de la relación  $E_{cin}/E_I$  con la velocidad de impacto.

- Elementos viga de Timoshenko, para la modelización de las partes prismáticas de la probeta Charpy.
- Elemento *line-spring*, que simula el comportamiento, en el dominio de la Mecánica de Fractura elástico-lineal, de una fisura con radio finito de entalla [5].
- Muelles no lineales, para la modelización del comportamiento de los apoyos y la cuchilla, permitiendo la separación entre éstos y la probeta.

Las propiedades elasto-plásticas del material se definieron a partir de los oportunos valores del diagrama tensión-deformación mostrado en la figura 1. La solicitación de la probeta se realizó introduciendo los valores de la fuerza obtenidos en el ensayo de impacto, a partir de la señal de la cuchilla instrumentada, entre el instante inicial del impacto y el de rotura (figura 9).



Fig.8. Modelo de elementos finitos.

Para el análisis dinámico se eligió un método de integración implícito, cuyo incremento de tiempo queda seleccionado automáticamente a partir del valor residual de medio paso (*half-step residual*). Asimismo, para evitar el ruido de altas frecuencias en las zonas en las que el incremento de tiempo varía rápidamente, se introdujo un amortiguamiento numérico en la resolución de las ecuaciones dinámicas, mediante la adopción de un valor del parámetro  $\alpha = -0, 10$ .
De este modo, se aprecia un ligero amortiguamiento, con eliminación de las frecuencias altas, mientras que en las frecuencias bajas presenta un efecto insignificante.

El valor de la tenacidad a fractura dinámica (figura 13) se obtuvo a partir del momento flector en la sección central de la probeta (figura 10), en el instante de rotura, según



Fig. 9. Evolución del esfuerzo cortante.



Fig. 11. Energía cinética de la probeta.



ASTM E.24.03.03 [2]; y a partir del trabajo realizado por las fuerzas exteriores, o energía de fractura,  $E_I$ (figura 12), según ASTM E992 [3]. Asimismo se tuvo en consideración el valor de la energía cinética (figura 11) en la determinación de la energía real de fractura, obteniéndose un tercer valor de la tenacidad [1].



Fig. 10. Evolución del momento flector.



Fig. 12. Trabajo realizado por las fuerzas exteriores.







Fig. 15. Tenacidad a fractura dinámica,  $K_{Ic}^{d}$ , en función del tamaño de grieta.

## 6. COMPARACION DE RESULTADOS.

Los valores medios de la energía cinética obtenidos numéricamente, en los instantes próximos al de rotura, son similares o ligeramente inferiores a los deducidos experimentalmente, tal y como puede apreciarse en el gráfico de la figura 14.

En el gráfico de la figura 15 se han representado los resultados de la tenacidad a fractura dinámica calculados teniendo en cuenta la energía cinética de la probeta, observándose una buena aproximación entre los métodos numéricos y las técnicas experimentales.

Finalmente, en la figura 16 se muestran los valores de la energía de fractura y la energía cinética, las cuales permanecen casi constantes para los tamaños de grieta analizados. Siendo eta última del orden de un 10% de la energía de fractura.

#### 7.CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos, se apuntan las siguientes conclusiones :

- Los valores de tenacidad a fractura obtenidos a partir de la normativa ASTM E24.03.03 [2] proporcionan resultados mayores que los deducidos en base a ASTM E992 [3], dado que acusan en mayor medida las oscilaciones en las fuerzas, debidas a los efectos inerciales. Por tanto, parece más recomendable efectuar la caracterización dinámica en base a los criterios energéticos expuestos en la norma ASTM E992.

- La corrección de la energía cinética de la probeta se hace necesaria en el caso de materiales con bajas energías de fractura, menores de 0.5 J., como es aquí el caso. El valor de la energía cinética es del orden de un 10% de la energía de fractura, para bajas velocidades de impacto.

- El modelo de elementos finitos analizado reproduce con razonable exactitud el comportamiento real de una probeta Charpy sometida a un ensayo de impacto.



Fig.16. Energía de fractura y energía cinética de la probeta.

- Los correspondientes valores de la energía cinética de la probeta, en los instantes previos a la rotura, obtenidos numéricamente, son similares a los deducidos en base a ensayos experimentales, con un costo sensiblemente inferior.

#### 8.AGRADECIMIENTOS

El presente artículo se ha realizado en el marco del Proyecto de Investigación "Técnicas para la determinación de la tenacidad a fractura dinámica en aceros industriales" (Ref. PA-MAT92-03) financiado a través del Plan Regional de Investigación del Principado de Asturias, y con participación de FICYT, ENSIDESA y la Univ. de Oviedo. Asimismo agradecemos al Grupo de Mecánica experimental de la Universidad de Böchum y, en especial, al Dr. J.F.Kalthoff, el uso de sus Laboratorios y la atención prestada.

#### **10.REFERENCIAS**

- COZ DIAZ, J., "Técnicas experimentales y métodos numéricos aplicados a la determinación de los parámetros de fractura dinámica". Tesis Doctoral. (1994).
- [2] ASTM E24.03.03,"Proposed Standard method of test for instrumental impact testing of precraked Charpy specimens of metallic materials."Draft 2d, (1981).
- [3] ASTM E992, "Standard Practice for Determination of Fracture Toughness of Steels Using Equivalent Energy Methodology ". (1989).
- [4] KALTHOFF, J.F. y TAKAHASHI,S.,"On the measurement of the true Impact Energy of Polimeric and Ceramic Specimens in Instrumented Impact Tests", Int.Symp. on Impact Eng., Japan, pp538-545 (1992).
- [5] COZ DIAZ J., BETEGON C., FERNANDEZ. C., A., "Análisis de probetas Charpy prefisuradas mediante un modelo *line-spring*". SEMNI, II Congreso de Métodos Numéricos. Vol. I, pp 390-398 (1993).

# EVALUACIÓN DEL USO DE LA TÉCNICA DEL PUNZONADO DE PROBETAS PEQUEÑAS PARA LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE LA FRACTURA DE ACEROS INOXIDABLES AUSTENO-FERRÍTICOS

#### L. Llanes, M. Gómez, L. Iturgoyen, A. Mateo y M. Anglada

# Universidad Politécnica de Cataluña, Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de Barcelona, Departamento de Ciencias de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Av. Diagonal, 647, 08028 Barcelona

**Resumen**. Se evalúa la utilización de la técnica del punzonado de probetas pequeñas (Small Punch Testing, SPT) para la determinación del límite elástico y la tenacidad a la fractura de aceros inoxidables austeno-ferríticos. Para realizar dicho estudio son llevadas a cabo dos series de ensayo basadas: la primera en las normas ASTM E-8 ( $\sigma_Y$ ), EGF P1-90 y ASTM E-399 ( $J_{IC}$ ,  $K_{IC}$ ) y la segunda en la técnica SPT. Los resultados experimentales son empíricamente relacionados, a través de ecuaciones genéricas similares a las publicadas para otros materiales. Para ello dos parámetros intrínsecos a la técnica SPT: "carga a fluencia" y "deformación a la fractura", son utilizados. Las correlaciones obtenidas son comparadas con las presentadas por otros autores, y son discutidas en términos de regímenes de deformación, observaciones superficiales y fractográficas y propiedades intrínsecas del acero AISI-329 estudiado.

Abstract. It is evaluated the applicability of the miniaturized Small Punch Testing (SPT) technique for determining yield stress and fracture toughness of duplex stainless steels. In doing so, two testing sets have been carried out based: one on ASTM E-8 ( $\sigma_{\rm Y}$ ), EGF P1-90 and ASTM E-399 (J<sub>IC</sub>, K<sub>IC</sub>) standards and the other on the SPT technique. The experimental results are empirically related, through generic equations similar to those reported for other materials. Here, two parameters intrinsic to the SPT technique: "yielding load" and "fracture strain", are used. The obtained correlations are compared to those reported by other authors, and are discussed in terms of deformation regimes, surface and fractographic observations and intrinsic properties of the AISI-329 steel studied.

# 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables austeno-ferríticos, también denominados duplex se caracterizan por su alta resistencia y tenacidad en conjunción con unas muy buenas propiedades de resistencia a la corrosión. Sus aplicaciones son muy variadas y se concentran en diferentes sectores industriales (nuclear, químico, papelero, etc.). Sin embargo, uno de los principales inconvenientes para su utilización es la degradación de la tenacidad a la fractura que sufren al ser mantenidos en el rango intermedio de temperaturas, RITs (250-500 °C), fenómeno conocido como "fragilización a 475 °C". Este problema de fragilización térmica tiene un efecto relevante en la funcionalidad y eficiencia de los componentes que tienen como material base estos aceros.

En la actualidad existe una gran necesidad de poder estimar la degradación de los parámetros de la fractura de componentes de aceros duplex que han estado, y siguen estando, en servicio por tiempos muy prolongados (decenas de años). Estas estimaciones permitirían hacer predicciones reales en cuanto a la fiabilidad y la vida en servicio remanente del componente, así como analizar posibles cambios en los parámetros de operación con el fin de optimar la funcionalidad de dichos componentes.

En los últimos años se han logrado grandes avances en la comprensión del fenómeno de fragilización térmica, en el RITs, de los aceros duplex (ver por ejemplo Ref. [1]). Sin embargo, todavia existen serias limitaciones en la predicción del deterioro de los parametros mecánicos del material en condiciones de servicio. Estas limitaciones son consecuencia de: 1) la existencia de muy pocos datos experimentales para intervalos de tiempo lo suficientemente largos como para considerarlos equivalentes a los tiempos de servicio (años) y; 2) que la validez de la utilización de parámetros de la fractura obtenidos a partir de métodos de envejecimiento acelerado (a Ts en el intervalo superior del RITs) para extrapolar parametros correspondientes a condiciones de servicio (a Ts en el intervalo inferior del RITs) está limitada a los casos donde la naturaleza de los procesos microestructurales intrínsecos al envejecimiento sea la misma. Esta correlación es, en muchos de los casos, difícil de demostrar claramente.

El hecho que sea imposible obtener, a partir de los propios componentes en servicio, suficiente volumen de material como para mecanizar probetas normalizadas para la determinación de los parámetros básicos de la fractura instantáneos, promueve la búsqueda de otros métodos de evaluación de estas propiedades. Una vertiente muy atractiva en esta línea de ideas parece ser el uso de probetas de dimensiones pequeñas, y por tanto el desarrollo de técnicas de ensayos mecánicos miniaturizados.

técnicas de ensayos miniaturizados han Las experimentado un gran desarrollo en los últimos años gracias a su posible utilidad en la caracterización de daño en materiales sometidos a radiación y en la determinación de parámetros mecánicos de nuevos materiales. En estos dos campos, al igual que en el caso de componentes de aceros duplex en servicio, el volumen de material disponible para la evaluación de propiedades es tan escaso que no permite realizar ensayos con probetas de tamaño normalizado. Dentro de estas técnicas la del punzonado de probetas pequeñas (Small Punch Testing technique, SPT) es quizás la más prometedora en cuanto a su aplicabilidad en la evaluación de la degradación de la tenacidad a la fractura de componentes en servicio [2].

Baik et al. [3] demostraron la posible aplicación de la técnica SPT para la estimación de la temperatura a la cual se observa una transición en la apariencia de la fractura de dúctil a frágil (FATT) en aceros Cr-Ni dopados con P y Sn. Esto fue hecho a través del desarrollo de una correlación empírica única, para cada acero, entre los valores de FATT estimados por la técnica SPT y los obtenidos a partir de ensayos normalizados Charpy. Mao y Takahashi [4] han establecido relaciones empíricas similares para la estimación del límite elástico ( $\sigma_{Y}$ ) a partir de las curvas carga-desplazamiento características de ensayos llevados a cabo bajo la técnica SPT utilizando materiales de resistencias y geometrías variadas. Recientemente, Mao y Kameda [5,6] no sólo han demostrado la validez de estas relaciones empíricas para la caracterización mecánica de materiales irradiados, sino que además han propuesto otra para la estimación del valor de tenacidad a la fractura de materiales del dúctiles, términos JIC, en desplazamiento máximo obtenido experimentalmente en ensayos bajo la técnica SPT.

El objetivo de este trabajo es evaluar la utilización de la técnica SPT en la determinación de parámetros de la fractura de un acero inoxidable duplex AISI-329 sometido a varias temperaturas y tiempos de

envejecimiento. Los parámetros mecánicos considerados son el límite elástico ( $\sigma_{\rm Y}$ ) y la tenacidad a la fractura ( $J_{\rm IC}$ ,  $K_{\rm IC}$ ). Dicha evaluación se lleva a cabo a través de la correlación de los valores experimentales de  $\sigma_{\rm Y}$ ,  $J_{\rm IC}$  y  $K_{\rm IC}$ , obtenidos utilizando técnicas normalizadas, y los valores de dos parámetros intrínsecos a la técnica miniaturizada que se estudia.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado ha sido un acero dúplex AISI-329 sometido a seis tiempos y temperaturas de envejecimiento, según se describe en la **Tabla 1**.

 Tabla 1. Tratamientos térmicos de envejecimiento de los materiales estudiados.

Nomenclatura	Temperatura [C]	Tiennopo [h]
SE (recocido)	-	-
275/6000	275	6000
475/5	475	5
475/25	475	25
325/15000	325	15000
425/500	425	500

Los materiales fueron ensayados convencionalmente a tracción, siguiendo la norma ASTM E-8. A partir de estos ensayos se obtuvieron los valores experimentales del límite elástico para cada tratamiento. Por su parte, para la evaluación de la tenacidad a la fractura se siguieron dos procedimientos normalizados según fuera el grado de fragilidad adquirido por el acero durante el proceso de envejecimiento. Se utilizó el método de la determinación del valor crítico de la Integral J (EGF P1-90), en los casos en que la ductilidad del acero era máxima; y el método de la determinación de K<sub>IC</sub> (ASTM E-399), para el caso de aceros bastante fragilizados. Detalles experimentales de la geometría de las probetas y los parámetros de ensayo han sido descritos en otra publicación [7].

Las probetas CT utilizadas para la evaluación de la tenacidad a la fractura fueron posteriormente empleadas para obtener de ellas las de tamaño reducido (10x10x0.5 mm) para aplicar la técnica SPT. El procedimiento seguido fue: mecanizado de prismas de sección cuadrada de 10x10 mm y corte, con un disco delgado, de láminas de un espesor aproximado de 0.7 a l mm. A continuación desbaste y pulido de las probetas hasta un espesor alrededor de  $0.5 \text{ mm} (\pm 0.1 \text{ mm})$ . En este último paso se prestó especial atención en mantener el espesor de las probetas lo más uniforme posible a lo largo de sus caras.

Para realizar el ensayo se construyó un soporte (Figura 1), tomando como base los esquemas previamente publicados [5,6]. Este soporte consta de dos piezas: una base con un receptáculo de sección cuadrada de 10x10 mm sobre el que se deposita la probeta y una segunda pieza que cierra el receptáculo e impide que la probeta pueda desplazarse hacia arriba al ser punzonada. Ambas piezas van unidas por cuatro tornillos y existe cierta holgura entre la cara superior de la probeta y la inferior del cierre para no comprimir a la muestra y evitar crearle un estado de tensiones previo al ensayo.



Figura 1. Soporte experimental empleado en los ensayos llevados a cabo utilizando la técnica SPT.

A la pieza de cierre se le ha practicado un agujero de 2.4 mm de diámetro por el que se introduce una bola de metal duro (64 HRC) y a continuación un pistón de gran rigidez, ambos de 2.4 mm de diámetro. Mediante este pistón, accionado por un vástago de la máquina de ensayos, se aplica la carga a la probeta que va deformándose pues bajo ella dispone de una zona redonda de 4 mm de diámetro de libre deformación, al habérsele hecho un agujero al soporte inferior.

Los ensayos de las probetas pequeñas fueron llevados a cabo en una máquina electromecánica INSTRON 8562 a una velocidad de deformación controlada de 0.01 mm/s desde carga nula hasta la rotura.

Un estudio detallado, tanto a nivel superficial como fractográfico, de cada una de las probetas pequeñas ensayadas, fue finalmente conducido en un microscopio electrónico de barrido JEOL JMS-6400.

# **3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

#### 3.1. Ensayos normalizados:

Los seis tratamientos de envejecimiento fueron elegidos de tal manera que se confería al acero un rango de tenacidad desde 190 hasta 40 MPa $\sqrt{m}$  [7]. De esta manera, se obtuvieron probetas con un rango de comportamiento amplio en cuanto a tenacidad, que comprendió desde lo que es el acero con máxima ductilidad (sin tratamiento) hasta el realmente frágil (tratamiento de 425 °C por 500 horas). Los resultados de estos ensayos, así como los valores del límite elástico para cada uno de los tratamientos, son resumidos en la Tabla 2.

 Tabla 2. Parámetros mecánicos medidos utilizando ensayos normalizados.

Tratamiento	σ <sub>ys</sub> (MPa)	K <sub>IC</sub> (MPa√m)	J <sub>IC</sub> (KJ/m <sup>2</sup> )
SE	480	-	197.1
275/6000	603	-	135
475/5	641	87.8	-
475/25	753	65.45	-
325/15000	627	65	-
425/500	929	39.79	-

3.2.	<u>Curvas</u>	carga-desp	lazamiento	asociadas	а	la
técni	ca SPT:					

La Figura 2 muestra una curva típica cargadesplazamiento obtenida a partir de un ensayo mecánico utilizando la técnica del punzonado de probetas pequeñas. Como ya ha sido presentado en la literatura [5,6] cuatro etapas son claramente definidas. La primera corresponde a un régimen completamente elástico y donde la carga incrementa linealmente con la deflexión de la probeta. La segunda se presenta a partir de un cambio de pendiente en la curva e indica la existencia de deformación plástica genérica en la muestra. A la carga donde se observa la transición de la etapa (1) a la (2) se le conoce con el nombre de "carga de fluencia" y es el parámetro intrínseco en esta técnica miniaturizada que se relaciona al límite elástico del material. Una transición no tan puntual como la anterior, en términos de carga, permite definir otra etapa, la (3), la cual está relacionada a la existencia de deformación plástica localizada en el proceso de estiramiento, y consecuente reducción de espesor, de la capa de material en contacto con el punzón. Una última etapa es identificada a partir de un nuevo cambio de pendiente en la curva y corresponde a una localización inestable de deformación plástica hasta rotura. En esta etapa (4) la carga alcanza un máximo y decrece hasta



**Figura 2.** Curva carga-desplazamiento obtenida utilizando la técnica SPT para el material SE.

fractura. La deflexión máxima de la probeta, registrada durante el ensayo en términos del desplazamiento máximo del pistón ( $\delta^*$ ) es utilizada para determinar la deformación final de la probeta, otro parámetro intrínseco del ensayo. Este segundo parámetro es entonces correlacionado a los valores de tenacidad a la fractura obtenidos a partir de ensayos normalizados.

## 3.3. <u>Parámetros de la fractura obtenidos a partir del uso</u> de la técnica SPT:

Con el fin de determinar una relación empírica entre el límite elástico,  $\sigma_Y$ , y el parámetro intrínseco de la técnica SPT "carga de fluencia", P<sub>Y</sub>, los resultados experimentales han sido considerados genéricamente [4-6], como:

$$\sigma_{\mathbf{Y}} [ \mathbf{MPa} ]= \mathbf{A} \left( \mathbf{P}_{\mathbf{Y}} [ \mathbf{N} ] / \mathbf{t_0} [ \mathbf{mm} ]^2 \right)$$
(1)

donde A es una constante y  $t_0$  es el espesor inicial de la probeta. En la **Figura 3** los datos experimentales han sido representados. La mejor aproximación lineal corresponde a un valor de A de 0.749. Este número es aproximadamente el doble del valor de este parámetro (0.360) publicado para materiales de resistencias variadas, pero generalmente menores a las de los materiales aquí estudiados.

Un análisis similar ha sido conducido para estimar la mejor correlación entre los valores de la tenacidad a la fractura, según normativa, y los obtenidos para la deformación final de las probetas en los ensayos bajo la técnica SPT. En este caso la deformación a la fractura,  $\epsilon_F$ , ha sido calculada en términos del desplazamiento final,  $\delta^*$ , a través de una relación empírica previamente encontrada para otros materiales [6]:



Figura 3. Correlación entre el límite elástico y el parámetro "carga de fluencia".

$$\epsilon_{\rm F} = 0.12 \, (\delta^*/t_{\rm o})^{1.72} \tag{2}$$

La ecuación (2) se considera valida siempre y cuando  $\epsilon_F > 0.05$ , una condición que es completamente satisfecha en todos los ensayos realizados en este trabajo.

Los resultados de deformación a la fractura y los obtenidos para  $J_{IC}$  y  $K_{IC}$  en los ensayos normalizados, son graficados en la **Figura 4**. En esta figura los resultados obtenidos de  $K_{IC}$  para varios de los tratamientos han sido transformados a unidades de  $J_{IC}$  mediante la expresión:

$$J_{\rm IC} = K_{\rm IC}^2 / E \tag{3}$$



Figura 4. Correlación entre la tenacidad a la fractura y el parámetro "deformación a la fractura".

De la **Figura** 4 se desprende una clara dependencia lineal entre  $J_{IC}$  y  $\varepsilon_F$ , para valores de este último parametro mayores a 0.8 aproximadamente. Esta relación lineal está dada por la siguiente expresión:

$$J_{\rm IC} \, [{\rm KJ/m^2}] = 531 \epsilon_{\rm F} - 596$$
 (4)

Los valores 531 y -596 son mayores a los publicados en otros materiales dúctiles. Las discrepancias obtenidas deben estar asociadas principalmente a la diferencia de rangos de tenacidad en los distintos trabajos, así como al carácter elasto-plástico de los diferentes materiales. Kameda y Mao [6], por ejemplo, reportan unos valores de 345 y -113 (pendiente y punto de corte del eje de ordenadas respectivamente) a partir de ensayos que comprenden materiales con tenacidades (J<sub>IC</sub>) en el rango de 100 a 500 KJ/m<sup>2</sup>. Quizás más significativo sea el hecho que todos los materiales investigados parecen satisfacer el criterio de la integral J, en términos de la medición de la tenacidad a la fractura.. Por otra parte, en este trabajo los valores de J<sub>IC</sub> que se indican están comprendidos en el rango de 10 a 200 KJ/m<sup>2</sup>, y un gran número de estos valores han obtenidos tomando como base valores sido normalizados de KIC. En estos últimos casos es difícil predecir el error en la estimación de valores de JIC a partir de valores de KIC al utilizar una relación tan general como la correspondiente a la ecuación (3). Para valores de la deformación a fractura menores que 0.8 parece existir una relación exponencial entre JIC y EF pero la falta de datos experimentales no permite definir los parámetros numéricos asociados a ella.

Bayoumi y Bassim [8] han propuesto, para materiales BCC, relaciones de proporcionalidad entre  $J_{IC} - \epsilon_F y$  $J_{IC} - \epsilon_F^2$  en los regímenes elasto-plástico y elástico respectivamente. En este orden de ideas es importante señalar que los resultados correspondientes a valores de  $\epsilon_F$  por debajo de 0.8 fueron los únicos donde la muestra se rompe en la etapa (3), y por tanto corresponden a materiales con un comportamiento menos plástico que el resto.

Una correlación cualitativa entre el grado de fragilidad del material y el tratamiento de envejecimiento es igualmente identificable del aspecto superficial de las muestras ensayadas, como se muestra en la **Figura 5**. Se puede observar una disminución del carácter plástico del material, a medida que el grado de envejecimiento aumenta, en términos del área de la muestra que realmente ha sustentado deformación durante el proceso de punzonado. Así la **Figura 5**a muestra un área deformada (homogéneamente) de probeta mucho mayor que en la **5b**, correspondiente al material 475/25 de  $\varepsilon_{\rm F}$  igual a 0.44. El carácter "elasto-plástico" de la mayoría de los materiales estudiados, en comparación al "elástico" de los materiales que

presentan un  $\epsilon_{\rm F}$  menor a 0.8, es confirmado por la apariencia fractográfica "dúctil" de esta última como se puede observar en la **Figura 6**. Entonces, basados tanto en las estimaciones numéricas como en las observaciones superficiales y fractográficas de las muestras ensayadas siguiendo la técnica SPT, los resultados aquí obtenidos parecen apoyar la existencia de correlaciones similares a las postuladas por Bayoumi y Bassim [8].





**Figura 5.** Vista general de la superficie deformada, a fractura, en un ensayo realizado bajo la técnica SPT: a) material 275/6000 ( $\varepsilon_{\rm F} = 1.52$ ), b) material 475/25 ( $\varepsilon_{\rm F} = 0.44$ ).



Figura 6. Detalle del carácter fractográfico de las grietas observadas en la Figura 5: a) dúctil para el material 275/6000 y b) frágil para el material 475/25.

# 4. CONSIDERACIONES FINALES

Los resultados aquí presentados permiten establecer para el acero duplex AISI-329 estudiado relaciones empíricas entre dos parámetros mecánicos intrínsecos de la técnica miniaturizada SPT y parámetros de la fractura obtenidos a partir de ensayos normalizados. Relaciones similares han sido publicadas para otros materiales. Sin embargo una comparación de los parámetros matemáticos asociados a dichas correlaciones, para diferentes materiales, sugieren que ellas no son universales. Las principal razón para ello parece radicar en las diferencias del carácter "elastoplástico" de los materiales estudiados en los trabajos que se han comparado, en especial para el caso de los aceros muy fragilizados. Por otra parte, el comportamiento intrínseco del material parece ser un factor muy importante a tomar en consideración en la evaluación del uso de la técnica miniaturizada SPT. Desde este punto de vista las correlaciones aquí presentadas deberían tener mayor validez, si se empleara la técnica SPT para evaluar el deterioro de parámetros de la fractura de aceros fragilizados térmicamente o similares, que las previamente reportadas tomando como base resultados obtenidos en materiales con un comportamiento mucho más dúctil o elasto-plástico.

#### 5. REFERENCIAS

[1] Coloquio Internacional en "Intermediate Temperature Embrittlement Processes in Duplex Stainless Steels", *Mater. Sci. Technol.*, **6** 209 (1990).

[2] R. Viswanathan y S. M. Bruemmer, "In-Service Degradation of Toughness of Steam Turbine Rotors", *Trans. ASME*, **107** 316 (1985).

[3] J. M. Baik, J. Kameda y O. Buck, "The Use of Small-Scale Specimens for Testing Irradiated Material", *ASTM STP 888*, 92 (1986)

[4] X. Mao y H. Takahashi, J. Nucl. Mater., 150 42 (1987)

[5] X. Mao y J. Kameda, "Small-Punch Technique for Measurement of Material Degradation of Irradiated Ferritic Alloys", J. Mater. Sci., **26** 2436 (1991).

[6] J. Kameda y X. Mao, "Small-Punch and TEM-Disc Testing Techniques and their Application to Characterization of Radiation Damage", *J. Mater. Sci.*, 27 983 (1992).

[7] L. Iturgoyen, Tésis Doctoral, Universidad Politécnica de Cataluña (1994)

[8] M. R. Bayoumi y M. N. Bassim. "Temperature Dependence of Fracture Toughness  $J_{IC}$  and Ductility for BCC Materials in the Transition Region", *Int. J. Fract.*, **23** 259 (1983)

#### 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Comisión Europea del Carbón y el Acero (CECA) el financiamiento de este trabajo, a través del proyecto N° 7210-MA/940.

# PROBLEMATICA ASOCIADA A LA DETERMINACION DE LA TENACIDAD DE LAS ZONAS AFECTADAS TERMICAMENTE DE LAS UNIONES SOLDADAS

# F.J.Belzunce, C.Rodríguez y M.J.Cotarelo

#### Instituto Tecnológico de Materiales Parque Tecnológico, 33428 Llanera, Asturias

**Resumen.** Se plantea la problemática que surge a la hora de comparar los resultados de tenacidad obtenidos tanto mediante el uso de ensayos de impacto sobre probetas entalladas como de ensayos de mecánica de la fractura elastoplástica sobre las zonas afectadas térmicamente de uniones soldadas de acero. Se ha determinado el perfil de durezas de una unión soldada mediante el procedimiento de arco sumergido de un acero microaleado al niobio-vanadio utilizado en aplicaciones "off-shore", la curva de transición de la tenacidad de la ZAT obtenida a partir de ensayos de impacto y los valores críticos del CTOD e integral J medidos a -10°C.

Abstract. The problems derived from the correlation between toughness results obtained by means of notched specimens impact testing and elastoplastic fracture mechanics tests in the case of heat affected zones of welded samples is described. A niobium-vanadium microalloyed steel sheet used in off-shore applications has been welded using a submerged arc procedure. The hardness heat affected zone profile, the impact toughness transition and the critical values of CTOD and J at -10°C have been obtained.

### 1. INTRODUCCION

El conocimiento de la tenacidad en presencia de grietas de las uniones soldadas es un tema de capital importancia en ingeniería ya que, por un lado, la utilización de este tipo de uniones es enorme (especialmente a la hora de realizar grandes estructuras como puentes, barcos, plataformas off-shore, recipientes a presión, etc.) y por otro, el propio proceso de unión introduce defectos que inevitablemente forman parte de la estructura final. Los métodos de inspección y control mediante ensayos no destructivos y destructivos permiten detectar los defectos más importantes y repararlos, pero no hay que olvidar que cualquier método de inspección empleado tiene una sensibilidad o límite de detección que nos impide asegurar la inexistencia de defectos inferiores al citado límite. Por otro lado las uniones soldadas dan lugar a unas microestructuras muy heterogéneas (especialmente en la zona afectada térmicamente) que dificultan enormemente la determinación de un valor característico de la tenacidad de la unión, de tal manera que no existe en la actualidad ningún método o ensayo normalizado que nos permita determinar la tenacidad en presencia de grietas de una unión soldada. Sin embargo, algunos laboratorios de reconocido prestigio en este campo como The Welding Institute [1], el International Institute of Welding [2] o el American Petroleum Institute [3] han desarrollado documentos y recomendaciones para la determinación de la tenacidad de las uniones soldadas de aleaciones metálicas.

En el trabajo que se presenta a continuación se expone la problemática inherente a la caracterización de la tenacidad de uniones soldadas de acero de alto límite elástico y baja aleación.

# 2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO DE SOLDEO

El material utilizado en este trabajo ha sido una chapa de acero microaleado al niobio-vanadio de 30 mm de espesor obtenida por laminación convencional seguida de normalizado. Su composición química y propiedades a tracción se muestran en la Tabla 1. constituida por barras de un diámetro determinado. La medida de la deformación es otra dificultad en estos ensayos, puesto que suele resultar muy complejo instrumentar las probetas con bandas extensométricas, debido al pequeño tamaño de la zona disponible.

Por todo lo anterior, son muy pocos los resultados que pueden encontrarse en la literatura sobre las propiedades dinámicas de este tipo de materiales compuestos con un contenido en fibra tan elevado. Los escasos resultados existentes se refieren fundamentalmente a materiales compuestos de fibra de vidrio o carbono [5 a 7], por lo que este trabajo puede aportar resultados interesantes para aquellos que realicen diseños con estos materiales compuestos de fibra de aramida o polietileno.

## 2. MATERIALES.

Los materiales ensayados en este trabajo han sido: tres tejidos de fibra de aramida (A/PP, A/PET1 y A/PET2) y dos de fibra de polietileno (tejido SK66 y compuesto unidireccional UD66). En la tabla 1 se recogen las características de los materiales ensayados, mientras que la tabla 2 da cuenta de los procedimientos de fabricación de cada material.

# 3. TECNICA EXPERIMENTAL.

Se han realizado ensayos de tracción a tres velocidades de deformación diferentes (aproximadamente 10-3, 1 y 103 s-1). Para los ensayos estáticos y los de velocidad intermedia se ha empleado una máquina convencional de ensayos INSTRON 8501, en la que se registró la fuerza mediante una célula de carga de 5 kN, y el desplazamiento relativo del cabezal de la máquina. Las velocidades de toma de datos fueron 1 dato/s y 1000 datos/s para los ensayos lentos e intermedios, respectivamente. Los ensayos a alta velocidad de deformación se realizaron en una barra de Hopkinson. La probeta del material a ensayar se une a dos barras de acero según indica la figura 1. En esta situación se genera una onda de tracción mediante el impacto de un proyectil, que se propaga por la primera barra hasta que alcanza la probeta, donde se ve parcialmente reflejada en esa misma barra y parcialmente transmitida a la segunda. Midiendo mediante bandas extensométricas las ondas de tensión incidente, reflejada, y transmitida puede determinarse la tensión y deformación en la probeta suponiendo condiciones de equilibrio, deformación uniforme y propagación unidimensional de ondas de tensión [8].

Material	Matriz	Fibra	Tipo de refuerzo	Densidad areal (kg/m <sup>2</sup> )	Contenido en fibra (% en peso)	Porosidad % en volumen)
A/PP	Polipropileno (PP)	Aramida 336 tex (*)	Tejido 0 # 90	2.31	76	5.2
A/PET1	Polietilen- tereftanato (PET)	Aramida 336 tex (*)	Tejido 0 # 90	2.15	81	17
A/PET2	Polietilen- tereftanato (PET)	Aramida 336 tex (*)	Tejido 0 # 90	2.53	67	4.6
SK/66	Polietileno (PE)	Polietileno 0.97 g/cm <sup>3</sup>	Tejido 0 # 90	0.71		
UD/66	Polietileno (PE)	Polietileno 0.97 g/cm <sup>3</sup>	Unidireccional 0 // 90	0.61		

(\*) El número de tex es el peso en g de 1000 m de hilo.

Tabla 1. Características principales de los materiales ensayados.

Material	Proceso de fabricación
A/PP	1) Bolsa de vacío a 300 Pa absolutos
	2) Autoclave. Curado:2 horas a 110 ℃ y 5 bares
	3) Autoclave. Estabilizado: 5 min. a 195°C y 19 bares
A/PET1	1) Bolsa de vacío a 300 Pa absolutos
	2) Autoclave. Curado: 1 hora a 150 °C y 5 bares
	<ol> <li>Autoclave. Estabilizado: 5 min. a 280<sup>o</sup>C y 10 bares</li> </ol>
A/PET2	1) Bolsa de vacío a 300 Pa absolutos
	2) Autoclave. Curado:2 horas a 150 ℃ y 5 bares
	3) Autoclave. Estabilizado: 5 min. a 280°C y 19 bares
SK/66	Prensado con platos calientes durante 20 min. a 120 °C Y 25 kg/cm <sup>2</sup>
UD/66	Prensado con platos calientes durante 20 min. a 120 °C Y 25 kg/cm <sup>2</sup>

Tabla 2. Procedimientos de fabricación de cada material de los utilizados

Por otra parte, la probeta utilizada en los ensayos se representa en la figura 2. Partiendo de una placa inicial se fabricaron las probetas mediante corte de chorro de agua a presión. Finalmente, en la figura 3 pueden apreciarse los detalles de las mordazas empleadas para la unión de las probetas a la máquina de ensayos y a la barra de Hopkinson. Puesto que el tamaño de las probetas es relativamente pequeño se realizó una serie de ensayos estáticos con probetas estándar, cuatro veces mayores, con la intención de comparar los resultados. En esta última serie de ensayos las probetas se fijaron a la máquina con mordazas tradicionales y no se observó un cambio sustancial en los resultados.



Figura 1. Dispositivo experimental para ensayos dinámicos.



Figura 2. Esquema de la probeta utilizada (dimensiones en mm).



Figura 3. Imagen de las mordazas utilizadas

## 4. RESULTADOS.

En la tabla 3 se presentan los resultados medios de la tensión de rotura, deformación de rotura y velocidad de deformación para los distintos materiales y condiciones. Así mismo, se añaden las dispersiones que afectan a estos valores medios en cada condición. No se aportan resultados a  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> para el material UD/66 porque resultó imposible romper las probetas a esta velocidad de deformación. Durante estos ensayos las capas internas resbalaron respecto de las externas unidas a las mordazas.

Las gráficas de las figuras 4 y 5 muestran las variaciones de la tensión de rotura y deformación de rotura con la velocidad de deformación, respectivamente.

En la figura 6 se comparan, como ejemplo, las curvas tensión-deformación a las tres velocidades de deformación para el material A/PET1.

# 5. DISCUSION.

Antes de entrar en discusión sobre los resultados obtenidos debe hacerse notar que en la tabla 3 se han incluido únicamente aquellos datos que corresponden a ensayos en los que el proceso de rotura es claramente de tracción. No están, por tanto, incluidos los ensayos donde el aspecto final de las probetas sugiere un proceso de rotura mezcla de tracción y lo que se conoce como "pull out" (rotura de parte de algunas fibras y deslizamiento de las restantes). Las variaciones de la tensión de rotura con la velocidad de deformación tienen tendencias similares a las encontradas en materiales más tradicionales, si bien el aumento de la tensión de rotura en condiciones dinámicas es espectacular para la mayoría de los materiales ensayados (Figura 4) Es de destacar el aumento de aproximadamente el 75 % observado en los materiales compuestos de fibra de polietileno. La situación intermedia de los valores encontrados para los ensayos a velocidades de deformación medias aportan confianza sobre los resultados dinámicos determinados en la barra de Hopkinson. Por otra parte, este aumento con la velocidad de deformación está en la línea de lo encontrado por otros investigadores en materiales compuestos distintos (menor contenido en fibra), pero utilizando las mismas técnicas experimentales [4 a 7]. Desafortunadamente, las variaciones de la deformación de rotura con la velocidad de deformación resultan mucho menos fiables, dado que el proceso de medida de esta magnitud es indirecto a través del desplazamiento del cabezal de la máquina o del desplazamiento relativo de las barras de carga dinámica. En cualquier caso, aunque sólo sea de modo cualitativo, se observa una tendencia general al descenso de esta magnitud con el aumento de la velocidad de deformación. Obviamente, la instrumentalización de las probetas con bandas extensométricas sería la solución a adoptar para aumentar el grado de confianza de los resultados de la deformación, aunque debe recordarse que el pequeño tamaño de las probetas dificulta en gran medida esta alternativa. En cualquier caso, es en esta dirección en la que deben centrase los esfuerzos de mejora, salvo que

Velocidad de deformación	10-	3 s-1	1 :	5-1	10 <sup>3</sup> s <sup>-1</sup>		
Material	Tensión (MPa)	Deformación	Tensión (MPa)	Deformación	Tensión (MPa)	Deformación	
A/PP	495	0,069	518	0,068	575	0,039	
	S = 6%	S =12%	S = 16%	S = 9%	S = 12%	S = 21%	
A/PET1	270	0,047	331	0,050	405	0,009	
	S = 3%	S = 12%	S = 7%	S = 4%	S = 4%	S = 15%	
A/PET2	377	0,066	474	0,058	510	0,029	
	S = 1%	S = 11%	S = 4%	S = 5%	S = 19%	S = 21%	
SK/66	405	0.102	460	0,064	631	0,025	
	S = 6%	S = 8%	S = 7%	S = 4%	S = 14%	S 15%	
UD/66	an. an an an an an	30 90 10 10 10 10 10	372 S = 9%	0,053 S = 19%	654 S = 7%	0,016 S = 21%	

Tabla 3. Resultados medios obtenidos en los ensayos de tracción a diferentes velocidades de deformación.



Figura 4. Variación de la tensión de rotura con la velocidad de deformación.



Figura 5. Variación de la deformación de rotura con la velocidad de deformación.

pudieran incorporarse técnicas ópticas con la rapidez adecuada para seguir el proceso de deformación a altas velocidades.

Por otra parte, debe llamarse la atención sobre el comportamiento no lineal de estos materiales compuestos. Como ponen de manifiesto las curvas tensión-deformación mostradas en la figura 6, existe una zona inicial en la que el tejido parece estar "colocándose" en la posición adecuada para soportar un mayor nivel de la fuerza exterior aplicada. Una vez superada esta fase la respuesta del material es bastante lineal. La fase inicial solo esta presente en los ensayos estáticos e intermedios y esta circunstancia explicaría el descenso de la deformación de rotura

Por último, en cuanto a los valores de la velocidad de deformación debe aclararse que el valor presentado en las tablas de resultados corresponde al valor medio en el momento de la rotura del material. El tipo de comportamiento de estos materiales (Figura 6) tiene como consecuencia un aumento continuo de la velocidad de deformación durante el ensayo. Este hecho introduce una nueva incógnita en los resultados, puesto que no puede asignarse un valor a la velocidad de deformación del ensayo en su conjunto.



Figura 6. Curvas tensión deformación para el A/PET1 a diferentes velocidades de deformación.

#### 6. CONCLUSIONES.

A la vista de los resultados obtenidos en este trabajo pueden establecerse las siguientes conclusiones:

- La velocidad de deformación tiene una influencia notable en el comportamiento de los materiales compuestos ensayados. La tensión de rotura aumenta con la velocidad de deformación y la deformación de rotura parece reducirse considerablemente.

 Las curvas tensión-deformación dinámicas suelen ser mucho más lineales que las correspondientes a menores velocidades de deformación.

- Los materiales compuestos de fibra de polietileno presentan una mayor dependencia de sus propiedades con la velocidad de deformación que los de fibra de aramida.

- Dentro de los materiales reforzados con fibra de aramida, los mejores resultados se obtienen cuando se utiliza matriz de polipropileno (mayores tensión y deformación de rotura).

Agradecimientos. Este trabajo se ha realizado gracias al apoyo económico recibido de la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (proyecto MAT92-1022-C02-02) y de la Universidad Politécnica de Madrid (proyecto A94-22).

# 7. REFERENCIAS.

- Abrate S., "Impact on laminated composite materials". Appl. Mech. Rev. 44, 4, 155-186. (1991).
- [2] Dorey G. " An overview of impact damage in composites". Int. Conf. Mech. Prop. Materials at High Rates of Strain. Oxford 395-401 (1989)
- [3] H. Kolsky, "An Investigation of the Mechanical Properties of Materials at Very High Rates of Loading". Proc. R. Soc. B, 62, 676.(1949)
- [4] Rodríguez J., Martínez M.A., Cortés R., Sánchez Gálvez V. "Criterios para la realización de ensayos de tracción en metales a altas velocidades de deformación". Anales de mecanica de la Fractura 11 141-147 (1994).
- [5] Lataillade J.L., Delaet M., Collombet F.,
   "Damage testing of crossply laminates under high strain rates". ICCM9, 5 (1993) 358-365.
- [6] Harding J., "Impact of composite structures". Lecture notes for a Short Course on Mech. Prop. Materials at High Rates of Strain. Universidad de Oxford (1992).
- [7] Staab G.H., Gilat A., "High strain rate characterization of angle-ply glass/epoxy laminates". ICCM9, 5 (1993) 278-285.
- [8] J. Harding, E.D. Wood y J.D. Campbell (1960), "Tensile Testing of Materials at Impact Rates of Strain", J. Mech. Eng. Sci., Vol 2, pp 88 to 96.

## TRAYECTORIAS DE ROTURA EN MODO MIXTO

#### J. Gálvez, G.V. Guinea, M. Elices

# Universidad Politécnica de Madrid (UPM) Departamento de Ciencia de Materiales E.T.S.I. Caminos, Ciudad Universitaria, 28040 Madrid

**Resumen.** Este trabajo es un resumen de la investigación desarrollada sobre la propagación de fisuras en modo mixto. Se presenta una disposición de ensayo que permite la modificación de las trayectorias de las fisuras mediante la aplicación de cargas no proporcionales. El estudio está centrado en el comportamiento de los ensayos un vez superada la carga máxima, y pone de manifiesto la importancia de la estabilidad de los ensayos de cara a la correcta predicción del ángulo inicial de propagación de la fisura y su trayectoria. Además, se ha comprobado la gran dependencia de los resultados de las condiciones de contorno, la dispersión de los resultados de cargas máximas frente a las predicciones teóricas y la escasa dispersión frente a las predicciones de ángulo inicial de propagación y trayectoria.

Abstract. This work is a resume of a research project in mixed mode fracture. We present an unusual mixed mode fracture test; this test permits an arbitrary path crack growth of the flaw, and it is based in non proportional combination loads. The research is focussed in the post-peak behaviour test, and it highlights the importance of stability tests to predict the initial crack extention angle and the crack trajectory. Moreover, we have found a strong dependence between contour conditions and test results, and a high scatter in maximum loads and narrow scatter in propagation crack angles and trajectories.

#### **1. INTRODUCCION**

El análisis de la estabilidad y la predicción de la carga última en estructuras con grietas es abordable mediante el empleo de la Mecánica de la Fractura. De ordinario, la combinación de tensiones en el fondo de la entalla conduce a modos mixtos de fractura. En este trabajo nos limitamos al estudio de los modos I y II, que aunque ha sido abordado desde hace años [1] y existen recientes investigaciones para diversos materiales [2], [3] y [4], hay aspectos que deben tratarse con mayor profundidad.

El adecuado análisis del ensayo una vez superada la carga máxima (gráficos carga-desplazamiento) es necesario en orden a la correcta predicción de la trayectoria de la fisura y de la energía específica de fractura,  $G_F$ . Las investigaciones de la literatura [2] y [3] están encaminadas a la predicción de cargas últimas y ángulo inicial de propagación de la fisura, sin considerar la influencia de la estabilidad del ensayo en la trayectoria de la fisura y en su ángulo inicial de

propagación. Además, las geometrías habituales en los ensayos (carga en tres puntos, carga en cuatro puntos, ensayo brasileño y "push-off") conducen a trayectorias de fisuras fácilmente predecibles en una estrecha banda, y el empleo de cargas proporcionales no permite modificar arbitrariamente esta trayectoria.

Existe una gran dispersión de resultados de cargas máximas bajo distintas relaciones  $K_{II}/K_I$ . Esta dispersión es atribuida por algunos autores [2] a pequeñas desviaciones en el fondo de la entalla; es necesario un estudio más detallado de la influencia de estas desviaciones en la trayectoria de la fisura y en la carga última.

Los objetivos de la presente investigación son:

 Realizar un estudio detallado de las trayectorias de fisuras bajo modo mixto (I y II), con atención especial a las condiciones de contorno y al comportamiento del ensayo una vez superada la carga máxima.

- b) Análizar la influencia de la estabilidad del ensayo en el ángulo inicial de propagación y la trayectoria de la fisura.
- c) Predecir las trayectorias y las cargas últimas bajo combinaciones de cargas que no crecen proporcionalmente.

#### 2. PROPAGACION DE FISURAS EN MODO MIXTO

Se han desarrollado varias teorías de fractura elástica en modo mixto, que establecen el criterio de propagación de la fisura y su ángulo inicial en función de los valores de los factores de intensidad de tensiones,  $K_I y$  $K_{II}$ , en el fondo de la entalla. De entre ellas, dos de las más extendidas son:

#### Criterio de la Tensión Principal Máxima (TPM) [5]

En el plano, las componentes de las tensiones en el fondo de la entalla se pueden expresar como se indica a continuación (sitema de coordenadas polares con origen en el fondo de la entalla):

$$\sigma_{\theta} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ K_I \cos^2 \frac{\theta}{2} - \frac{3}{2} K_{II} \sin \theta \right] \quad (1)$$

$$\tau_{r\theta} = \frac{1}{2\sqrt{2\pi r}} \cos\frac{\theta}{2} \left[ K_I \sin\theta + K_{II} (3\cos\theta - 1) \right] \quad (2)$$

Este criterio postula que la fisura se propaga según la dirección normal a la tensión principal máxima.  $\sigma_{\theta}$  es máxima si  $\tau_{r\theta}$  es nula, lo que corresponde a un ángulo de propagación  $\theta = \theta_m$ , obtenido de acuerdo con:

$$\theta_m = 2 \tan^{-1} \left[ \frac{1}{4} \frac{K_I}{K_{II}} \pm \sqrt{\left(\frac{K_I}{K_{II}}\right)^2 + 8} \right]$$
(3)

con el siguiente criterio de propagación:

$$K_{Ic} = K_I \cos^3 \frac{\theta_m}{2} - 3K_{II} \cos^2 \frac{\theta_m}{2} \sin \frac{\theta_m}{2}$$
(4)

# Criterio de la Densidad de Energía de Deformación (DED) [6]

Este criterio propone que la propagación de la fisura tiene lugar en la dirección de mínima densidad de energía de deformación. La densidad de energía de deformación por unidad de volumen en modo mixto es:

$$\frac{dW}{dV} = \frac{S(\theta)}{r} = \frac{1}{r} \left( a_{11} K_I^2 + 2a_{12} K_I K_{II} + a_{22} K_{II}^2 \right)$$
(5)

$$a_{11} = \frac{1}{16\mu} \left[ (1 + \cos\theta)(\kappa - \cos\theta) \right]$$

$$a_{12} = \frac{1}{16\mu} \sin \theta (2\cos \theta - \kappa + 1)$$

$$a_{22} = \frac{1}{16\mu} [(\kappa + 1)(1 - \cos \theta) + (1 + \cos \theta)(3\cos \theta - 1)]$$

$$\kappa = 3 - 4\nu \quad \text{deformation plana}$$

$$\kappa = (3 - 4\nu)/(1 + \nu) \quad \text{tension plana}$$

$$\mu = \frac{E}{2(1 + \nu)}$$

E es el módulo de Young y v el coeficiente de Poisson.

La propagación de la fisura tiene lugar según la dirección de mínima energía de deformación:

$$\frac{dS}{d\theta} = 0; \qquad \frac{d^2S}{d\theta^2} > 0 \tag{6}$$

siendo el criterio de propagación de la fisura:

$$K_{Ic} = \left[\frac{16\mu}{2(\kappa-1)} \left(a_{11}K_{I}^{2} + 2a_{12}K_{I}K_{II} + a_{22}K_{II}^{2}\right)_{\theta=\theta_{m}}\right]^{1/2}$$
(7)

se debe tener en cuenta que en este criterio el ángulo de propagación de la fisura depende del valor del coeficiente de Poisson, *v*.

En la Figura 1 se presentan graficamente los valores de los ángulos iniciales de propagación de la fisura,  $\theta_m$ , en función de la relación  $K_{II}/K_I$  en el fondo de la entalla para los dos criterios.



**Figura 1.** Angulo de propagación de la fisura en función de  $K_{II}/K_I$  para las teorías TPM y DED.

Para comparar los resultados experimentales con las predicciones hechas por las dos teorías, se ha empleado el programa FRANC2D [7]. Se trata de un programa de elementos finitos para fractura plana que implementa las teorías TPM y DED.

# 3. ENSAYOS DE FRACTURA EN MODO MIXTO

Para la realización de los ensayos de han adoptado dos geometrías distintas: *Viga Doble en Voladizo* (DCB) y *Flexión en Tres Puntos* (TPB) asimétrica. Las siglas corresponden a las inciciales de su denominación en inglés.

El material empleado es Polimetilmetacrilato (PMMA), con las siguientes propiedades mecánicas: módulo de elasticidad: E = 2890 MPa; resistencia a tracción:  $f_t = 57$ MPa; tenacidad de fractura:  $K_{Ic} = 1.13$  MPa $\sqrt{m}$ ; coeficiente de Poisson: v = 0.4 y densidad:  $\rho = 1.2$  gr/cm<sup>3</sup>.

Las entallas han sido mecanizadas en su parte inicial con disco circular y se ha propagado con una cuchilla su parte final, a fin de disponer de una fisura real al iniciar el ensayo.

Los ensayos se han realizado con una máquina servocontrolada INSTRON 8501. Para la medida de la *Apertura de la Boca de la Fisura* (CMOD) se ha empleado un extensómetro INSTRON de recorrido  $\pm$  2.5 mm, y uno por mil de error a fondo de escala. La carga ha sido medida con una célula de carga INSTRON de 5 kN y un error del uno por mil a fondo de escala.

Para comparar los resultados experimentales respecto a las predicciones teóricas de los ángulos iniciales de propagación y de las trayectorias de las fisuras, se han medido, para cada probeta, las coordenadas exactas de las fisuras iniciales y de las trayectorias de las fisuras con un proyector de perfiles.

#### 3.1. Probetas Viga Doble en Voladizo (DCB)

El primer tipo de ensayos corresponde a probetas *Viga Doble en Voladizo* (DCB) con un peso *W* colgado en su extremo (Figura 2). Tal y como se detalla en la Tabla 1 se han ensayado 3 series de probetas. El interés de esta disposición de ensayo es la no proporcionalidad de las cargas actuantes, lo que permite modificar de modo arbitrario la trayectoria de la fisura al seleccionar distintos pesos colgados.



Figura 2. Probeta empleada en los ensayos DCB modo mixto con PMMA (espesor 18 mm).

La Serie DCB/2/\* tuvo como finalidad la comparación de los resultados experimentales con las predicciones del programa FRANC2D. En la Serie DCB/3/\* la fisura se propagó en dos fases, como se indica en la Tabla 1; primero una cierta distancia, se procedió a descargar e invertir la posición de la probeta, y se continuó la propagación de la grieta hasta el final con un nuevo peso colgado; se trataba de verificar si los modelos numéricos eran capaces de predecir tan arbitraria trayectoria. La Serie DCB/4/\* tuvo como finalidad la comparación de resultados de ensayos estables frente a ensayos inestables.

(1995)

 Tabla 1. Características de las distintas Series de probetas DCB ensayadas en modo mixto.

Probeta	W	Control	Observac.
DCB/2/1	79.4 N	Posición	Estable
DCB/2/2	79.4 N	Posición	Estable
DCB/2/3	79.4 N	Posición	Estable
DCB/2/4	79.4 N	Posición	Estable
DCB/2/5	79.4 N	Posición	Estable
DCB/3/1	74.2 N (1 <sup>ª</sup> fase) 152.8 N (2 <sup>ª</sup> fase)	Posición	Estable
DCB/3/3	74.2 N (1 <sup>ª</sup> fase) 152.8 N (2 <sup>ª</sup> fase)	Posición	Estable
DCB/3/5	74.2 N (1 <sup>ª</sup> fase) 152.8 N (2 <sup>ª</sup> fase)	Posición	Estable
DCB/4/1	79.7 N	CMOD	Estable
DCB/4/2	79.7 N	Carga	Inestable
DCB/4/3	79.7 N	Carga	nestable
DCB/4/4	79.7 N	CMOD	Estable
DCB/4/5	79.7 N	Carga	Inestable
DCB/4/6	79.7 N	CMOD	Estable
DCB/4/7	79.7 N	Carga	Inestable

#### 3.2. Probetas Flexión en Tres Puntos (TPB) asimétricas

El segundo tipo de ensayos corresponde a probetas de *Flexión en Tres Puntos*(TPB) asimétricas (Figura 3). Se han realizado cuatro series de ensayos con esta geometría. En la Tabla 2 se detallan las características de cada Serie. La relación  $K_{II}/K_I$  inicial se ha modificado variando la distancia *b* del apoyo derecho de la viga al plano vertical de la fisura (Figura 3). La distancia *b* mínima vino condicionada por el espacio físico necesario para introducir el medidor de CMOD.

La Serie TPB/1/\* se empleó para la determinar las características mecánicas del material empleado. Las Series TPB/2/\* y TPB/3/\* para la predicción de trayectorias y cargas máximas con una relación  $K_{II}/K_I$  0.41 y comparación de resultados con comportamiento estable e inestable. En la Serie TPB/4/\* se ensayaron probetas con varias relaciones  $K_{II}/K_I$ 





 Tabla 2. Características de las distintas Series de probetas TPB asimétricas ensayadas en modo mixto.

Probeta	а	b	K <sub>II</sub> /K <sub>I</sub>	Control	Obser.
	(mm)	(mm)			
TTDD /1 /1	20	100	0.0	0100	Parable
1PB/1/1	30	120	0.0	CMOD	Estable
1PB/1/2	30	120	0.0	CMOD	Estable
1PB/1/3	30	120	0.0	CMOD	Estable
TPB/1/4	30	120	0.0	CMOD	Estable
TPB/1/5	24	120	0.0	CMOD	Estable
TPB/1/6	24	120	0.0	CMOD	Estable
TPB/1/7	24	120	0.0	CMOD	Estable
TPB/2/1	30	20	0.41	CMOD	Estable
TPB/2/2	30	20	0.41	CMOD	Estable
TPB/2/3	30	20	0.41	CMOD	Estable
TPB/2/4	30	20	0.41	CMOD	Estable
TPB/2/5	30	20	0.41	Posición	Inestable
TPB/2/6	30	20	0.41	Posición	Inestable
TPB/3/1	30	20	0.41	Carga	Inestable
TPB/3/2	30	20	0.41	Carga	Inestable
TPB/3/3	30	20	0.41	Carga	Inestable
TPB/3/4	30	20	0.41	Carga	Inestable
TPR // /1	24	20	0.41	CMOD	Ectable
TPR/4/2	24	20	0.41	CMOD	Estable
TPB/4/4	24	20	0.41	CMOD	Estable
TPB/4/5	24	15	0.57	CMOD	Estable
TPB/4/6	24	15	0.57	CMOD	Estable
TPB/4/7	24	15	0.57	CMOD	Estable
TPB/4/8	24	12	0.83	CMOD	Estable
TPB/4/9	24	12	0.83	CMOD	Estable
TPB/4/10	24	12	0.83	CMOD	Estable

#### 4. RESULTADOS

#### 4.1. Probetas DCB

Las Figura 4 y 5 presentan las trayectorias experimentales de los ensayos en modo mixto de las probetas de la Serie DCB/2/\*, correspondientes a ensayos estables, y se comparan con la predicción hecha por el modelo numérico con el programa FRAN2D. La Figura 5 corresponde a la probeta DCB/2/2, en la que la entalla inicial presentaba una pequeña desviación respecto a su plano de fisura.

La Figura 6 presenta la trayectoria de la fisura de la probeta DCB/3/5, en la que la fisura se propagó una cierta distancia bajo la acción de la carga P y un peso W de 74.2 N (Figura 2), se procedió a descargar la probeta, invertir su posición, colgar un nuevo peso W de 152.8 N y continuar la propagación de la fisura hasta la rotura de la probeta. Se compara la trayectoria experimental con la predicción numérica corres-pondiente al programa FRANC2D. Similares resultados se obtuvieron para el resto de las probetas de la Serie DCB/3/\*.



**Figura 4.** Trayectorias de las fisuras en modo mixto de las probetas de la Serie DCB/2/\* y predicción del programa FRANC2D.



**Figura 5.** Trayectoria de la fisuras en modo mixto de la probeta DCB/2/2 y predicción del programa FRANC2D.



Figura 6. Trayectoria de la fisura en modo mixto de la probeta DCB/3/5 y predicción del programa FRANC.

Las Figuras 7 y 8 presentan las trayectorias de las fisuras correspondientes a los ensayos en modo mixto de las probetas de la Serie DCB/4/\*. Se puede apreciar una importante diferencia entre los resultados correspondientes a los ensayos estables frente a los inestables. Las trayectorias de las fisuras en los ensayos estables son coincidentes entre sí y con las predicciones hechas por la teoría. Las trayectorias de las fisuras y los ángulos iniciales de propagación de la fisura en los ensayos inestables presentan una gran dispersión entre ellos y no se adecúan a las predicciones numéricas; esto es debido a que, una vez superada la carga máxima, el ensayo se hace inestable y aparecen fenómenos dinámicos, no contemplados en los modelos numéricos de comportamiento quasiestático. La pérdida de control modifica las condiciones dinámicas de un ensayo a otro, lo que explica las diferentes trayectorias presentadas por las probetas ensayadas inestablemente.



Figura 7. Trayectorias de la fisuras en modo mixto de las probetas DCB/4/\* y con un peso colgado de 79.7 N. Comparación de trayectorias ensayos estables e inestables.

#### 4.2. Probetas TPB asimétricas

Las Figuras 9 y 10 presentan las trayectorias de las fisuras de los ensayos en modo mixto de las probetas de la Serie TPB/2/\*, y se comparan con la predicción hecha por el modelo numérico con el programa FRANC2D. En este caso también se aprecia la coincidencia entre sí, y con la predicción numérica, de las trayectorias correspondientes a los ensayos estables,



Figura 8. Trayectorias de la fisuras en modo mixto de las probetas DCB/4/\* y con un peso colgado de 36.6 N. Comparación de trayectorias ensayos estables e inestables.

y la dispersión de trayectorias en el caso de los ensayos inestables, por razones análogas a las de las probetas DCB. Además las trayectorias correspondientes a los ensayos inestables son casi rectas, frente a la forma curva de las trayectorias de los ensayos estables. El ángulo inicial de propagación de los ensayos inestables es un 25 % menor que el de los ensayos estables.



Figura 9. Trayectoria de Figura 10. Trayectoria de las fisuras en modo mixto de las probetas TPB/2/\*. Ensayos estables

las fisuras en modo mixto de las probetas TPB/2/\*. Ensayos estables e inestables

La Figura 11 presenta el ángulo inicial de propagación de la fisura para todos ensayos realizados en función del valor de  $K_{II}/K_{I}$ . Cada punto representa el valor medio de los ensayos iguales. Los valores experimentales se comparan con las curvas correspondientes a las teorías TPM y DED, detalladas más arriba. Si bien la dispersión propia de unos resultados experimentales no permite realizar una afirmación rotunda, en la Figura 11 se aprecia una muy correcta adecuación entre teoría y resultados experimentales para los ensayos estables, y una menor adecuación para los ensayos inestables, con diferencias de hasta un 17 % en el ángulo inicial de propagación de la fisura.



**Figura 11.** Angulo inicial de propagación de las fisuras en los ensayos de modo mixto. Comparación con las teorías TPM y DED.

## **5. CONCLUSIONES**

A la vista de los resultados de los ensayos realizados y su comparación con las teorías de fractura en modo mixto podemos concluir:

- Se ha presentado un nuevo tipo de ensayo para fractura en modo mixto, la probeta *Doble Viga en Voladizo*(DCB) con un peso colgado (Figura 2), que permite la selección arbitraria de las trayectorias de las fisuras al solicitar la probeta con cargas no proporcionales.
- 2) El comportamiento estable de los ensayos, una vez superada la carga máxima, es condición necesaria para una correcta determinación del ángulo inicial de propagación de la fisura y su trayectoria. Los ensayos inestables dan lugar a variaciones importantes del ángulo inicial y de la trayectoria de la fisura.
- Los ensayos de fractura en modo mixto realizados son muy dependientes de las condiciones de contorno. Pequeñas variaciones en la entalla inicial conducen a trayectorias de las

fisuras muy diferentes, pudiendo incluso cambiar el signo de la curvatura.

- 4) Aunque se parta de una relación K<sub>II</sub>/K<sub>I</sub> alta, una vez iniciada la propagación de la fisura, parece que ésta pasa a ser gobernada por un modo I local. Este aspecto, comprobado experimentalmente, se pone también de manifiesto en el cálculo por el Método de los Elementos Finitos.
- 5) Los ángulos de propagación de las fisuras en los ensayos estables presentan un dispersión muy pequeña y se adecúan a las predicciones numéricas. Los resultados de cargas máximas presentan una dispersión mucho mayor.

#### **6. REFERENCIAS**

- [1] Broek, D., "Elementary Engineering Fracture Mechanics", Third Ed., M. Nijhoff Publishers, 1982
- [2] Mahajan, M.V., Ravi-Chandar, K., "An Experimental Investigation of Mixed-Mode Fracture", International Journal of Fracture 41, pp. 235-252(1989).
- [3] Maccagno, T.M., Knott, J.F., "The Fracture Behaviour of PMMA in Mixed Modes I and II", Engineering Fracture Mechanics 34, pp. 65-86, (1989)
- [4] Maji, A.K., Tasdemir, M.A., Shah, S.P., "Mixed Mode Crack Propagation in Quasi-Brittle Materials", Engineering Fracture Mechanics 38, pp. 129-145 (1991).
- [5] Erdogan, F., Sih, G.C., "On the Crack Extention in Plates Under Plane Loading and Transverse Load", Journal Basic Engineering 85, pp. 519-527 (1963).
- [6] Sih, G.C., "Strain Energy Density Factor Applied to Mixed Mode Crack Problems", International Journal of Fracture 10, pp. 305-322 (1974).
- [7] "FRANC2D: A Two-Dimensional Crack Propagation Simulator", Version 2.7, NASA, 1994.

#### 7. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología y a la Dirección General de Investigación Científica y Técnica la financiación de este trabajo a través de los proyectos MAT 94-0120-003 y PB 93-0031.

# EFECTO COMBINADO DEL TAMAÑO RELATIVO DE LOS GRANOS Y DE LAS PARTÍCULAS FRÁGILES SOBRE LA FRACTURA FRÁGIL DE ACEROS FERRITICOS Y BAINITICOS.

# I. Ocaña Arizcorreta, A. Martín Meizoso, J. Gil Sevillano, M. Fuentes Pérez Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián. Universidad de Navarra. Apdo. 1674, 20008 - San Sebastián

У

Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa. P° Manuel de Lardizábal, 15, 20009 - San Sebastián

**Resumen:** La fractura frágil de los aceros se relaciona inequívocamente con los tamaños de su microestructura. Muchos autores achacan el fallo frágil y la tenacidad del acero a la capacidad nucleadora de grietas por parte de segundas fases frágiles presentes en el material (carburos, inclusiones, partículas martensíticas), restando importancia a las fronteras de grano en el que éstas se encuentran embebidas. En contradicción con los anteriores, otros autores encuentran que el factor determinante de la tenacidad de su material es el tamaño de grano presente en su microestructura. Esta comunicación presenta resultados de un modelo probabilístico de fractura frágil que permite estudiar los efectos de la variación independiente de las distribuciones de tamaños de partículas nucleantes de fallo y de los granos ferríticos o paquetes bainíticos. El modelo (que fue motivo de comunicaciones anteriores al Grupo Español de Fractura) se basa en la hipótesis del "weakest - link". Los resultados del modelo muestran que el factor estructural determinante de la tenacidad es distinto según el rango de tamaños relativos granos/partículas frágiles. Esto explica las contradicciones aparentes suscitadas en la bibliografía sobre esta cuestión.

Abstract: Brittle fracture in steels has been typically related to its microstructure. Several authors find that the critical structural factor in brittle fracture toughness of steels is the nucleation of cracks in brittle second phases (carbides, inclusions, martensitic particles), neglecting the effect of grain ferrite boundaries. However, other authors find that the critical factor in their material toughness is the ferritic grain size. This paper presents results of a probabilistic model of brittle fracture, which allows to compare the effect of independent changes of size distributions of particles where fracture begins, and of ferritic grains or bainitic packets into wich the cracks subsequently propagate. The model (presented in a previous meeting of the Spanish Group of Fracture) is based in the "weakest - link" concept. Results of model show that the structural factor responsible of brittle fracture toughness level depends on the relative sizes og grains vs. brittle particles. That explains the apparent contradiction on the literature about this subject.

# 1. INTRODUCCIÓN

Tradicionalmente se ha tratado de relacionar el comportamiento mecánico de los materiales con su microestructura. En el caso particular del comportamiento a fractura frágil, la dependencia típica que presentan muchos aceros es que su temperatura de transición dúctil - frágil crece con la raíz cuadrada del tamaño de grano presente en la microestructura.

Sin embargo, es evidente que la fractura por clivaje de los aceros ferríticos, e incluso de la generalidad de las aleaciones metálicas b.c.c., se origina casi siempre por rotura de una partícula o segunda fase frágil que actúa como detonante del clivajedel grano metálico circundadante o adyacente.

Sobre la influencia combinada de la estructura de los granos y de la dispersión de partículas frágiles en la tenacidad al fallo frágil hay diversas corrientes en la bibliografia. Así, hay numerosos autores que, tanto por la evidencia experimental en sus materiales como en los modelos de predicción de fractura frágil que emplean, defienden que el factor controlante de la tenacidad del acero es la nucleación y el paso de la microgrieta a través de la intercara partícula - matriz. Para ellos, el tamaño de grano ferrítico apenas influiría en la tenacidad de su material [1 - 3]. Curry y Knott [4, 5] proponen que el efecto aparente del tamaño de grano sobre la tenacidad es mera consecuencia del crecimiento simultáneo del tamaño de carburos y de granos ferríticos en los aceros (controlados ambos por la difusión). Muestran que, para un mismo acero, existe una aceptable correlación entre los tamaños medios de ambos elementos microestructurales ( $\bar{d} \approx 20\bar{c}$ ).



# ETAPAS CRITICAS

- (1) Fractura de carburo (inducida por deslizamiento).
- 2 La grieta alcanza la intercara entre el carburo y la ferrita
- 3 La grieta alcanza la intercara entre ferrita y ferrita
- Fig. 1 Sucesos concatenados necesarios para que ocurra un fallo macroscópico.

No todos los autores son unánimes a la hora de explicar los resultados experimentales. Petch [6] desarrolla una formulación de no equilibrio para la formación de las grietas de manera que se puedan considerar los efectos de las barreras matriz - matriz, que no podían ser considerados con formulaciones puramente estáticas. Con su formulación, Petch encuentra que, al crecer mucho los tamaños de los carburos, el factor controlante sobre la tenacidad pasa a ser el tamaño de grano.

En esta línea Muntz y col. [7] encuentran que la responsabilidad en la fractura frágil es compartida tanto por las partículas frágiles como por los granos en los que éstas se encuentran embebidas. Un efecto similar se produce al variar la temperatura de ensayo. Para Lin y col. [8], mientras a bajas temperaturas el factor controlante de la tenacidad de su material es la intercara partícula - matriz, al aumentar la temperatura el control pasa a las fronteras de grano. En esta misma línea está el trabajo de Linaza y col. [9 - 11] en el que además se presenta una mejora de las propiedades a



Fig. 2 Histogramas de diámetros equivalentes en volumen para el material considerado de referencia. a) carburos, b) Paquetes bainíticos.

fractura del material, al cambiar la microestructura original (ferrítico - perlítica), por una de ferrita acicular (mucho más fina), mediante tratamientos térmomecánicos. En la nueva estructura, con la misma dispersión de partículas nucleantes de fallo, las grietas se detienen en las fronteras de grano, mucho más próximas que antes.

En esta comunicación se pretende explicar la aparente contradicción existente en la bibliografia sobre el efecto combinado de los tamaños de partículas frágiles y granos, a partir de los resultados obtenidos con un modelo de fractura frágil basado en la hipótesis del "weakest - link".

# 2. MODELIZACIÓN

Se ha trabajado con un modelo probabilístico de fractura frágil basado en micromecanismos locales de fractura y en la hipótesis del "weakest - link", que ya fue motivo de comunicaciones anteriores en encuentros del Grupo Español de Fractura [12 - 14]. En el modelo se ha considerado un material cuya microestructura está formada por granos de ferrita (o paquetes bainíticos) en los que se encuentran embebidas segundas fases frágiles (carburos).

En el modelo se supone que, para que una grieta se propague catastróficamente, debe ocurrir la concatenación de tres sucesos en algún punto del material sometido a tensión (Fig. 1):

.- rotura de una partícula (o segunda fase frágil) durante la deformación plástica ("slip induced" fracture), con ayuda de las tensiones asociadas a grupos de dislocaciones (no necesariamente "pile - ups").

.- propagación de la microfractura a través de la intercara partícula - grano de ferrita circundante (a un plano {001} de descohesión de ésta) bajo la acción del estado local de tensiones, cuyo nivel depende de la temperatura y velocidad de deformación (a través de la tensión de fluencia plástica).

.- propagación de la grieta a través de las fronteras de grano (con el cambio de plano que exige la desorientación respecto al grano adyacente), también bajo el efecto de las tensiones locales.

La hipótesis del "weakest - link" nos permite suponer que se puede dividir la zona "activa" de la pieza en estudio (su zona plástica, por ser la nucleación un fenómeno inducido por deslizamiento) en un gran número de elementos de volumen, tales que el fallo de uno solo de ellos determina el fallo total de la pieza. Cada elemento  $\delta V$ , estará caracterizado por un estado local de tensiones,  $\sigma_{ij}$  (K) (donde K representa el estado macroscópico de carga de la pieza), y por un estado de deformación plástica acumulada. La posibilidad de caracterizar este último estado por un solo parámetro parece remota, pero, por ahora, por simplicidad lo representaremos por  $\varepsilon$  (K).

Si existen Nv núcleos potenciales de fallo por unidad de volumen y F es la probabilidad de fallo de un núcleo sometido a una tensión  $\sigma_{ij}$  en la zona activa, la probabilidad de fallo del volumen elemental  $\delta V$  es :

$$\delta \Phi = 1 - \exp\left[-\operatorname{Nv} F\left(\sigma_{ii}(K), \varepsilon(K)\right) \delta V\right]$$
(1)

y la probabilidad de fallo de la pieza entera será:

$$\Phi \left( \mathrm{K} \right) = 1 - \exp \left[ - \mathrm{Nv} \int \mathrm{F} \left( \sigma_{\mathrm{ij}} \left( \mathrm{K} \right) , \varepsilon \left( \mathrm{K} \right) \right) \delta \mathrm{V} \right] (2)$$

donde la integral está extendida al volumen "activo".

Una elaboración detallada de la probabilidades de fallo de los volúmenes elementales en función de las distribuciones de tamaños estructurales y capacidades de nucleación de grietas, así como de las diferentes orientaciones posibles de los elementos estructurales se ha publicado en la ref. [16].

Para la evaluación de la probabilidad de fallo frágil de una pieza, además de la descripción microestructural del material, el modelo necesita unos factores de detención de grietas en las intercaras microestructurales. Estos factores se han asimilado a unas K<sub>1</sub><sup>ab</sup> de "arrest", de forma que si, al llegar la grieta a la frontera correspondiente, debido al estado de tensiones y a su propia longitud, tiene una K mavor, la atraviesa, y si no, se detiene. Para la intercara carburo ferrita ( $K_I^{cf}$ ) se ha supuesto un valor constante. independiente de la temperatura, como proponen la mayoría de los autores [1, 9 - 11, 17]. Sin embargo, para la intercara ferrita - ferrita (K<sub>1</sub><sup>ff</sup>) se ha considerado una variación con la temperatura, como la descrita en la bibliografia, y también propuesta previamente por los autores de este artículo [16, 18].

# **3. RESULTADOS DE LA MODELIZACION**

Para la evaluación de los efectos comparados de los tamaños de partículas frágiles nucleantes y de granos de ferrita (bainita), se partió de los datos microestructurales reales de una estructura bainítica, generada por austenización a 1250 °C, mantenimiento a esta temperatura para provocar el crecimiento del grano austenítico y temple en aceite de un acero ferrítico perlítico, microaleado con 0.08 %C, 1.05 %Mn, 0.3 %Si, 0.037 %Nb, 0.055 %V y 0.4 %Ni.

A partir de los datos estructurales (histogramas de diámetros equivalentes en volumen y fracción





$$f(x) = \frac{nap}{\Gamma(p)} (x - d)^{np - 1} e^{-a(x - d)^n}, \qquad x(\mu m) > 0$$



Fig. 4 Mapa de isolíneas del factor de intensidad de tensiones al 50% de probabilidad de fallo.  $\alpha =$ 

$$10^{-5}, K_{I}^{cf} = 3MPa\sqrt{m}, K_{I}^{ff} = 7MPa\sqrt{m}.$$

volumétrica de los componentes, Fig. 2) del material real se generaron distribuciones "artificiales". geométricamente semejantes a las reales pero con sus valores medios desplazados. De esta forma se pretendía cubrir un amplio rango de relación tamaño de partícula frágil/tamaño de grano manteniendo constante la fracción volumétrica de partículas. Una vez realizado este proceso, a cada una de las distribuciones se les ajusió una función de distribución de la forma gamma de 4 parámetros (3 parámetros de forma más 1 de traslación de origen) para su implementación numérica en el modelo. Un ejemplo de las diversas distribuciones empleadas se muestra en la Fig. 3. Los resultados esperables de la utilización de otras distribuciones de partida de partículas frágiles y granos (provinientes de otro acero) serían semejantes, ya que la "forma" de los histogramas de frecuencias de tamaños estructurales es bastante similar en la mayoría de los aceros.

Los resultados obtenidos para la tenacidad (evaluada como K para el 50 % de probabilidad de fallo frágil) se pueden observar en la Fig.4. El factor  $K_1^{ff} = 7$ MPav/m utilizado es mayor que el correspondiente al propugnado por Hann [17] y frecuentemente usado por otros autores. Se ha tenido en cuenta la probable variación de este parámetro con la temperatura, en la línea ya apuntada anteriormente y, sobre todo, la validación del modelo con una amplia colección de resultados experimentales propios a -20 °C [18, 19].

Para una mejor evaluación de los efectos de una distribución de partículas muy groseras sobre la tenacidad, se repitió el proceso de cálculo con distribuciones estructurales en esa región extrema de tamaños relativos y  $K_I^{\rm eff} = 7$  MPa $\sqrt{m}$ . Los resultados KIG EN FUNCION DE C'Y G



tensiones al 50% de probabilidad de fallo.  $\alpha = 10^{-5}$ .  $K_I^{cf} = 3MPa\sqrt{m}$ .  $K_I^{ff} = 7MPa\sqrt{m}$ .

obtenidos pueden observarse en la Fig.5. Se pretendió estudiar el efecto producido por los tamaños relativos en el mecanismo de fallo total de la pieza por fractura departículasmuy grandes.

#### 4. DISCUSIÓN

En la línea apuntada en la bibliografía, para diferentes temperaturas y diferentes rangos de tamaños estructurales relativos, se observa que el comportamiento a fractura de los materiales es distinto. De la observación de las Fig.4 y 5 se puede deducir que un mapa completo de isolíneas de tenacidad al 50 % presentaría las siguientes zonas:

- Zona de tamaños de carburos pequeños (d>35c). En esta zona *el factor controlante de la tenacidad es el tamaño de los carburos* (tanto por la nucleación como por la propagación de la grieta por la intercara carburo - matriz), siendo aquella prácticamente independiente del tamaño de grano.

- Zona de transición. En esta zona, tanto los tamaños de carburos como los de los granos tienen influencia decisiva en la tenacidad. Sin embargo, la tenacidad parece ser más sensible a la variación del tamaño de carburos que a la de los granos.

- Zona de tamaños de carburos grandes (d«c).
 En esta zona, tanto la nucleación como la propagación

Ref.	dα (μm)	c (µm)	K <sub>Ic</sub> (MPa√m)	T (K)	%C
A*	110	0.22	25	77	0.25
B*	130	0.23	27	77	0.25
C*	90	0.39	50	77	0.25
D*	110	0.2	37	77	0.25
E*	9	0.205	28	77	0.25
F*	8	0.2	26	77	0.25
X65s	73	1.04	86	253	0.08
C1+	18	0.18	268	233	0.18
C2+	18	0.18	178	203	0.18
C3+	18	0.18	99	161	0.18
C4+	18	0.18	36	77	0.18
L3@	25	1.64	30	77	0.08
L7@	25	1.93	33	77	0.08
H3 a	45	1.64	24	77	0.08
H7⁄a)	45	1.93	27	77	0.08

Tabla 1. Valores de K obtenidos de la bibliografía

\* Bowen et al. [3] \$ ref. [19] + ref. [18] \$\overline{a}\$ Lin et al. [8]

posterior de la grieta por la intercara partícula - matriz, es relativamente "fácil". siendo *el factor controlante el tamaño de grano*. En este caso el tamaño de grano es determinante por el efecto de la barrera matriz - matriz.

- Zona de partículas muy grandes. Los particulas vuelven a ser los controlantes, ya que una grieta nucleada en una partícula suficientemente grande no puede ser detenida por ninguna frontera de grano.

Con los datos obtenidos con el modelo para las zonas de la Fig. 4. donde la tenacidad depende de uno sólo de los parámetros estructurales (tamaño de carburos o tamaño de grano). se realizaron ajustes empíricos de K(50%) de fallo frágil en función del tamaño estructural determinante. Se obtuvieron para ambos factores dependencias potenciales. K  $\propto$  g<sup>-0.7</sup> y K  $\propto$  c<sup>-3.9</sup>, respectivamente. Como se ve. la dependencia de la tenacidad respecto al tamaño de los carburos es mucho más fuerte que la correspondiente al tamaño de grano. En la Fig. 6, se presenta la relación entre valores experimentales de K<sub>Ic</sub> de la bibliografía (Tabla l) y los que se deducen del modelo (para 77 K, se ha considerado KIff= 5 MPav/m). Aunque se observa cierta dispersión de algunos valores (sobre todo. los



Fig. 6 Relación de los valores de K obtenidos de la bibliografía con los deducidos con el modelo. Los símbolos llenos corresponden a resultados experimentales propios

controlados por el tamaño de carburos) debido a la heterogeneidad de materiales y a la distinta procedencia bibliográfica de los resultados experimentales, la concordancia entre los valores experimentales y los deducidos por el modelo es bastante buena.

# 5. CONCLUSIONES

1. En un acero ferrítico o bainítico con nucleación de grietas de clivaje en segundas fases frágiles (carburos. carbonitruros. inclusiones no metálicas. fases MA) los tamaños de grano ferrítico (o paquete bainítico) y los tamaños de partículas son ambas importantes para la tenacidad del material.

2. Dependiendo del rango explorado de tamaños relativos de granos v particulas del material v de la temperatura de ensayo. la tenacidad puede parecer sensible а sólo uno de los componentes microestructurales citados. El fenómeno crítico para la rotura macroscópica es la nucleación del clivaje o su paso por la intercara partícula -matriz (caso de tensiones muy elevadas o partículas muy groseras) o el crice de fronteras de grano ferríticas (caso de tensiones medias y partículas relativamente grandes). En el primer caso, el tamaño de grano ferrítico apenas cuenta, mientras que en el segundo caso es el parámetro dominante.

# AGRADECIMIENTOS

El contenido de este artículo es consecuencia de un proyecto de investigación patrocinado por C.E.C.A. (D.G. XII, ECSC " Steel programme, project nº 7210/KA/934-91-F1.03a). Uno de los autores (I.O.A.)

desea expresar su sincero agradecimiento al Departamento de Educación. Universidades e Investigación del Gobierno Vasco por la beca que le ha sido concedida.

#### REFERENCIAS

- Lin, T., Evans, A.G., Ritchie, R.O., "A statistical model of brittle fracture by trangranular cleavage", J.Mech. Phys. Solids, 34, 477 (1986)
- [2] Tweed, J.H., Knott, J.F.," Micromechanisms of failure in C-Mn weld Metals", Acta Mettal., 35, 1401 (1987)
- [3] Bowen, P., Druce, S.G., Knott, J.F., "Effect of Microstructure on Cleavage Fracture in Pressure Vessel Steel", Acta Metall., 34, 1121 (1986)
- [4] Curry, D.A., Knott, J.F., "Effects of Microstructure on Cleavage Fracture Stress in Steel", Met. Sci., 12, 511 (1978)
- [5] Curry, D.A., Knott, J.F., "Effects of Microstructure on Cleavage Fracture Toughness of Quenched and Tempered Steels", Met. Sci., 13, 341 (1979)
- [6] Petch, N.J., "The influence of Grain Boundary Carbide and Grain Size on the Cleavage strength and Impact Transition Temperature of Steel", Acta Metall., 34, 1387 (1986)
- [7] Muntz, B., Tajik, S., Kavishe, F., Baker, T.J., "Influence of Grain Boundary Carbide Thickness and Grain Size on Cleavage Fracture Sterngth and Charpy Impact Behaviour of Steels", Mat. Science and Tech., 7, (1991)
- [8] Lin, T., Evans. A.G., Ritchie, R.O., "Stochastic Modelling of the Independent Roles of Particle Size and Grain Size in Transgranular Cleavage Fracture", Metall. Trans. A, 18A, 641, (1987)
- [9] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodríguez-Ibabe, J.M., Urcola, J.J., "Influence of microstructure on the ductile-brittle behaviour of engineering steels containing brittle particles". 36th. Mechanical Working and Steel Processing Conference. Baltimore (USA),1994

- [10] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodríguez-Ibabe, J.M., Urcola, J.J., "Influence of the microstructure on the fracture toughness and fracture mechanisms of forging steels microalloved with Titanium with ferrite-pearlite structures", Scripta Met. et Mat., 29, 451 (1993)
- [11] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodríguez-Ibabe, J.M., Urcola, J.J., "Improvement of fracture toughness of forging steels microalloyed with Titanium by accelerated cooling after hot working", Scripta Met, et Mat., 29, 1217 (1993)
- [12] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez-Ibabe, J.M., Urcola, J.J., "Cleavage Fracture of Microalloyed Steels", en prensa.
- [13] Gil Sevillano, J., Martín Meizoso, A., Fuentes Pérez, M., "Predicción del factor crítico de intensidad de tensiones para fallo frágil, K<sub>IC</sub>, en función de la temperatura", Anales de Mecánica de la Fractura, 8, pp. 3-8 (1991).
- [14] Ocaña Arizcorreta I., Martín Meizoso, M., Gil Sevillano, J, Fuentes Pérez. M., "Modelado de la transición dúctil-frágil. Efecto de la propagación estable de la grieta sobre la probabilidad de fallo por clivaje", Anales de Mecánica de la Fractura, 10, pp. 281-285 (1993).
- [15] Ocaña Arizcorreta, I., Martín Meizoso, M., Gil Sevillano, J., Fuentes Pérez, M., Anales de Mecánica de la Fractura, 11, 216 (1994)
- [16] Martín-Meizoso, M, Ocaña-Arizcorreta, I., Gil-Sevillano, J., Fuentes-Pérez, M., Acta Metall., 42, 2057 (1994)
- [17] Hahn, G.T., "The Influence of Microstructure on Brittle Fracture Toughness", Met. Trans. A, 15A, 947 (1984)
- [18] "Tenacidad de un acero para recipientes a presión. (A 533B C.1) en la zona de transición dúctil-fragil. Predicción del límite de propagación estable de la grieta". Informe final, Proyecto CECA 7210/KE/931 (F5-5/87), 1991.
- [19] "Predicciíon de la dispersión de la tenacidad en la zona afectada por el calor de uniones soldadas de gran espesor de acero estructural, mediante consideraciones probabilísticas basadas en micromecanismos de fractura". Informe final, Proyecto CECA 7210-KA/934-91-F1.03a, 1994.

# MICROMECANISMOS DE FRACTURA FRAGIL A 77K EN PROBETAS PREAGRIETADAS Y PROBETAS CON ENTALLA ROMA

# M.A. Linaza, J.M. Rodriguez y J.J. Urcola

# Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) y Escuela Superior de Ingenieros Industriales P°. Manuel de Lardizabal, 15, 20009 San Sebastián (Pais Vasco)

**Resumen.** Se han analizado los micromecanismos controlantes de la fractura frágil de tres aceros microaleados de forja. Los ensayos se han realizado a 77K mediante probetas CT preagrietadas por fatiga. En esas condiciones, la fractura frágil no se rige mediante modelos basados en el "weakest link", sino que se observa la presencia de puntos múltiples de inicio. Este comportamiento contrasta con el observado cuando los ensayos se realizan utilizando probetas con entalla roma, y en consecuencia, los micromecanismos controlantes del proceso frágil en los dos casos no son los mismos.

Abstract. The micromechanisms controlling the brittle fracture of microalloyed forging steels at 77K have been analysed, using fatigue precracked CT specimens. It has been observed that at 77K the fracture initiates at several points and therefore that the weakest link hipothesis is not fullfilled. It is worth emphasising that the actual behaviour on fatigue precracked specimens is totally different to that observed at the same low temperature on specimens presenting a blunted crack. This would therefore indicate that the micromechanisms controlling the brittle fracture fenomenon are also different for the two cases.

# **1. INTRODUCCION**

La fractura de los aceros en la zona de comportamiento frágil y en la transición frágil/dúctil se ha solido relacionar con modelos basados en la teoría del "weakest link". En esos modelos se considera que en el material existen distribuidas pequeñas zonas de baja tenacidad. La fractura tiene lugar cuando se alcanza la tensión crítica necesaria para fracturar una de esas zonas débiles. Desde el punto de vista microestructural, esas zonas débiles pueden ser carburos, inclusiones no metálicas, fases frágiles, etc.

En la zona de transición, la fractura frágil suele tener lugar después de una determinada propagación dúctil, pero el estallido frágil siempre comienza en un único punto [1]. En esas condiciones, el análisis fractográfico muestra inequívocamente la zona del inicio de la fractura frágil. Por otra parte, la dispersión en los resultados y la influencia del espesor de la probeta (cuanto mayor sea el volumen de ésta, mayor es la probabilidad de encontrar zonas débiles) pueden predecirse teniendo en cuenta la hipótesis del "weakest link" [2].

Sin embargo, diferentes resultados experimentales muestran que la fractura frágil a muy bajas temperaturas no se rige a través del "weakest link" [3-5]. Por una parte, el análisis fractrográfico pone de manifiesto que no existe un único punto de inicio de la fractura frágil, y por otro, la influencia del espesor de la probeta en los valores de la tenacidad no se ajusta a lo predicho por el criterio citado.

Teniendo en cuenta esas apreciaciones experimentales, Landes propone un nuevo modelo basado en el daño acumulado [5]. Según este modelo, la fractura frágil del acero a muy bajas temperaturas sólo se desencadena cuando el daño se produce en varias zonas del material. De esta forma, Landes intenta predecir la influencia del espesor de la probeta en la dispersión en los resultados, pero en ningún momento realiza una aproximación a los micromecanismos de fractura que intervienen.

En este trabajo, se ha estudiado la fractura frágil a 77K de probetas CT preagrietadas de tres aceros microaleados de forja. Los resultados de estos ensayos se han comparado con los obtenidos previamente [6] al fracturar probetas de flexión con entalla roma.

#### 2. TECNICAS EXPERIMENTALES

Las composiciones químicas de los tres aceros microaleados de forja (suministrados por AFORA (GSB), Azkoitia) que se han considerado en el presente estudio se detallan en la Tabla 1. Los tres aceros se han estudiado en condiciones de suministro con una estructura ferrítico-perlítica. Las características microestructurales más relevantes se señalan en la referencia [7].

 Tabla 1. Composición química de los tres aceros microaleados utilizados

Асего	C	Mn	Si	Р	S	V	Al	Ti	N
									(ppm)
Ti-V	.37	1.45	.56	.010	.043	.11	.024	.015	162
Ti bajo	.35	1.56	.33	.004	.007	-	.027	.028	89
Ti alto	.23	1.72	.23	.011	.009	-	.023	.044	75

Se han realizado ensayos de tenacidad  $K_{Ic}$  sobre probetas CT (espesor B=18 mm, y profundidad W=36 mm) de los tres aceros microaleados a la temperatura de -196 °C. La fractura de estas probetas ha sido totalmente frágil y se han satisfecho todos los requerimientos exigidos por la norma ASTM E399-89. El preagrietamiento por fatiga de las probetas compactas se ha llevado a cabo, a temperatura ambiente, de manera que en los estadios finales el nivel de  $\Delta K$  actuante en la punta de la grieta fuese lo más próximo posible al valor del umbral de fatiga del acero  $(\Delta K_{th} \approx 10 \text{ MPa}\sqrt{m})$ , con el objeto de que el tamaño de la zona plástica existente al inicio del ensayo fuese lo más pequeño posible. De esta manera se evita el que una parte de la población de partículas iniciadoras de fractura frágil se agrieten y se enromen como consecuencia de la plasticidad en ese volumen de material, y queden "inactivas" para iniciar fracturas frágiles (se trata de evitar el fenómeno de "warm prestressing" [8]).

Una vez realizados los ensayos, todas las probetas se sometieron a un riguroso análisis fractográfico con objeto de identificar los micromecanismos rersponsables del inicio de la fractura frágil.

# **3. RESULTADOS**

Las curvas tensión-deformación de los aceros estudiados a 77K se han determinado a través de ensayos de tracción. Los resultados obtenidos y los valores de las constantes K y n de la ecuación de Hollomon se detallan en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades mecánicas en nitrógeno líquido

Acero	σ <sub>0.2%</sub> (MPa)	R.T. (MPa)	K	n
Ti-V	1138	1219	1867	0.105
Ti bajo	1053	1194	1817	0.121
Ti alto	932	1099	1661	0.117

Los resultados de los ensayos de tenacidad, junto con los valores de  $K_{max}$  en el preagrietamiento, y los tamaños de las zonas plásticas asociadas a la punta de la grieta antes y después del ensayo de tenacidad se recogen en la Tabla 3.

Tabla 3. Tenacidad de los aceros microaleados en estado de suministro a -196 °C.

Acero	σ <sub>YS</sub> (MPa)	σ <sub>F</sub> (MPa)	Probeta	(K <sub>max</sub> ) <sub>fat</sub> (MPa√m)	(r <sub>p</sub> ) <sub>fat</sub> * (µm)	K <sub>Ic</sub> (MPa√m)	(r <sub>p</sub> ) <sub>K</sub> (µm)	$\frac{2,5\cdot(K_{Ic}/\sigma_{YS})^2}{(mm)}$
Ti-V	1138	2109	CT-3 CT-4	11.5 12.8	16.3 20.1	20.3 21.4	50.6 56.3	0.80 0.88
Ti bajo	1053	2148	CT-3 CT-4	11.1 10.8	17.7 16.7	23.4 22.6	78.6 73.3	1.23 1.15
Ti alto	932	1829	CT-5 CT-6	11.0 11.2	22.2 23.0	25.2 25.6	116.4 120.1	1.83 1.89

\*  $r_{p} = (1/2\pi) \cdot (K/\sigma_{YS})^{2}$ 

El análisis fractográfico de estas probetas indica que, a diferencia de lo que sucede cuando los ensayos se realizan utilizando geometrías con entalla roma (probetas tipo Grifffiths y Owen) [6], el origen de la fractura no es único, sino que las facetas de exfoliación de la matriz ferrítica emergen de varios puntos a lo largo del frente de grieta. A modo comparativo, en la Fig. 1 se muestran las fractografias de dos probetas del acero Ti alto ensayadas a -196°C con entalla roma y preagrietada respectivamente.



**Fig. 1.** Fractografías correspondientes a dos probetas CT del acero Ti alto ensayadas a -196°C (a) probeta con entalla roma y (b) probeta preagrietada.

Un análisis más detallado del frente de la fractura frágil pone de manifiesto la existencia de un elevado número de zonas en las cuales se ha iniciado, de una forma simultánea, la fractura frágil. Este análisis ha permitido cuantificar el número de estallidos en cada probeta y la naturaleza del mismo. Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 4.

En una misma probeta, el número de puntos en los que se ha iniciado la fractura frágil es notablemente elevado (entre 12 y 16 zonas diferentes en cada probeta). Por otra parte, en un elevado número de casos los inicios se encuentran muy próximos a la grieta de fatiga o bien parten desde su mismo extremo. Un ejemplo de ese tipo de inicio se indica en la Fig. 2. En esos casos, no ha sido posible relacionar el inicio del estallido frágil con la presencia de alguna partícula frágil.



Fig. 2. Estallido frágil originado a partir del borde de la grieta de fatiga.

	inicio fractura frágil				
Acero	Probeta	Partícula	Frente	Interior	Total
			fatiga		
Ti-V	CT-3	1	12	2	15
	CT-4	2	7	3	12
Ti baio	CT-3	1	9	6	16
ouje	CT-4	2	5	8	15
Ti alto	CT-5	2	5	8	15
unto	CT-6	3	10	2	15

Tabla 4. Localización de los inicios primarios defractura frágil.

En otros casos, el inicio ha tenido lugar en una partícula de TiN, situada también muy próxima al frente de fatiga, tal como se señala en la fractografía de la Fig.3.

Para finalizar, en el interior de las probetas se pueden encontrar estallidos frágiles iniciados en partículas de TiN, pero conectados con los estallidos primarios.

Por otra parte, el avance de la fractura frágil a partir de cada zona de inicio se caracteriza por progresar de forma paralela al frente de fatiga, siendo el crecimiento hacia el interior mucho más limitado que el que tiene lugar cuando acontece el "weakest link". En la Fig. 4 se muestra un ejemplo de dicho comportamiento.



Fig. 3. Estallido frágil primario no único iniciado a partir de una partícula de TiN,.



Fig. 4. Fractografía que muestra las direcciones de propagación de la grieta a partir de un inicio.

# 4. **DISCUSION**

El análisis fractográfico realizado pone claramente de manifiesto que los mecanismos de fractura que tienen lugar a 77K en probetas preagrietadas por fatiga no corresponden a las predicciones basadas en el "weakest link", y por lo tanto, no coinciden con los resultados obtenidos con las probetas de "Grifiths y Owen".

Teniendo en cuenta que en los tres materiales estudiados los parámetros microestructurales no han sido modificados, las diferencias de comportamientos entre probetas con entalla roma y probetas preagrietadas deben ser analizadas a partir de las distintas distribuciones de tensiones que se establecen delante del borde de la entalla y de la grieta en uno y otro caso.

La tensión crítica de fractura frágil de los tres aceros se determinó utilizando la probeta de "Griffiths y Owen" [6]. En esas condiciones, la tensión máxima actuante se encuentra en una zona situada aproximadamente a 200  $\mu$ m del borde de la entalla y mantiene un valor muy elevado (próximo al máximo) en una amplia zona. En cambio, una grieta aguda origina una concentración de tensiones muy elevada y que está restringida a una zona muy limitada. Utilizando la aproximación analítica propuesta por Schwalbe [9] para describir la evolución de la tensión tractiva en función de la distancia a la punta de la grieta (sin tener en cuenta la zona afectada por el enromamiento):

$$\sigma / \sigma_{o} = \left\{ \frac{0.3}{A + 0.1} \left( \frac{0.04}{A} \right)^{n/(n+1)} \right\} ; \quad A = d \left( \frac{\sigma_{o}}{K} \right)^{2}$$

se ha determinado para los tres aceros las distribuciones de tensiones existentes en el instante de la fractura frágil (es decir, K = K<sub>Ic</sub>). La Fig. 5 corresponde al caso del acero al Ti-V. En la misma gráfica se representa el valor de la tensión crítica de fractura frágil,  $\sigma_F$ , correspondiente a dicho acero.

Teniendo en cuenta que para que la fractura frágil se active es necesario que la tensión actuante supere el valor crítico  $\sigma_F$ , en la Fig. 5 se constata que dicha condición sólo se satisface en una zona muy estrecha (~ 20 µm para los aceros al Ti-V y al Ti bajo y ~ 30 µm para el acero al Ti alto). Por otra parte, el hecho de que en estos aceros el parámetro microestructural que define el tamaño de las facetas frágiles, es decir, la "unidad ferrítica" [1], tenga unas dimensiones superiores a las distancias anteriormente descritas, pone de manifiesto que la condición de tensión  $\sigma \ge \sigma_F$  sólo se cumple en un volumen de material muy restringido.

En esas condiciones, si una microgrieta se nuclea a partir de la fractura de algún elemento microestructural (si bien no se ha constatado la presencia de carburos o cementita en los puntos de nucleación de la fractura frágil, es presumible que la microgrieta se haya formado a partir de la rotura de los mismos), y si la tensión actuante es la adecuada, podrá propagarse atravesando la junta partícula-matriz. Sin embargo, debido a la fuerte caída de la tensión, es posible que en la junta matriz-matriz, la combinación del estado de tensiones actuante y de la orientación de la siguiente unidad ferrítica conduzcan a un frenado de la microgrieta. Con objeto de confirmar dicha hipótesis,



Fig. 5. Distribución de tensiones en las proximidades de la punta de la grieta correspondientes al acero al Ti-V. En la figura se representa la tensión crítica de fractura frágil.

se procedió a realizar cortes perpendiculares al plano de fractura y a analizar la microestructura en una franja correspondiente a la zona deformada plásticamente. El estudio puso de manifiesto la presencia de un número importante de microgrietas paradas en juntas de grano (Fig. 6). Este tipo de microgrietas no se observó nunca en los mismos aceros ensayados a 77K utilizando probetas con entalla roma.

En consecuencia, debido a la distribución de tensiones existente en la punta de la grieta, la junta matriz-matriz puede detener el avance de microgrietas.



Fig. 6. Microgrietas paradas en juntas ferríticas con distinta orientación.

Para finalizar, esa misma distribución de tensiones pone de manifiesto las dificultades que existen para que la grieta se propague, a partir de cada núcleo, de forma perpendicular al frente de fatiga. Este hecho conduce a la necesidad de que se formen puntos múltiples de inicio y que, una vez conectados, el frente de la grieta progrese a partir de ellos casi de una forma simultánea a lo largo de todo el espesor de la probeta. Este comportamiento contrasta también de una forma notable con el existente cuando predomina el "weakest link".

Resumiendo, el comportamiento micromecanístico actuante a 77K (elevado valor del límite elástico) en probetas con grietas agudas y sus diferencias con los procesos presentes a temperaturas más elevadas o en situaciones con entallas romas, está relacionado con la distribución de tensiones presente en las proximidades de la grieta, siendo muy poco relevantes las características microestructurales del material.

# 5. CONCLUSIONES

- En los aceros estudiados, a 77K, la fractura frágil de probetas preagrietadas no obedece a la hipótesis del "weakest link".
- La distribución de tensiones determina los micromecanismos de fractura operantes, conduciendo a la activación de múltiples estallidos frágiles.
- Al satisfacerse la condición de superación de tensión crítica de exfoliación en una distancia muy restringida, la junta matriz-matriz puede detener el avance de las microgrietas. Este comportamiento difiere del observado cuando se cumple la hipótesis del "weakest link" (probetas con entalla roma a 77K y probetas preagrietadas ensayadas a temperaturas más elevadas).

# 6. AGRADECIMIENTO

M. A. Linaza agradece al Gobierno Vasco-Eusko Jaurlaritza la concesión de una beca de investigación.

## 7. REFERENCIAS

- Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Script. Met. and Mat., 29, 451-456 (1993).
- [2] Heerens, J., Zerbst, U. y Schwalbe, K.H., Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 16, 1213-1230 (1993).
- [3] Heerens, J., Zerbst, U., Bauschke, H.M. y Schwalbe, K.H., ECF 10, (ed. K.H. Schwalbe y C. Berger), Berlin, 1015-1026 (1994).
- [4] McCabe, D.E., Fracture Mechanics: Twenty-Third Symposium, ASTM STP 1189 (ed. R. Chona), Filadelfia, 80-94 (1993).
- [5] Landes, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 16, 1161-1174 (1993).
- [6] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Script. Met. and Mat., 32, 395-400 (1995).
- [7] Linaza, M.A. Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Anales de Mecánica de la Fractura, 10, 56-63 (1993).
- [8] Knott, J.F., ECF9 (ed. A. Sedmak et al.), 1375-1400 (1992).
- [9] Schwalbe, K.H., Trans. of the ASM, 186-188 (1977).

# ESTIMACION DE LA ENERGIA ESPECIFICA γ<sub>mm</sub> EN PROCESOS DE FRACTURA FRÁGIL: SU DEPENDENCIA CON LA TEMPERATURA

# M.A. Linaza, J.L. Romero, J.M. Rodriguez Ibabe y J.J. Urcola

# Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) y Escuela Superior de Ingenieros Industriales P°. Manuel de Lardizabal, 15, 20009 San Sebastián (País Vasco)

**Resumen.** Se ha estimado el valor de la energía  $\gamma_{mm}$  necesaria para que una microgrieta atraviese la junta matriz-matriz y se propague de una forma frágil. El estudio se ha realizado analizando el comportamiento de cinco aceros microaleados a 77K y a temperatura ambiente. Mientras que a 77K el valor de  $\gamma_{mm}$  es inferior a 75 J/m<sup>2</sup>, a temperatura ambiente toma un valor próximo a 300 J/m<sup>2</sup>. Este es el motivo por el cual mientras que a 77K el proceso de la fractura frágil está controlado por la propagación de la microgrieta a través de la intercara partícula-matriz, a temperatura ambiente lo está por la junta matriz-matriz.

Abstract. The energy  $\gamma_{\rm mm}$  necessary for the propagation of a microcrack in a brittle way through the matrix-matrix interfaces has been calculated. The reported data correspond to results obtained from five microalloyed steels tested at 77K (liquid nitrogen) and at room temperature. The values of the energy at 77K are below 75 J/m<sup>2</sup>, on the contrary at room temperature this energy takes a value close to 300 J/m<sup>2</sup>. This clearly indicates that at 77K the process of brittle fracture is not controlled by the matrix-matrix boundaries, but by the boundary between the particle, which originates the cleavage crack and the matrix. On the contrary at room temperature the parameter controlling the propagation process is matix-matrix boundary.

# **1. INTRODUCCION**

El proceso físico de la fractura frágil de los aceros puede descomponerse en tres fases. En la primera fase en un determinado elemento microestructural se nuclea una microgrieta (el elemento microestructural puede ser un grano de ferrita, un bloque de perlita, una fase frágil (martensita por ejemplo) o inclusiones no metálicas). En la segunda fase, para que la microgrieta progrese en su crecimiento es necesario que atraviese la intercara partícula matriz hasta llegar a la primera junta matriz-matriz, para lo cual debe superar la energía específica de superficie  $\gamma_{pm}$ . Finalmente, para que la microgrieta continue propagándose a lo largo de la matriz es necesario que atraviese la junta matrizmatriz, lo que implica la superación de la energía de dicha junta, ymm. En la práctica, el proceso es dinámico, con lo cual las tres fases tienen lugar una a continuación de otra produciendo la rotura catastrófica frágil del acero.

El que a una temperatura determinada, la fractura frágil esté controlada por la fase 2 o la fase 3 dependerá de los valores que tomen las energías  $\gamma_{pm}$  y  $\gamma_{mm}$  y de los parámetros microestructurales del material. En el presente trabajo se va a analizar la dependencia de la energía  $\gamma_{mm}$  con la temperatura y su incidencia en la tenacidad de cinco aceros microaleados.

# 2. TECNICAS EXPERIMENTALES

En el presente estudio se ha analizado el comportamiento de cinco aceros microaleados de forja (suministrados por GSB, Azkoitia). Dos de los aceros son microaleados al Ti-V, otros dos al Ti y el quinto es un acero C-Mn-B (tratado con Ti). En condiciones de suministro los aceros poseen una estructura ferrítico-perlítica.

Estos aceros se han estudiado tanto en estado de suministro como tras la aplicación de tratamientos termomecánicos que dieron lugar a estructuras ferrítico-perlíticas de distintos tamaños y a estructuras de ferrita acicular. Para el acero C-Mn-B se ha analizado también una estructura de martensita en forma de lajas obtenida por austenización (950°C 1 hora) y temple en agua. Los procesos de obtención de las estructuras y sus características microestructurales más relevantes se señalan en la referencia [1].

Desde el punto de vista microestructural, todos los aceros presentan la característica de que en mayor o menor grado poseen una distribución de partículas groseras de TiN (mayores que l  $\mu$ m) que no ejercen ningún efecto en el control del tamaño de grano. Sin embargo, su relevancia es manifiesta en el inicio de los procesos de fractura frágil. Las fracciones volumétricas y distribuciones de tamaños de las partículas de TiN se señalan en las referencias [1, 2].

El estudio de los procesos de fractura frágil se llevó a cabo a 77K y a temperatura ambiente. En el primer caso, se realizaron ensayos con probetas de flexión en cuatro puntos con entalla en V. La geometría y dimensiones de las probetas corresponden al modelo utilizado por Griffiths y Owen [3]. Para cada tipo de microestructura se realizaron entre tres y seis ensayos bajo control de desplazamiento a una velocidad de desplazamiento del actuador de 0,1 mm/min. Durante el transcurso del ensayo se registró la curva cargadesplazamiento. A temperatura ambiente la tenacidad se determinó a través del parámetro J<sub>IC</sub> utilizando la geometría de probeta correspondiente a la de flexión en 3 puntos según norma ASTM E813-88 (B=6mm y W=11mm).

Las superficies de fractura de todas las probetas ensayadas se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido.

# 3. FRACTURA FRAGIL A 77K

A partir de los ensayos de flexión en cuatro puntos con la probeta de Griffiths y Owen se determinó la tensión crítica de fractura por exfoliación  $\sigma_f$  a la temperatura de 77K (nitrógeno líquido). Los valores obtenidos oscilan entre 1750 y 2335 MPa para las estructuras ferrítico-perlíticas y entre 3400 y 3450 para la estructura martensítica (acero al C-Mn-B).

Por otra parte, de un total de 26 ensayos, en 24 de ellos se identificó el inicio de la fractura frágil mediante la observación fractográfica de las probetas ensayadas. En todos esos casos el inicio de la fractura frágil fue único y el mismo (excepto en uno de ellos) estaba relacionado con la rotura de una partícula grosera de TiN

(dimensión mínima > 1µm). Las dimensiones mínima ( $a_{min}$ ) y máxima ( $a_{max}$ ) de las partículas de TiN causantes del inicio frágil se midieron, así como la distancia d de la partícula al borde de la entalla de la probeta. Conocido d y utilizando los resultados de elementos finitos de Griffiths y Owen [3] se determinó el valor de la tensión crítica local de fractura  $\sigma_f^*$ . Los valores de la tensión obtenidos y las dimensiones de las partículas de TiN iniciadoras de la fractura frágil se resumen en las referencias [2, 4].

La tensión crítica local de fractura frágil,  $\sigma_{\rm f}^*$ , permite determinar el valor de la energía de superficie  $\gamma_{\rm pm}$  necesaria para que la grieta se propague a través de la intercara partícula-matriz mediante la expressión:

$$\sigma_{\mathsf{F}}^{*} = \left(\frac{\pi \mathsf{E} \gamma_{\mathsf{pm}}}{\left(1 - v^{2}\right) \mathsf{a}}\right)^{1/2} \tag{1}$$

donde  $\sigma$  es la tensión aplicada, E el módulo de elasticidad,  $\gamma_{pm}$  la energía de superficie,  $\upsilon$  el módulo de Poisson y a la longitud de la microgrieta (con geometría circular). En los aceros estudiados en este trabajo se considera como longitud de la microgrieta el tamaño de la partícula de TiN responsable del inicio de la fractura frágil.

Si en vez de una microgrieta circular, se considera el caso de una microgrieta elíptica con ejes  $a_{min}$  y  $a_{max}$ , entonces [5]:

$$\sigma = \left(\frac{4E\gamma_{pm}}{\left(1-v^{2}\right)\pi a_{min}}\right)^{1/2}\phi$$
 (2)

donde  $\phi$  viene dado por la siguiente expresión:

$$\phi = \frac{3\pi}{8} + \frac{\pi}{8} \left( \frac{a_{\min}}{a_{\max}} \right)^2$$
(3)

Por otra parte, si se considera el ángulo de inclinación  $\beta$  existente entre la normal a la primera faceta de exfoliación formada y la dirección de la tensión aplicada, puede determinarse un nuevo valor de la tensión crítica local  $\sigma_f^*(\beta)$ . Conocido ese valor y las dimensiones de la partícula de TiN causante de la fractura, a través de la expresión (2) se puede determinar el valor de la energía específica de superficie  $\gamma_{pm}^*$ . En la Fig. 1 se representa  $\sigma_f^*(\beta)$  frente a  $\phi/\sqrt{a_{min}}$  para los cinco aceros analizados. En dicha gráfica también se señalan las rectas cuyas pendientes corresponden a diferentes valores de la energía. Tal como puede apreciarse, la mayoría de los

valores de  $\gamma_{pm}^{*}$  se encuentran entre 8 y 20 J/m<sup>2</sup>, pudiendo tomarse un valor medio de 14 J/m<sup>2</sup>.





En las microestructuras analizadas en este estudio, a 77K la fractura frágil está controlada por la fase correspondiente a la propagación de la microgrieta de la partícula a la matriz. En consecuencia, la etapa correspondiente al crecimiento de la microgrieta atravesando las diferentes juntas matriz-matriz (en general, juntas de grano) no tiene ninguna relevancia. Sin embargo, tal como se indicó en [2, 4], si se supone que la propagación de la grieta está controlada por la fase matriz-matriz, introduciendo en la ecuación (2) el tamaño de la primera faceta formada inmediatamente después de la fractura de la partícula de TiN, puede realizarse una estimación de la energía específica de superficie ymm necesaria para que la microgrieta atraviese la junta matriz-matriz. En la Fig. 2 se representa  $\sigma_{f}^{*}$  frente a  $\phi/\sqrt{D_{min}}$  siendo  $D_{min}$  la dimensión mínima de la primera faceta.

Al no haber intervenido la junta matriz-matriz en el control de la propagación frágil, la tensión crítica  $\sigma_f^*$ es superior a la tensión  $\sigma_{mm}$  necesaria para superar la barrera microestructural. En consecuencia, los valores de energía indicados en la Fig. 2 son un límite superior del valor real  $\gamma_{mm}$ , con lo cual, a la temperatura de 77K puede indicarse que dicha energía es inferior a ~ 75 J/m<sup>2</sup>.



Fig. 2. Tensión crítica local versus  $\phi/\sqrt{D_{min}}$ , donde  $D_{min}$  representa la dimensión mínima de la primera faceta formada tras la fractura de la partícula de TiN.

# 4. MECANISMOS DE FRACTURA FRAGIL A 20°C

En los ensayos de tenacidad con probeta preagrietada realizados a temperatura ambiente, el comportamiento de los aceros analizados depende fuertemente de sus parámetros microestructurales. Manteniendo prácticamente invariables el límite elástico y la resistencia a la tracción, un mismo acero puede tener, dependiendo de su microestructura, un comportamiento próximo a la zona inferior de la región de transición dúctil-frágil (con una propagación dúctil << 200 µm), o bien presentar un comportamiento totalmente dúctil con unos elevados valores de J<sub>Ic</sub>. Desde el punto de vista de micromecanismos de fractura, en los ensayos realizados a 20°C se han observado los siguientes aspectos [6, 7]:

- en todos los casos en los que la rotura de la probeta tiene lugar por fractura frágil (incluso después de una cierta propagación dúctil), el estallido es único y siempre se ha iniciado en una partícula de TiN de tamaño grande (>  $1\mu$ m).

- incluso en las estructuras con comportamiento macroscópico totalmente dúctil, se han encontrado pequeñas áreas fracturadas mediante mecanismos de exfoliación nucleadas a partir de partículas rotas de TiN. Un ejemplo de una isla frágil totalmente rodeada por una propagación dúctil se indica en la Fig. 3.

159



Fig. 3. Isla frágil formada a partir de la fractura de una partícula de TiN

Teniendo en cuenta que los tratamientos termomecánicos aplicados no ejercen ningún efecto en la distribución y tamaño de las partículas groseras de TiN, a temperatura ambiente es la microestructura que rodea a las partículas de TiN la que determina el que tenga lugar o no el avance frágil de las microgrietas. La nucleación de una microgrieta mediante la fractura de una partícula gruesa de TiN es, en principio, igual de probable en todas las estructuras de los aceros estudiados. Sin embargo, el avance de esa microgrieta puede verse detenido en la etapa 2, cuando la tensión local es insuficiente para provocar la exfoliación de la matriz, o bien en la etapa 3, cuando el tamaño microestructural (unidad ferrítica con la misma orientación [8, 9]) y la energía  $\gamma_{mm}$  hacen que la junta matriz-matriz no pueda ser superada.

Comparando los resultados obtenidos a -196°C y a temperatura ambiente, y considerando que la tensión necesaria para fracturar la partícula,  $\sigma_p$ , y para atravesar la intercara partícula/matriz,  $\sigma_{pm}$ , son poco dependientes de la temperatura [10], el papel de la fase 3 como controlante a temperatura ambiente, sólo puede justificarse si la energía  $\gamma_{mm}$  varía con la temperatura. Si  $\gamma_{mm}$  aumenta al hacerlo la temperatura, la superación de la fase 3 a 20°C implicaría la aplicación de tensiones más elevadas que las requeridas a -196°C.

En el presente trabajo, realizando una serie de consideraciones, se ha estimado el valor de  $\gamma_{mm}$  a temperatura ambiente a partir de un exhaustivo análisis

fractográfico. Dicho estudio toma como base el hecho de que en las probetas con comportamiento totalmente dúctil aparecen islas frágiles detenidas por juntas matriz-matriz. Identificada la partícula que ha iniciado la fractura frágil local en esas zonas, y tomando para la energía  $\gamma_{pm}(\beta)$  el valor promedio medido de 14J/m<sup>2</sup>, se puede estimar el valor de la tensión local actuante en el instante del estallido frágil (teniendo en cuenta que al desconocerse la distancia del estallido al borde de la grieta en el instante en que sucedió éste, no existe otro procedimiento para determinar la tensión crítica local) utilizando la ecuación (2). Conocida dicha tensión y midiendo la extensión del área frágil, el valor de  $\gamma_{mm}$ puede estimarse a partir de la expresión:

$$\gamma_{\rm mm} = \frac{2\pi D_{\rm min}}{9E} \left(\frac{\sigma}{\phi}\right)^2 \tag{4}$$

El valor de  $\gamma_{mm}$  calculado a partir de las islas frágiles representa un límite inferior del valor real de la energía, ya que la microgrieta no ha alcanzado la energía suficiente para atravesarla.

En las probetas en las que se ha producido la fractura catastrófica total, la grieta tiene, en el momento de atravesar la junta matriz-matriz, una energía mayor que la de la junta. Tomando la penúltima junta m-m como la controlante del proceso (considerando, tal como se señala en el esquema de la Fig. 4, la extensión frágil desde la partícula iniciadora hasta la banda de propagación dúctil) y considerando, por tanto, las dimensiones de esa zona frágil, se ha determinado un límite superior del valor  $\gamma_{mm}$ .

Si se representan todos los valores de  $\gamma_{mm}$  así determinados, Fig. 5, se puede conocer entre qué límites se encuentra el valor de la energía  $\gamma_{mm}$  a temperatura ambiente. A partir de los resultados obtenidos, se puede decir que el valor de  $\gamma_{mm}$  queda definido por una banda comprendida entre 250 y 350 J/m<sup>2</sup>, con un valor medio aproximado de 300 J/m<sup>2</sup>.

# 5. DISCUSION

En el análisis de las fases de fractura frágil, habitualmente se ha considerado más relevante la fase correspondiente a la propagación de la microgrieta a través de la junta partícula-matriz. En el presente trabajo se ha constatado que eso se cumple a 77K, con lo cual el valor de la energía  $\gamma_{pm}$  es el parámetro controlante. Esa ha sido la razón por la que prácticamente todos los datos publicados en la bibliografía analizan dicha energía. Los resultados expuestos en el apartado 3 coinciden con gran parte de los valores publicados para otros aceros.



Fig. 4. Esquema del procedimiento utilizado en la estimación de un límite superior de la energía  $\gamma_{mm}$  a temperatura ambiente en probetas fracturadas frágilmente después de una propagación dúctil.





En cambio, la fase 3 del proceso se considera poco importante (excepto en las ref. [10,11]). Sin embargo, tal como se ha señalado en el apartado 4, a temperatura ambiente esta fase es la que se convierte en la controlante de la fractura frágil. En la bibliografía prácticamente no existen datos sobre el valor de la energía  $\gamma_{mm}$ . Hahn y col. [12] realizaron una estimación de 56 J/m<sup>2</sup> y Lei y col. [13] de 70 J/m<sup>2</sup>. Dicho valor fue estimado basándose en la observación de microgrietas detenidas en juntas de grano en diferentes estructuras ferríticas ensayadas en un rango de temperaturas comprendido entre - 160 y -60°C en el primer caso y entre -90 y -60°C en el segundo. Para estimar el valor de la energía, se consideró un tamaño de microgrieta igual al valor del tamaño medio del grano de ferrita. Sin embargo, el valor de 300 J/m<sup>2</sup> señalado en el presente trabajo corresponde a mediciones realizadas basándose en los parámetros
locales que han intervenido en el desencadenamiento de la fractura catastrófica.

En un trabajo previo [8, 9] se indicó que la unidad microestructural que controla la junta matriz-matriz en la fractura frágil es la unidad con la misma orientación ferrítica. En consecuencia, para lograr una mejora de la tenacidad a temperatura ambiente es necesario recurrir a procesos que conduzcan al afino del parámetro puede microestructural indicado. Ello lograrse mediante tratamientos termomecánicos [14] que impliquen el control del tamaño de grano de la austenita a elevadas temperaturas mediante la formación de finos precipitados, y a continuación, un enfriamiento acelerado que favorezca un aumento del número de núcleos de ferrita.

### 6. CONCLUSIONES

El estudio de los mecanismos de fractura frágil a 77K y a temperatura ambiente de cinco aceros microaleados ha conducido a las siguientes conclusiones:

- a 77K el proceso de fractura frágil por exfoliación está controlado por la propagación de la microgrieta nucleada en una partícula a la matriz, no ejerciendo ningún efecto el tamaño de grano. La energía efectiva de superficie  $\gamma_{pm}$  oscila entre 8 y 20 J/m<sup>2</sup>, siendo el valor medio de 14 J/m<sup>2</sup>. Se puede estimar el valor de 75 J/m<sup>2</sup> como un límite superior de la energía de superficie efectiva  $\gamma_{mm}$ .

- a temperatura ambiente microgrietas nucleadas en partículas no metálicas pueden ser detenidas en la intercara partícula-matriz o en juntas matriz-matriz. En consecuencia, mediante la aplicación de tratamientos termomecánicos que conduzcan a un afino de la microestructura se puede lograr una mejora de la tenacidad de los aceros analizados.

- la temperatura ejerce una gran influencia en el valor de la energía  $\gamma_{mm}$  (energía efectiva necesaria para que la microgrieta atraviese la junta matriz-matriz). A 77K dicha energía es inferior a 75 J/m<sup>2</sup>; a temperatura ambiente, en cambio toma un valor de ~ 300 J/m<sup>2</sup>. Este cambio es el causante de que a temperatura ambiente la propagación a través de las juntas matriz-matriz sea la controlante del proceso de fractura frágil.

## 7. AGRADECIMIENTOS

Los resultados mostrados forman parte de un proyecto de investigación realizado en colaboración con la empresa AFORASA (Grupo GSB, Azkoitia). M. A. Linaza agradece al Gobierno Vasco-Eusko Jaurlaritza y J.L. Romero al Ministerio de Educación y Ciencia la concesión de becas de investigación.

#### 8. REFERENCIAS

- [1] Linaza, M.A., Tesis Doctoral, ESII San Sebastián, 1994.
- [2] Linaza, M.A. Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Anales de Mecánica de la Fractura, 11, 192-199 (1994).
- [3] Griffiths, J.R. y Owen, D.R.J., J. Mech. Phys. Sol., 19, 419-431 (1971).
- [4] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Script. Met. and Mat., 32, 395-400 (1995).
- [5] Ewalds, H.L. y Wanhill, R.J.H., Fracture Mechanics, Edward A., Londres, 43 (1984).
- [6] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., ECF 10- Structural Integrity: experiments, models and applications (ed. K.H. Schwalbe y C. Berger), Berlin, 1007-1013 (1994).
- [7] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., 36th Mechanical Working and Steel Processing Conference, Baltimore, 1994.
- [8] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Script. Met. and Mat., 29, 451-456 (1993).
- [9] Linaza, M.A. Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Anales de Mecánica de la Fractura, 10, 56-63 (1993).
- [10] Lin, T., Evans, A.G. y Ritchie, R.O., Met. Trans., 18A, 641-651 (1987).
- [11] Martín, A., Ocaña, I, Gil, J y Fuentes, M., Acta Metall. Mater., 42, 2057-2068 (1994).
- [12] Hahn, G.T., Averbach, B.L. Owen, W.S. y Cohen, M., Conference on Fracture, Massachusetts, 4.1-4.28 (1959).
- [13] Lei, W., Li, D. y Yao, M., Script. Met. and Mat., 31, 5-7 (1994).
- [14] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Script. Met. and Mat., 29, 1217-1222 (1993).

## MICROMECANISMOS DE FRACTURA FRAGIL EN ESTRUCTURAS DE FERRITA ACICULAR

## M.A. Linaza, J.L. Romero, J.M. Rodriguez Ibabe y J.J. Urcola

## Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) y Escuela Superior de Ingenieros Industriales P°. Manuel de Lardizabal, 15, 20009 San Sebastián (País Vasco)

Resumen. Se ha estudiado el comportamiento a fractura frágil de un acero microaleado al Ti-V con una estructura de ferrita acicular obtenida mediante enfriamiento acelerado. Los resultados se comparan con los correspondientes a un acero al Ti-V de composición similar con estructura ferrítico-perlítica obtenida mediante laminación controlada. Los micromecanismos que intervienen en la fractura frágil son totalmente diferentes en uno y otro caso. En la ferrita acicular la fractura comienza mediante la rotura dúctil de un microconstituyente (probablemente austenita retenida) seguida de una propagación controlada por la tensión a través de la matriz ferrítica. En cambio, en el caso de la estructura ferrítico-perlítica la fractura frágil está controlada por la tensión máxima y se origina como consecuencia de la rotura de una partícula grosera de TiN.

Abstract. The brittle fracture mechanisms of a microalloyed Ti-V steel possesing a acicular ferrite microstructure obtained by accelerated cooling has been analysed at 77°K using specimens with blunted notches. The actual results have been compared with those of a similar steel possesing a fine ferrite-pearlite microstructure tested under the same conditions. It has been observed that the micromechanisms of brittle fracture are completelly different in both microstructures. Fracture in acicular ferrite starts after a ductile (controlled by strain) initiation on one of the components (possibly retained austenite) and a subsequent propagation controlled by stress. While in the ferrite-pearlite microstructure fracture is controlled by this stress.

## **1. INTRODUCCION**

Los tratamientos termomecánicos (laminación controlada de recristalización y de no recristalización, enfriamiento directo tras forja, etc.) constituyen uno de los procedimientos que más énfasis están recibiendo desde el punto de vista industrial. Este tipo de procesos tiene por objeto lograr aceros con propiedades mecánicas adecuadas (resistencia y tenacidad) sin necesidad de recurrir a costosos tratamientos térmicos posteriores.

La obtención de estructuras de ferrita acicular, producidas por enfriamiento rápido tras la forja en caliente de aceros microaleados, es un procedimiento que permite lograr, a temperatura ambiente, unas tenacidades elevadas asociadas a un comportamiento totalmente dúctil [1, 2]. Las características singulares de las ferritas aciculares de aceros con contenidos medios en C desde el punto de vista microestructural (microestructuras complejas con posible presencia de carburos precipitados en el interior de las ferritas, placas de cementita, islas de austenita retenida, precipitados de nitruros y carbonitruros en las antiguas juntas de grano de austenita, etc.) ponen de manifiesto la complejidad de los micromecanismos que intervienen en su fractura.

El objetivo del presente trabajo es analizar los micromecanismos que controlan la fractura frágil de una estructura de ferrita acicular obtenida mediante enfriamiento acelerado en un acero microaleado de forja, y compararlos con los obtenidos para un acero similar con estructura ferrítico-perlítica.

## 2. TECNICAS EXPERIMENTALES

Los materiales estudiados son dos aceros microaleados al Ti-V de composiciones químicas muy similares, tal como queda de manifiesto en la Tabla 1. El primero de ellos (Ti-V (1)) posee una estructura de ferrita acicular obtenida en laboratorio mediante la aplicación de un enfriamiento rápido después de un austenizado a 1000°C. El segundo acero (Ti-V(2)) presenta una microestructura ferrítico-perlítica fina lograda mediante laminación industrialmente controlada (últimas pasadas de laminación a 850°C). Debido a la composición química y al proceso de solidificación, ambos aceros presentan una importante fracción volumétrica de partículas groseras de TiN (~ 0,014% de partículas de tamaño mayor que 1 µm).

 Tabla 1. Composición química de los aceros utilizados

Acero	C.	Mn	Si	Р	S	V	Al	Ti	N
									(ppm)
Ti-V(1)	.37	1.45	.56	.010	.043	.11	.024	.015	162
Ti-V(2)	.37	1.40	.60	.008	.040	.11	.025	.015	132

Con objeto de determinar la tensión crítica de exfoliación de ambos aceros se han realizado ensayos de tracción a 77K así como ensayos de flexión en cuatro puntos utilizando la geometría de probeta propuesta por Griffiths y Owen [3].

Las superficies de fractura de todas las probetas ensayadas se han analizado mediante microscopía electrónica de barrido.

## **3. RESULTADOS Y DISCUSION**

En el acero Ti-V (1) la obtención de una microestructura de ferrita acicular supone un cambio importante en las propiedades mecánicas convencionales con relación a las correspondientes a las estructuras ferrítico-perlíticas. En la Tabla 2 se comparan los resultados de los ensayos de tracción realizados en nitrógeno líquido para los dos casos.

Tabla 2. Propiedades mecánicas convencionales a 77K.

Acero	Estruct.	σ <sub>ys</sub> (MPa)	σ <sub>UTS</sub> (MPa)	K (MPa)	n
Ti-V (2)	α-p	1085	1245	1891	0.120
Ti-V(1)	α acic.	842	1423	2915	0.213

En los ensayos de fractura de las probetas de flexión de estas estructuras se han obtenido distintos resultados, tanto en lo que se refiere al valor de la tensión crítica macroscópica,  $\sigma_F$ , como a los micromecanismos de

fractura. Los valores de los parámetros que han podido determinarse en cada caso se recogen en la Tabla 3.

El análisis de la fractura frágil de la estructura ferrítico-perlítica fina del acero Ti-V (2) ha mostrado que la fractura de todas las probetas tiene un origen único situado en la zona donde actúa la tensión máxima. El inicio siempre está relacionado con la rotura de una partícula de TiN (ver Fig. 1), estando controlado el proceso por la propagación de la microgrieta de la partícula a la matriz (fase 2). Siguiendo un procedimiento similar al descrito en la ref. [4] se han determinado los valores de los parámetros energéticos controlantes de la fractura (ver Tabla 3).

La estructura acicular del acero Ti-V (1) se ha fracturado para un valor de tensión crítica  $\sigma_{\rm F}$  de 1744± 70 MPa. Este valor es inferior al obtenido para el mismo acero con estructuras ferrítico-perlíticas (2109± 77 MPa [4]) y al correspondiente al acero Ti-V (2). Por otra parte, el estudio fractográfico revela que el inicio de la fractura frágil no tiene su origen en la rotura de una partícula de TiN, ni se inicia en la región en la que actúa la tensión máxima, sino que se origina en una zona muy próxima al fondo de la entalla. Este comportamiento destaca notablemente del apreciado en otros aceros con estructuras ferrítico-perlíticas y martensíticas [4]. Un ejemplo de los dos comportamientos puede observarse en las Figs. 1 y 2.

En la Fig. 2 se pone de manifiesto que la observación de la superficie de fractura de la microestructura de ferrita acicular a pocos aumentos, indica que el inicio está situado muy cerca de la raíz de la entalla. En esta región no se ha encontrado en ningún caso una partícula de TiN (ni grande ni pequeña) actuando como iniciadora de la fractura. El análisis fractográfico de distintas zonas de la superficie de fractura permite encontrar partículas grandes de TiN rotas, totalmente rodeadas por pequeñas facetas, que no han inducido fractura fágil y han sido sobrepasadas por la grieta en su avance frágil a través de la matriz (Fig. 3). Lo mismo ocurre con otras partículas de menor tamaño, que parecen atrapadas entre las facetas, sin ser responsables de su generación.

La presencia de partículas de TiN, que es determinante en la fractura frágil de las estructuras ferríticoperlíticas, no resulta ser la controlante de la fractura en las estructuras aciculares. El análisis fractográfico indica que dichas partículas se fracturan bajo la acción de la tensión actuante. Sin embargo, las microgrietas generadas no son capaces de propagarse a través de la matriz (ver Fig. 3). Este hecho puede explicarse si se tiene en cuenta el proceso de nucleación de la ferrita acicular.





Fig. 1. Localización del origen de la fractura en una probeta de G&O en la estructura ferrítico-perlítica.

En dicho proceso, la ferrita se forma de manera intergranular a partir de pequeñas inclusiones de MnS o de pequeños precipitados. En consecuencia, las partículas groseras de TiN quedan atrapadas por agujas de ferrita. Debido a este hecho, al fracturarse la partícula de TiN, la microgrieta encuentra en su propagación una matriz fuertemente desorientada que impide de una forma muy efectiva su avance frágil.

Por otra parte, es de destacar que en algunos casos ha sido posible localizar pequeñas zonas fracturadas de forma dúctil situadas en la zona de inicio de la fractura frágil (Fig. 4). De forma similar, en el resto de la superficie de fractura también se han observado pequeñas ligaduras dúctiles distribuidas de forma heterogénea.



Fig. 2. Localización del origen de la fractura en una probeta de G&O en la estructura de ferrita acicular.

Si se comparan los micromecanismos de fractura operantes en las microestructuras estudiadas, se pone de manifiesto que las condiciones que determinan el inicio de la fractura frágil son distintas. En la estructura acicular las partículas de TiN no aparecen como las iniciadoras de la fractura, al contrario de lo que sucede con la estructura ferrítico-perlítica. Además, el diferente posicionamiento de las zonas de inicio en uno y otro caso, señala que las condiciones de tensiones y deformaciones necesarias para la activación del estallido frágil son diferentes.

La localización del inicio frágil en las proximidades del borde de la entalla y la presencia de mecanismos dúctiles en dicha zona hace pensar que la deformación plástica juega un papel relevante en la activación del proceso. En efecto, la distribución de deformación plástica efectiva toma su valor máximo en las proximidades de la entalla, disminuyendo a medida que se aleja de la misma [3]. Por tanto, en las proximidades de la entalla y por efecto de la elevada deformación plástica, se nuclea un defecto que al alcanzar el tamaño suficiente conduce, bajo la acción de la tensión local, a la fractura catastrófica de la probeta.



Fig. 3. Partícula rota de TiN que no ha originado la fractura frágil de la matriz circundante.

Desde el punto de vista microestructural, un análisis mediante microscopía electrónica de transmisión ha puesto de manifiesto la existencia de pequeñas áreas aisladas constituidas por austenita residual situadas entre agujas de ferrita acicular. En consecuencia, esta observación concuerda con el estudio fractográfico, pudiendo indicarse que las zonas fracturadas dúctilmente corresponden a la fase austenítica.



Fig. 4. Micromecanismos de fractura dúctil en la zona de inicio de la rotura catastrófica frágil.

Acero	σ <sub>F</sub>	d	$\sigma_{\rm F}^{*}$	a <sub>min</sub>	a <sub>max</sub>	ß	$\gamma_{pm}$	$\gamma_{pm}(\beta)$	D <sub>min</sub>	D <sub>max</sub>	γ <sub>mm</sub>
	(iviPa)	(μm)	(iviPa)	(µm)	(µm)	(*)	(J/m <sup>2</sup> )	(J/M <sup>2</sup> )	(µm)	(µm)	(J/M <sup>2</sup> )
Ti-V (2) α-perlita	2204	82	1710	2.9	5.7	15	17.5	15.2	9.3	14.3	51
	2232	161	2004	1.4	5.4	<b>-</b> .	13.1	-	-	-	-
	2150	89	1730	3.3	6.6	0	20.3	20.3	21	31	115
	1817*	-									
Ti-V(I)	1729*	32									
	1746*	32									
	1663*	9									
	1763*	27									

Tabla 2. Resultados de los ensayos de flexión a -196 °C de las dos microestructuras.

\* la fractura no se origina por la rotura de una partícula de TiN

Si bien la fractura frágil por exfoliación se considera habitualmente un proceso controlado por la tensión máxima, en la bibliografía se han descrito algunos casos en los que se señala que la deformación plástica ha contribuido al inicio de la fractura en una región en la que no actúa la tensión máxima. Uno de estos casos corresponde al de los aceros perlíticos con estructura gruesa (espaciado interlaminar grosero), con límite elástico inferior a 900 MPa [5-7].

La estructura acicular presenta un límite elástico de 842 MPa y, por lo tanto, se encuentra dentro del grupo de los aceros anteriormente citados. Por otra parte, la presencia de fases tan diferentes como son la ferrita y la austenita puede contribuir a que localmente exista una distribución heterogénea de la deformación (de forma similar a la que Lewandowski y Thompson proponen en el caso de la perlita gruesa [6]) que favorezca la rotura dúctil de la austenita. Una vez que el defecto haya alcanzado un tamaño crítico, se propaga de forma frágil bajo la acción de la tensión. En consecuencia, en las estructuras de ferrita acicular obtenidas mediante enfriamientos acelerados, la fractura frágil estaría gobernada por un inicio controlado por la deformación plástica y una propagación inducida por la tensión actuante en dicha zona.

## 4. CONCLUSIONES

El estudio de los mecanismos de fractura frágil a 77K de la estructura de ferrita acicular del material analizado ha conducido a las siguientes conclusiones:

- la fractura frágil es un proceso controlado por una combinación de deformación plástica y tensión local.

- la deformación plástica contribuye a la nucleación de un defecto, presumiblemente a través de la rotura dúctil de austenita retenida situada entre agujas de ferrita acicular.

- una vez que el defecto alcanza el tamaño crítico, su propagación está controlada por la tensión local actuante.

- las microgrietas nucleadas en partículas frágiles (TiN) e inclusiones no son capaces de promover la fractura frágil de la matriz circundante.

- este comportamiento contrasta con el observado en otras estructuras finas de naturaleza ferrítico-perlítica: la fractura frágil del acero se inicia a partir de la rotura de partículas de TiN y está controlada por la tensión máxima.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

Los resultados mostrados forman parte de un proyecto de investigación realizado en colaboración con la empresa AFORASA (Grupo GSB, Azkoitia). M. A. Linaza agradece al Gobierno Vasco-Eusko Jaurlaritza y J.L. Romero al Ministerio de Educación y Ciencia la concesión de becas de investigación.

## 6. REFERENCIAS

- Linaza, M.A. Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Anales de Mecánica de la Fractura, 10, 64-69 (1993).
- [2] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Script. Met. and Mat., 29, 1217-1222 (1993).
- [3] Griffiths, J.R. y Owen, D.R.J., J. Mech. Phys. Sol., 19, 419-431 (1971).

- [4] Linaza, M.A., Romero, J.L., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Script. Met. and Mat., 32, 395- 400 (1995).
- [5] Lewandowski, J.J. y Thompson, A.W., Met. Trans.A, 17, 461- 472 (1986).
- [6] Lewandowski, J.J. y Thompson, A.W., Acta Metall., 35, 1453-1462 (1987).
- [7] Kavishe, F.P.L. y Baker, T.J., Mater. Sci. Technol., 2, 583-588 (1986).

## EFECTO DE LA APLICACION DE SOBRECARGAS EN EL CRECIMIENTO DE GRIETA DE TITANIO DE PUREZA COMERCIAL Y SUS UNIONES SOLDADAS

F.J. Estensoro, LM. Plaza, A. Vega de Seoane y A.M. Irisarri

## INASMET Departamento de Materiales Metálicos c. Portuetxe 12. 20009 San Sebastián.

**Resumen**. Se ha estudiado el efecto ejercido por la aplicación de una o múltiples sobrecargas de diversa magnitud en la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga. Este estudio se ha realizado sobre una chapa de 12 mm de titanio de pureza comercial, con probetas extraídas tanto en la orientacion L-T como T-L, y las uniones soldadas de la misma por el proceso de soldadura por arco con electrodo no consumible bajo atmosfera de argon (GTAW). Se comprobó que la aplicación de estas sobrecargas induce un apreciable retraso en la propagación de la grieta. Este retraso es tanto más acusado conforme aumentan el número o la magnitud de las sobrecargas. Por otra parte, este efecto de las sobrecargas es sensiblemente menor en el metal depositado que en el material base.

Abstract. The effect induced by one or multiple overloads of various magnitudes on fatigue crack growth has been studied. Study was carried out on a 12mm thick commercially pure titanium plate, using specimens machined in the L-T and T-L orientations and its GTAW welded joints. It was observed that overloading produces a crack growth retardation. This retardation is higher when the number or the magnitude of the spike increase. Moreover, this influence of overloads on fatigue crack growth is more marked in base material than in weld metal.

## 1. INTRODUCCION

El retraso que se produce en la progresión de una grieta de fatiga como consecuencia de la aplicación de una o varias sobrecargas es un fenomeno que se ha observado en un gran núnero de materiales, tan diferentes como pueden ser un acero al cromo-molibdeno [1], un acero de alta resistencia [2], diversas aleaciones de aluminio [1, 3, 4] o de titanio [5].

Este retraso en la propagación de las grietas se ha asociado con el cierre que sufre esta y que se acentua al aplicarse la sobrecarga. Sin entrar en detalles se debe indicar que se han propuesto distintos procesos de cierre de grieta tales como cierre inducido por la plasticidad generada en el extremo de la grieta, cierre inducido por rugosidad a causa del desajuste entre los picos y valles existentes en los labios de la grieta, cierre debido a la formación de gruesas capas de óxido en las superficies de fractura de la grieta, cierre ocasionado por una transformación de fase inducida por la tensión y el cierre inducido por el ligamento de la fase más tenaz que se produce en ciertos materiales bifásicos en que una de las fases es más susceptible de agrietarse facilitando la progresión de la fisura a lo largo de la misma pero dejando atrás algunos ligamentos que impidan que se

produzca la apertura total de la grieta [6].

En el caso del titanio de pureza comercial, al menos cuando el agrietamiento se produce en el aire, son los dos primeros mecanismos aquellos que presentan una mayor probabilidad de actuar. Concretamente, en un trabajo anterior, se comprobó que en condiciones de crecimiento de grieta bajo solicitaciones de amplitud constante el cierre de la misma venía condicionado por el mayor o menor grado de rugosidad existente en los labios de la grieta [7].

El objetivo del presente trabajo es estudiar el efecto ejercido por la aplicación de una o varias sobrecargas de diversa magnitud en la velocidad de crecimiento de grieta y sobre el cierre experimentado por los labios de la misma.

#### 2. TECNICA EXPERIMENTAL

El material base elegido para el presente estudio consistió en una chapa de 12 mm de espesor de titanio de pureza comercial, clasificado como grado 2 de acuerdo con las exigencias de la norma ASTM B265 [8]. La composición química y las características mecánicas de esta chapa se ofrecen en las tablas 1 y 2 respectivamente.

Tabla I. Composición química de la chapa.

Fe	C	0	N	Н	Ti
0.12	0.02	0.14	0.014	0.002	Resto

Tabla II. Propiedades mecánicas de la chapa.

Orien.	LE (MPa)	CR (MPa)	Alarg. (%)	E (GPa)
Long.	383	480	26.6	102.4
Trans.	480	529	26.9	108.8

Sobre varias muestras de esta chapa se efectuaron diversas uniones soldadas en dirección perpendicular a la de laminación. Para ello se empleó el proceso de soldadura por arco eléctrico bajo protección de argon (GTAW en la denominación del Instituto Internacional de Soldadura). Si bien se emplearon dos diferentes procedimientos de soldadura para la unión de estas muestras, las probetas utilizadas en el presente estudio provienen en su totalidad de uno de ellos designado como S.F. En este procedimiento se eligio un perfil en doble uve introduciendo un inserto de varilla en la raíz de la junta. Una descripción más amplia de las condiciones de soldadura puede encontrarse en la referencia [9].

De estas chapas, tanto de las de material base como de las uniones soldadas, se extrajeron probetas CT (B=12 mm, W= 108 mm), con la entalla situada en el metal base, tanto en la orientación L-T como T-L, metal depositado y zona afectada térmicamente. Los ensayos de fatiga se realizaron en una máquina servohidráulica de 100 KN. Estas probetas se ensayaron bajo condiciones de amplitud constante con una relación entre las cargas mínima y máxima de R=0.1. Una vez que se alcanzó un crecimiento estable de las grietas se disminuyó la frecuencia cíclica de ensayo aplicando seguidamente una o varias sobrecargas de mayor amplitud y registrandose tanto el efecto ejercido sobre la velocidad de crecimiento como el tiempo necesario para que se recupere el ritmo existente con antelación a la aplicación de estas sobrecargas. El número de sobrecargas ( $N_{OL}$ ) empleado en el presente estudio fue de 1, 2 o 4 y su magnitud tal que la relación entre el factor de intensidad de tensiones en la sobrecarga frente al máximo del ciclo anterior ( $K_{OI}/K_M$ ) sea 1.25, 1.50 o 2.

Asímismo durante todo el ensayo se midió el tamaño de la grieta mediante un pequeño microscopio óptico acoplado a la máquina de ensavo, corrigiendose estas medidas para tener en cuenta el efecto de curvatura de la grieta que pudiera llevar a infravalorar la longitud real de la misma. Con estos valores del tamaño de grieta y utilizando un programa de ordenador creado con este fin se obtuvo la velocidad de crecimiento de grieta. En esencia este programa ajusta mediante el método de mínimos cuadrados un polonomio de segundo grado a un grupo de siete puntos experimentales y efectua el cálculo de la velocidad de crecimiento en el punto central (el cuarto del grupo de siete) mediante derivación del polinomio. A continuación, el cálculo de la velocidad de crecimiento en el quinto punto se obtiene mediante un nuevo ajuste de un polinomio a los puntos experimentales comprendidos entre el segundo y el octavo y derivación del mismo en el punto central. Repitiendo sucesivamente este proceso se obtiene la velocidad de crecimiento (da/dN) a lo largo de todo el ensayo.

Por otra parte se monitorizó el cierre de grieta por medio de un extensómetro situado en la boca de la entalla, registrándose los datos de la carga frente al desplazamiento de apertura de este extensómetro. La carga de apertura de grieta se obtuvo como el punto de intersección de la tangente a la zona curva de esta gráfica y la prolongación de su tramo lineal (figura 1).

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION

El primer punto conflictivo surge al elegir el criterio para valorar el retraso en la progresión de la grieta. Una primera alternativa consistiría en considerar que el efecto ejercido por la sobrecarga había desaparecido en el instante en que el nivel de cierre de grieta, medido en la forma indicada en la figura 1, era equivalente al existente con anterioridad a la aplicación de la sobrecarga. Desgraciadamente, posiblemente debido a una falta de la precisión necesaria en esta técnica de medida, los resultados obtenidos son poco consistentes con retrasos menores tras la aplicación de varias sobrecargas en algunas probetas y la tendencia contraria en otras. Por ello se ha desechado este procedimiento, al menos en tanto que no se mejore la técnica de medida.

Otra posibilidad consiste en considerar que se ha superado la influencia de la sobrecarga una vez que la velocidad de propagación de grieta alcanza el nivel existente con anterioridad a la aplicación de esta sobrecarga. De acuerdo con esta técnica el número de ciclos de retraso corresponderá a  $N_D$  en la figura 2. Sin embargo, caso de no haberse aplicado la sobrecarga, la velocidad de crecimiento de grieta hubiera experimentado un cierto aumento durante este periodo por lo cual la medida así realizada representa una cierta infravaloración del efecto ejercido por la aplicación de la sobrecarga.

La tercera posibilidad consiste en comparar la ley de crecimiento de grieta registrada en estos ensayos con las obtenidas en otros efectuados en su totalidad bajo condiciones de amplitud constante. De acuerdo con esta metodología se considerará que el número de ciclos de retraso corresponde al valor N<sub>D</sub> de acuerdo con la figura 3 en que la velocidad de crecimiento recobra el valor que le correspondería de acuerdo con un ensayo en de amplitud constante. El único condiciones inconveniente para este método pudiera encontrarse en la existencia de una dispersión de resultados entre una y probeta aue dificultara la comparación. otra Afortunadamente, como muestra la figura 4, la reproducibilidad de resultados entre varias probetas es extraordinariamente buena dando validez al procedimiento. Para esta comparación se han empleado los datos de crecimiento de grieta bajo condiciones de amplitud constante registrados en dos trabajos previos [10-11].

La tabla 3 ofrece los resultados obtenidos en el ensayo de las probetas de material base y material depositado. El reducido número de resultados válidos de probetas con la entalla situada en la zona afectada, debido a la tendencia de la grieta a abandonar esta y progresar en el material base no permite llegar a ninguna conclusión sobre los mismos y no han sido incluídos en la mencionada tabla. Se observa que, tanto en material base como metal depositado , un incremento en el número y magnitud de las sobrecargas conduce a la necesidad de un mayor número de ciclos para recuperar la primitiva velocidad de crecimiento de grieta. Esta tendencia concuerda totalmente con la observada en otros materiales metálicos [1-5].

La comparación entre los valores registrados en los ensayos de las distintas probetas permite obtener algunas conclusiones. En primer lugar, no se detecta ningún efecto apreciable de la orientación de la entalla sobre el retraso provocado por las sobrecargas. Este resultado contrasta con los correspondientes a condiciones de amplitud constante en que se observó una menor velocidad de crecimiento [10] y un cierre de grieta más acentuado [12] en las probetas con orientación T-L. No se ha encontrado una explicación totalmente satisfactoria a este comportamiento siendo necesario un estudio más profundo y la realización de un mayor número de ensayos de probetas con orientación T-L antes de poder

Referen	N <sub>ol</sub>	K <sub>ol</sub> /K <sub>M</sub>	N <sub>D</sub>
L-T	1	1.25	900
	2	1.25	1850
	4	1.25	2500
L-T	1	1.50	1200
	2	1.50	3400
	4	1.50	7200
L-T	1	2.0	5200
	2	2.0	7400
	4	2.0	9250
T-L	I	1.25	650
	4	1.25	1650
T-L	1	1.5	1400
	2	1.5	3500
	4	1.5	5500
T-L	1	2.0	5100
S-F	1	1.25	150
	2	1.25	225
	4	1.25	550
S-F	1	. 1.50	300
	4	1.50	575
S-F	1	2.0	3600
	2	2.0	5200
	4	2.0 .	6850

Tabla III. Resultados de los ensayos.

afirmar que realmente no existe ningún efecto.

Se aprecia claramente que el número de ciclos necesario para recuperar la velocidad de crecimiento previa a la aplicación de la sobrecarga es notablemente menor en el metal depositado. Una explicación a esta tendencia se puede encontrar en el mayor límite elástico de este último que provoca que la zona plástica en el extremo dela entalla sea más reducida y pueda ser superada en un menor número de ciclos. Ello apunta a que el mecanismo responsable del cierre de grieta tras la aplicación de las sobrecargas es uno de cierre inducido por plasticidad. Esto es tanto más cierto cuanto la rugosidad observada en las probetas de metal depositado es sensiblemente mayor provocando un cierre más acentuado en condiciones de amplitud constante [7]. Lógicamente, de haber sido este mecanismo el responsable del cierre de grieta tras la aplicación de las sobrecargas este hubiera sido mayor en el metal depositado contrariamente a lo observado experimentalmente.

#### 4. CONCLUSIONES

- a.- El efecto ejercido por la aplicación de sobrecargas en la velocidad de crecimiento de grieta se acentúa conforme aumentan el número o magnitud de las mismas.
- b.- No se detecta ningún efecto de la orientación de las probetas sobre el número de ciclos necesario para la recuperación de la velocidad de cecimiento.
- c.- El número de ciclos necesario para esta recuperación de la velocidad primitiva es claramente menor en el metal depositado que en el metal base habiendo sido atribuído a su mayor límite elástico, apoyando la hipótesis de que el mecanismo operante es uno de cierre inducido por plasticidad.
- d.- La mayor rugosidad de las probetas de metal depositado, donde el efecto es menor, permite descartar la actuación de un mecanismo de cierre inducido por rugosidad como responsable del retraso en el crecimiento de grieta.

## 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a I.Eizaguirre por la realización de las uniones soldadas necesarias para la obtención de las distintas probetas. Asímismo a la CICYT por la ayuda prestada al proyecto MAT92-0078 del cual se ha extraído el presente trabjo y al Gobierno Vasco por la colaboración aportada para su realización.

#### 6. REFERENCIAS

- Mc.Evily A.J. y Yang Z. "Fatigue Crack Growth. Retardation Mechanism after Single and Multiple Overloads". Fatigue 90. Vol 1, 23-26. Materials and Components Engineering Publications Ltd. (1990).
- [2] Taylor H., Kilpatrick I.M. y Jolley G.A. "Comparison of Overload and Maximum Cyclic Load Reduction Behaviour". Fracture Behaviour and Design of Materials and Structures. Vol 3, 1367-1374. EMAS Ltd (1990).
- [3] Alexander D.J. y Knott J.F. "Fatigue Crack Retardation in Aluminium Alloys". Fatigue 87. Vol.1 395-406. EMAS Ltd. (1987).

- [4] Cheung-Mak S.K.P. y Le May I. "Observations of the Effect of Overloads on Fatigue Crack Growth". Fatigue 87. Vol.1 425.434. EMAS Ltd. (1987).
- [5] Ward-Close C.M. y Ritchie R.O. "On the Role of Crack Closure Mechanisms in Influencing Fatigue Crack Growth Following Tensile Overloads in a Titanium Alloy: Near Threshold versus Higher ΔK Behaviour". Mechanics of Fatigue Crack Closure. ASTM. STP 982, 93-111. ASTM (1988).
- [6] Mc.Evily A.J. y Yang Z. "On Crack Closure in Fatigue Crack Growth". Failure Analysis Theory and Practice. Vol.2, 1231-1248. EMAS Ltd. (1988).
- [7] Plaza L.M. e Irisarri A.M. "Crack Closure Behaviour of Titanium Grade 2 Weldments". Fatigue 93. Montreal (Canada). Mayo (1993).
- [8] ASTM B256. Standard Specification for Titanium and Titanium Alloys Sheet Strip and Plate". ASTM Annual Book of Standards. Vol. 02.04.
- [9] Plaza L.M., Irisarri A.M., Eizaguirre I. y Santamaría F. "Estudio del Comportamiento a Fractura de Uniones Soldadas en Titanio de Fuerte espesor". Novenas Jornadas de Soldadura. Madrid. Marzo 1992.
- [10] Plaza L.M. e Irisarri A.M. "Fatigue Behaviour of a 12 mm Thick Titanium Grade 2 Plate". 8th International Conference on Fracture. Kiev. Ukrania (1993).
- [11] Belza E., Eizaguirre I., Santamaría F., Irisarri A.M., Plaza L.M. y Rekondo A. "Fatigue Crack Growth Behaviour of Titanium Grade 2 Weldments". Mac. Tec. 91, 293-298. IITT International. Paris (1991).
- [12] Plaza L.M. e Irisarri A.M. "Crack Closure Behaviour of 12 mm Thick Titanium Grade 2 Plates". Reliability and Structural Integrity of Advances Materials: Vol.1, 465-470. EMAS Ltd.(1992).

#### 7. FIGURAS



Fig.1. Gráfica Carga-Desplazamiento en Labios de Grieta.



Fig.2. Gráfica Vel.Crec.Grieta (mm/ciclo)-N° de Ciclos tras la aplicación de una sobrecarga. Ciclos de Retraso  $(N_D)$ .



Fig.3. Gráfica a amplitud constante frente al efecto de la aplicación de una sobrecarga. Ciclos de Retraso  $(N_D)$ .



Fig.4. Concordancia de datos entre diferentes probetas.

## OBSERVACIONES SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS A TRACCIÓN DE PROBETAS PM DE BASE ALUMINIO ALEADO MECÁNICAMENTE

#### J.M. GALLARDO, J.A. RODRÍGUEZ Y E.J. HERRERA

Universidad de Sevilla Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales E.T.S.I. Industriales, Avda. Reina Mercedes s/n, 41012 Sevilla.

**Resumen.** Un nuevo procedimiento de consolidación de polvos de base aluminio aleados mecánicamente, consistente en un doble ciclo de prensado en frio y sinterización en vacío, se está desarrollando en nuestro laboratorio. La necesidad de utilizar altas presiones de compactación (1300 MPa) ha llevado al uso de probetas de tracción más pequeñas que las normalizadas. Dos tipos de probetas, en las que la forma queda determinada por los punzones o la matriz, respectivamente, se han usado. En el presente trabajo se describen algunas dificultades encontradas en los ensayos de tracción, especialmente roturas fuera de la zona calibrada. Con la ayuda de estudios fractográficos y otros se ha tratado de interpretar estos fallos.

**Abstract.** A new processing route to consolidate mechanically alloyed Al-base materials, consisting of a double cycle of cold pressing and vacuum sintering, is developed in our laboratory. The high compaction pressure required (1300 MPa) has led to the use of tension testing specimens smaller than the standard ones. Two types of such specimens, shaped by the forming action of punches or die, respectively, have been employed. In the present work some difficulties encountered in tension testing these samples, specially breaking out of the gauge zone, are described. Fractographic and other studies have helped to know the cause of these failures.

## 1. INTRODUCCIÓN

En la investigación del procesado pulvimetalúrgico de aleaciones de base aluminio aleadas mecánicamente es frecuente determinar las propiedades mecánicas. En nuestro laboratorio se está desarrollando un nuevo procedimiento de consolidación de polvos de base aluminio (Al y Al-10Ti) aleados mecánicamente, consistente en la utilización de un ciclo doble de prensado en frío seguido de sinterización [1]. Existen normas y recomendaciones acerca del tamaño y forma de las probetas, realización de los ensayos, ete [2 y 3].

Sin embargo, las aleaciones de aluminio aleadas mecánicamente tienen una elevada dureza relativa (120-170 HV0.02), debiendo emplearse elevadas presiones de compactación para el procesado del polvo por esta ruta (1300 MPa para obtener una densidad en verde del 90-94%). En las condiciones anteriores, las cargas necesarias para la compactación de las probetas normalizadas (Fig.1) son del orden de 900 kN. Al no

disponer en nuestros laboratorios de prensas de tal capacidad, se hace aconsejable la utilización de probetas de pequeño tamaño. A este respecto, se han preparado dos tipos de probetas de tracción de distinto tamaño, en las que la forma queda determinada por los punzones o por la matriz, respectivamente.

El objeto de este trabajo es presentar los resultados obtenidos con cada una de las probetas y discutir las roturas anómalas encontradas en algunos de los ensayos realizados.

## 2. PROBETAS OBTENIDAS POR COMPACTACIÓN CON PUNZÓN CONFORMANTE

Las probetas de tracción de pequeño tamaño se prepararon, inicialmente, mediante una sencilla adaptación de los punzones empleados en la compactación de probetas de flexión. En realidad, se trataba de una solución temporal, adoptada para poder ensayar lo antes posible probetas de tracción. Para ello, los punzones fueron suplementados para la obtención de una zona más estrecha (zona calibrada) en el centro de la probeta (Fig.2).



**Fig. 1**. Esquema de la probeta de tracción normalizada (MPIF y ASTM) para productos pulvimetalúrgicos.



Fig. 2. Esquema de la matriz y los punzones conformantes para la obtención de probetas de tracción.

Una parte importante de las probetas de tracción muestran roturas anómalas por la cabeza de las mismas (Fig.3). En algunos casos, la rotura comienza en el hombro de la probeta y se extiende en forma de media luna por la cabeza. Las marcas de las mordazas se encuentran, en varios casos, en el camino de la rotura. También se producen roturas paralelas al eje de la probeta, es decir, perpendicularmente a la dirección de compactación. Las roturas no válidas se producen con distinta incidencia en función del tipo de polvo empleado (diversa compresibilidad y dureza).



Fig. 3. Aspecto de las roturas anómalas en probetas obtenidas mediante punzón conformante.



Fig. 4. Fractografía SEM de una probeta preparada con punzón conformante, rota por la cabeza.

Se ha observado por SEM que la adhesión es muy baja en las cabezas de las probetas, con abundantes grietas que marcan los límites inter partículas (Fig.4). Por otra parte, se ha comprobado experimentalmente que la densidad es menor en las cabezas que en el cuerpo calibrado de la probeta. Así por ejemplo, en probetas obtenidas a partir de polvo de aluminio aleado mecánicamente, no desgasificado, la cabeza tiene una densidad del 96.8%, mientras que en la zona calibrada la densidad es del 98.5%. Por último, se han observado ocasionalmente grietas perpendiculares a la dirección de compactación, incluso antes del ensayo de tracción (Fig.5).

Los hechos descritos en el párrafo anterior pueden venir ocasionados por el procedimiento de compactación utilizado. Así, partiendo de una altura uniforme del polvo en el interior de la matriz, los punzones conformantes producirán una mayor densidad en la zona calibrada, por dificultad de fluencia del polvo hacia las cabezas. Por tanto, la adhesión alcanzada entre las partículas en las cabezas es menor, y la resistencia de esta parte, a pesar de la mayor sección, es inferior a la de la parte calibrada. Las marcas de las mordazas disminuyen aún más la sección resistente de las cabezas, promoviendo la propagación de la rotura a través de las mismas. Por último, las roturas producidas en dirección perpendicular a la de compactación pueden atribuirse a grietas formadas en las cabezas por expansión elástica de los compactos a la salida de la matriz [4].



Fig. 5. Grietas previas al ensayo de tracción de probetas compactadas con punzones conformantes.

Las probetas preparadas a partir de polvos de menor dureza y mejor compresibilidad alcanzarán una adhesión suficiente en las cabezas rompiendo adecuadamente por la zona calibrada, como así ha sucedido.

## 3. PROBETAS PREPARADAS CON MATRIZ CONFORMANTE

En vista de la falta de homogeneidad de la densidad en las probetas anteriores, la no semejanza de las mismas con las normalizadas, así como los agrietamientos por expansión elástica a la salida de la matriz, se procedió al rediseño de la probeta de tracción y de la matriz correspondiente.

La nueva probeta de tracción es semejante a la normalizada, si bien de un tamaño ligeramente inferior al habérsele reducido el tamaño de las cabezas y el espesor de la zona calibrada (Fig.6). La carga de compactación necesaria es del orden de los 420 kN. En esta ocasión, se construyó una matriz con la forma de la probeta, siendo plano el frente de los punzones. Con ello, se debe obtener una mejor homogeneidad de la densidad entre las cabezas y la parte calibrada. Simultáneamente, se reducen los problemas de agrietamiento por expansión elástica, al no estar los extremos de la cabeza en voladizo durante la expulsión del compacto de la matriz.

En ciertas series, las roturas de las probetas de tracción nuevas se producen en la cabeza o muy cerca de la cabeza, raramente en el tercio central de las mismas (Fig.7).



Fig. 6. Esquema de la probeta obtenida con matriz conformante.



Fig. 7. Probetas de matriz conformante con roturas anómalas.

Una vez rotas, se comprueba que la mitad más pequeña es siempre menos densa. La diferencia de densidades es mayor cuanto más diferentes en tamaño son los dos trozos. Por ejemplo, la probeta 2 de la figura 7 tiene densidades del 98,6 y 92,6 en el trozo mayor y menor, respectivamente.

Las observaciones anteriores pueden explicarse bien porque (a) las cabezas sean menos densas como ocurría en las probetas de punzón conformante, bien porque (b) la densidad disminuya progresivamente desde una cabeza a la otra. Se ha observado que en las muestras preparadas en verde (y también después del reprensado) las caras perpendiculares a la dirección de prensado no son paralelas entre sí (Fig.8), siendo necesario rectificar una de las caras para obtener probetas apropiadas para ensayar.



**Fig. 8**. Probetas de matriz conformante mostrando falta de paralelismo entre caras perpendiculares a la dirección de compactación.

La observación anterior hace pensar en una incorrecta distribución del polvo dentro de la matriz, de forma que en la cabeza que tenga más polvo se obtendrá más altura y densidad, variables que disminuirán progresivamente hacia la otra cabeza.



Fig. 9. Probetas de matriz conformante preparadas con enrasado del polvo previo a la compactación.

Se han preparado nuevas muestras, comprobando que la distribución del polvo sea uniforme dentro de la matriz (técnica similar a la empleada en producción industrial, enrasando el polvo con la matriz, mientras se mantiene el punzón inferior levantado). También se ha rotado el sistema punzones-matriz-prensa para comprobar el posible efecto de compresión no uniforme, resultando todas las muestras con caras paralelas

independientemente de la orientación punzones-matrizprensa, tanto en el primer prensado como en el reprensado.



**Fig. 10**. Fractografía SEM de una probeta de matriz conformante, preparada con enrasado del polvo, rota por la cabeza.

La rotura de las probetas anteriores se produce mayoritariamente en el tercio central (Fig.9). La medida de la densidad de los dos trozos en que resultan rotas estas probetas indica diferencias de densidad entre ambas partes inferiores al 1%, típicamente del 0,5%. En las probetas que han roto por la cabeza se ha detectado por microscopía electrónica de barrido la presencia de diversas contaminaciones en el origen de la rotura (Fig.10). Las contaminaciones más frecuentes son restos carbonáceos, probablemente resultantes de la combustión incompleta de trozos de cerda de brocha, y cloruros, en particular cloruro sódico.

## 4. COMPARACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS CON LOS DOS TIPOS DE PROBETAS

Se han ensayado probetas de los dos tipos discutidos en los apartados anteriores preparadas en unas mismas condiciones de procesado (polvo de partida, presiones de compactación y temperaturas de sinterización), lo que, idealmente, debiera dar lugar a propiedades finales de los compactos idénticas entre sí. En la tabla 1 se recogen los resultados relativos a la resistencia a la tracción y alargamiento.

En general, el alargamiento mostrado por las probetas de matriz conformante es inferior al de las de punzón conformante. Este fenómeno es consecuencia de la dependencia existente entre la longitud de calibración que se considere y los alargamientos obtenidos. La normas ASTM [5] y UNE [6] permiten calcular, en el caso de acerós suaves o inoxidables, la diferencia previsible entre los alargamientos obtenidos con diversos tipos de probetas. La tendencia debe ser similar para el aluminio y consiste en que los alargamientos son mayores en las probetas de menor relación longitud de calibración/área tranversal, tal como se ha observado aquí.

**Tabla 1.** Resistencia a la tracción y alargamiento deprobetas de tracción obtenidas mediante punzónconformante y mediante matriz conformante,respectivamente.

Tipo de polyo	R, MPa (A, %)				
nrocesado	Punzón	Matriz			
	conformante	conformante			
Al IJ, 10h	325 (7.0)	297 ( 5.2)			
Al IJ, 10h, D500	345 (7.1)	306 ( 5.3)			
Al EC, 10h	342 (16.3)	277 (12.5)			
Al EC, 10h, D500	338 (5.5)	290 ( 6.8)			
Al 99.94, 10h	303 (33.0)	232 (15.5)			
Al 99.94, 10h, D500	285 (7.5)	217 (2.4)			

Las probetas de punzón conformante tienen una resistencia superior a las de matriz conformante. Dichas diferencias no pueden explicarse con facilidad. Una razón que puede aducirse es la falta de homogeneidad en la densidad -y por tanto en las propiedades- que se ha medido en los distintos tipos de probetas de tracción. Las probetas de punzón conformante tienen mayor densidad en la parte calibrada, tal como se ha recogido en el apartado correspondiente. Las probetas de matriz conformante, por su parte, tienen una densidad variable a lo largo de la zona calibrada tendiendo a romper por la parte de menor densidad.

## 5. CONCLUSIONES

Las probetas de tracción preparadas mediante matriz conformante son preferibles a las de punzón conformante. En estas últimas existe una notable diferencia de densidad entre la zona calibrada y las cabezas, por lo que se producen roturas por los extremos.

En las probetas de matriz conformante, si bien existen diferencias progresivas de densidad de un extremo a otro de la probeta, esta falta de homogeneidad puede disminuirse o eliminarse mediante un cuidadoso llenado de las matrices. En estas circunstancias, la rotura cae dentro de la zona calibrada.

Por otra parte, incluso con las probetas conformadas por la matriz, existe el peligro de contaminaciones que pueden originar la invalidez del ensayo de tracción. Estas contaminaciones han sido caracterizadas (cerdas de brocha, cloruro sódico), lo que permite adoptar las precauciones necesarias.

#### 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo agradecen la financiación recibida de la C.I.C.Y.T. a través del proyecto de investigación MAT92-0711.

#### 7. REFERENCIAS

- Rodríguez, J.A., Gallardo, J.M. and Herrera, E.J., "Consolidation of mechanically alloyed aluminium by double cold pressing and sintering", in Advances in Materials and Processing Technologies, M.S.J. Hashmi, Ed., 241-249, Dublin City University (1993).
- "Tension test specimen for pressed and sinterd metal powders", MPIF Standard 10, Metal Powder Industries Federation (1963).
- [3] "Tension testing of metallic materials", ASTM Standard Method E8, American Society for Testing and Materials (1981).
- [4] Rodríguez, J.A., Gallardo, J.M. y Herrera, E.J., "Fenómenos de adhesión y agrietamiento durante la consolidación de polvo de aluminio aleado mecánicamente", Anales de Mecánica de la Fractura, 11, 229-235 (1994).
- [5] "Mechanical testing of steel products", ASTM Standard Method A370, American Society for Testing and Materials (1977).
- [6] "Conversión de alargamientos en aceros", Norma UNE 7-264-72, IRANOR (1972).

## FATIGA EN SOLDADURA LASER DE CHAPAS RECUBIERTAS.

#### J.M<sup>a</sup>. Amo, J. Durán, J. Chao

## CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES METALURGICAS CENIM (CSIC) MADRID

**Resumen**. Se estudia el comportamiento a la fatiga de soldaduras a tope por proceso laser de chapas recubiertas de la aleación anticorrosión Al55Zn, en espesores de 0,62 y 1,16 mm. La resistencia a la fatiga de ambos tipos de uniones es excelente, con tensiones máximas de 130 MPa y 175 MPa, respectivamente, a  $2x10^6$  ciclos, a pesar de la severidad de los defectos superficiales encontrados, especialmente en la raíz de las soldaduras. Los análisis al MEB muestran que dichos defectos son los puntos de iniciación de las roturas de fatiga, las cuales se propagan por ZTA o por material fundido, según los niveles de carga aplicados.

Abstract. fatigue behavior of butt welds carried out by the laser process on 0.62 mm and 1.16 mm thickness steel sheets, coated with the anticorrosive alloy Al55Zn has been studied. The fatigue resistance of both types of welds is excellent, with maximum fatigue tensions of 130 and 175 MPa, respectively, at  $2x10^6$  cycles, in spite of the severity of the superficial defects found, especially in the roots of the welds. The SEM analyses show that such defects are the initiation sites of the fatigue fractures, which propagate along the HAZ's or weld material, depending on the load levels applied.

#### 1. INTRODUCCION.

Se estudia el comportamiento a fatiga de las uniones soldadas a tope mediante el procedimiento laser de chapas de acero recubiertas de aleación anticorrosión Al55Zn.

Los espesores nominales de chapas han sido de 0,62 y 1,16 mm y la superficie de revestimiento por ambas caras entre 35 y 50 micras. Los límites elásticos para ambos espesores fueron de 320 MPa y 350 MPa, con resistencias a la tracción de 370 MPa y 400 MPa, respectivamente. El equipo de soldadura utilizado fue un laser continuo de  $CO_2$ , de la firma Rofin-Sinar, de 6 Kw de potencia, provisto de una lente parabólica de 127 mm de longitud focal.

#### 2. UNIONES SOLDADAS.

Ensayos previos fueron realizados para establecer la influencia de los parámetros de soldadura, especialmente potencia del haz y velocidad de soldadura. Las

mejores condiciones se consiguieron en modo de transmisión TEM00 y modo de operación en "keyhole", con mancha focal de 0.22 mm, situada a nivel de superficie de las chapas. Como gas de protección y barrido de plasma se utilizó He. El grado de penetración y relleno de las soldaduras fue verificado metalográficamente y los ensayos mecánicos de tracción permitieron garantizar que las roturas se localizasen en metal de base, alejado de la influencia de las uniones.

Para espesores de 0,62 mm las condiciones operatorias óptimas pueden situarse en el intervalo de 800 w y 3,8 m/min correspondientes a 12,6 J/mm y 750 w con 3,5 m/min correspondiente a 12,9 J/mm. En el mismo sentido para espesor de 1,16 mm los parámetros operatorios óptimos quedaron fijados en 1300 w y 1,4 m/min (55,7 J/mm).

Estudios metalográficos establecieron la anchura de la zona soldada, la extensión de la zona con deterioro del revestimiento y especialmente la forma de producirse la solidificación en la zona vaporizada del material y las



Fig. 1. Detalle de la zona fundida (X100)

transformaciones en la zona afectada térmicamente. En la Figura Nº1 puede observarse la simetría en la solidificación con una línea central muy marcada de borde de grano y el grueso tamaño de grano obtenido.

El estudio de durezas puso de manifiesto que, para un material base con dureza de 150 HV, la zona fundida alcanza durezas superiores de 265 HV, manteniéndose la zona afectada térmicamente entre 200 y 240 HV.

## 3. COMPORTAMIENTO A FATIGA.

Seleccionados los parámetros operatorios óptimos, se procedió a realizar uniones soldadas sobre las que fueron mecanizadas probetas planas para ensayo axial a fatiga. La soldadura fue situada transversalmente al esfuerzo con una longitud base de 24 mm.

Los resultados obtenidos en los ensayos para R = 0,1 se reproducen en la Figura N°2.

Pudo establecerse una relación lineal para la determinación del número de ciclos ( N ) en función de la tensión máxima aplicada a la probeta ( S en MPa).

Espesor	=	0,62	mm	Ν	=	10	E	21	/	$S^7$
Espesor	=	1,16	mm	N		4	E	17	/	S <sup>5</sup>

De los resultados anteriores puede establecerse que, para una vida estimada de 2 millones de ciclos, las

# Espesores : 0.62 y 1.16 mm.



Fig. 2. Resultados de los ensayos de fatiga.

(.) Espesor de 0,62 mm; (+) Espesor de 1,16 mm

tensiones máximas a aplicar serán de 130 MPa para espesores de 0,62 mm y de 175 MPa para 1,16 mm.

El estudio fractográfico de las probetas ensayadas puso de manifiesto la presencia de defectos de mordedura en la zona de soldadura, que puede evaluarse como una pérdida importante del espesor resistente en la zona de la unión. Este defecto resulta más acusado en las chapas de menor espesor, en las que suele oscilar entre 5 y 10% del espesor nominal de la chapa pudiendo llegar a esporádicamente alcanzar localmente hasta el 25%. Debe considerarse que las tensiones indicadas anteriormente han sido referidas a dicho espesor nominal.

La aparición de mordeduras se produce fundamentalmente por defectos de enfrentamiento de las chapas, por los tipos de preparación de bordes y por ligeras desviaciones del haz de la línea de unión, defectos a los que el proceso laser es muy sensible, especialmente en el soldeo de chapa fina. En la figura Nº 3, a, b y c, puede apreciarse la influencia de estos parámetros sobre la producción de mordeduras.

Para evaluar la pérdida de espesor en el comportamiento a fatiga, se realizaron ensayos complementarios sobre material base con entalla. La entalla fue mecanizada en sentido transversal al esfuerzo mediante una V de 30 grados de abertura y profundidad de 0,15



Fig. 3a). Falta de enfrentamiento - 0,06mm



Fig. 3b). Desviación del haz =0,15 mm



Fig. 3c). Conjunción de los defectos 3a) y 3b)

mm, con radio en el vértice de 0,25 mm. Esto representa para la chapa más delgada, de 0,62 mm, una pérdida aproximada de espesor del 25%.

Estos ensayos verificaron que los defectos reales encontrados en las uniones laser superan en severidad a una pérdida uniforme de espesor del 25%.

En este sentido, comparando los resultados reales con los de las chapas entalladas, el límite de fatiga se incrementa en aproximadamente un 40% en este último caso, con la entalla descrita anteriormente.

Debe observarse, no obstante, que a pesar de los importantes defectos geométricos superficiales que se encontraron en las soldaduras laser, presentaron un excelente comportamiento a fatiga, como se pone de manifiesto por la buena relación entre las tensiones máximas admisibles para 2 millones de ciclos y las resistencias a la tracción - 0,35 y 0,44- para ambos espesores de 0,62 y 1,16 mm, respectivamente.

## 4. MECANISMO DE FRACTURA.

El inicio de la grieta de fatiga se produce por un defecto continuo en la zona de raíz, más frecuente en el menor espesor, como se muestra en la Figura Nº4, o a partir de defectos superficiales localizados.

A partir de ellos el avance se produce en dirección del espesor y hacia los extremos de la probeta. Para tensiones bajas la identificación de un avance estriado es manifiesto, pero el incremento en K, por incremento de " a " o de la tensión produce una superficie de fractura más lisa, con menor definición de las estrías. En la última fase de rotura la presencia de un modo de propagación dúctil es manifiesto.

El complejo mecanismo de rotura de la unión soldada sometida a fatiga está muy influenciado por su propagación a través del material base o de la zona fundida. Se pudo observar que con tensiones altas, la propagación se realiza a lo largo de las mordeduras superficiales, por lo que las roturas se localizan preferentemente en el material base.

Con tensiones más bajas en el ensayo, se produce una variación en la dirección de propagación, pasando del material base al fundido, con un tamaño de grano notablemente superior y produciendo un modo de rotura transcristalino con aspecto de fragilidad y ópticamente muy brillante, que hace disminuir la vida de la probeta.

En la Figura N° 5, a y b, se muestra una rotura por borde (metal base) y en la Figura N° 6, a y b, el cambio en la dirección de propagación y el diferente aspecto superficial de la rotura.



Fig. 4. Mordedura en la zona de raíz.



Fig. 5a). Perfiles de una rotura (X7)





La Figura N° 7 es representativa de la Fractografía de la superficie de rotura producida en zona fundida y la Figura N°8 del metal base.

## 5. CONCLUSIONES

Los defectos relevantes desde el punto de vista de resistencia a la fatiga de chapa fina recubierta de Al55Zn, son las entallas que originan las mordeduras y faltas de material en las uniones y que, básicamente, se producen por desalineaciones de bordes y por desviaciones del haz de laser de la línea de unión. Estos defectos son comunes en el soldeo laser de chapas delgadas en general. No obstante, con chapas recubiertas, podrían surgir otros tipos de defectos diferentes a causa de la interferencia de los vapores del revestimiento con el haz de laser, si no se toman las medidas oportunas durante el soldeo.

Las entallas originadas, principalmente por mordeduras en la raíz de las soldaduras, constituyen la base fundamental para el inicio de la rotura por fatiga y a partir de ellas son localizadas las estriaciones típicas de fatiga.

En probetas sometidas a tensiones elevadas, la severidad del defecto condiciona la localización de la propagación que generalmente se mantiene dentro del plano del borde de fusión. El avance de la fractura por



Fig. 6a). Cambio de dirección en la fractura (X7)



Fig. 6b). Superficies de fractura - rotura 6a) (X7)



Fig. 7. Fractografía en la zona fundida.

fatiga se realiza en primer lugar en el sentido del espesor, avanzando posteriormente hacia los extremos de la probeta donde finaliza la rotura en forma dúctil.

Por el contrario, una disminución de la tensión de solicitación hace posible un cambio en la dirección de propagación, produciéndose su entrada en la zona central del material fundido. El grueso tamaño de grano de dicha zona hace posible una rápida propagación de grieta a través de ellos, proporcionando una rotura sin deformación hasta el extremo de la probeta.

Teniendo en cuenta la severidad de los defectos encontrados y los resultados obtenidos en los ensayos de fatiga, debe establecerse el excelente comportamiento de este tipo de uniones, que presentan una muy buena relación entre la tensión de fatiga admisible para una vida de 2 millones de ciclos y su resistencia a la tracción.



Fig. 8. Fractografía en el metal de base.

#### EFECTO DE LA TRIAXIALIDAD SOBRE EL CRECIMIENTO DE HUECOS EN LAS PROXIMIDADES DE ENTALLAS

#### J. Toribio<sup>1</sup>, E. Vasseur<sup>2</sup>, E.R. Justo<sup>1</sup>

#### <sup>1</sup>Departamento de Ciencia de Materiales (ULC) ETSI Caminos, Campus de Elviña, 15192 La Coruña <sup>2</sup>Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris B.P. 87, 91003 Evry Cédex, FRANCIA

**Resumen.** Este trabajo analiza la influencia de la triaxialidad sobre el crecimiento de micro-huecos en las proximidades de entallas, por medio de ensayos de fractura sobre muestras prismáticas entalladas y ulterior análisis fractográfico mediante microscopía electrónica de barrido. La rotura se inicia siempre en una región fibrosa en las proximidades del fondo de la entalla en la cual el proceso de fractura tiene lugar por crecimiento y coalescencia de microhuecos (MVC), seguida por una región amplia en la cual la fractura se produce de manera inestable por clivaje (C). Aunque la tasa de crecimiento de micro-huecos es una función creciente de la triaxialidad tensional, parece existir un tamaño crítico de micro-hueco, y así la extensión máxima de la región MVC disminuye a medida que la triaxialidad aumenta; una vez que se alcanza el tamaño crítico —o máximo— de micro-hueco, la fractura inestable se produce por clivaje. Esta conclusión es válida sólo para valores globales (factor de triaxialidad para cada geometría), pero no para valores locales (triaxialidad en cada punto de la sección de fractura en una geometría dada).

Abstract. This work analyzes the influence of triaxiality on the growth of micro-voids in the vicinity of notches, by means of fracture tests on prismatic notched samples with different notch geometries and ulterior SEM fractographic analysis. Fracture always initiates in a *fibrous* or *dimpled* region in the vicinity of the notch tip in which the fracture process takes place by *micro-void coalescence* (MVC), followed by a broad region in which fracture occurs in unstable manner by *cleavage-like* (C). Although the rate of growth of holes is an increasing function of the stress triaxiality, a critical size of micro-void seems to exists, and thus the maximum extension of the MVC region decreases as the triaxiality increases; once the critical —or maximum— size of void is achieved, then unstable fracture takes place by cleavage. This conclusion is valid only for global levels (triaxiality factor for each geometry), but not for local values (stress triaxiality at each point of the fracture section in a given geometry).

## 1. INTRODUCCION

El estudio de los mecanismos de crecimiento de huecos en materiales ha sido un tema fundamental dentro de la investigación en el campo de la Mecánica de Fractura, que se ha plasmado en importantes trabajos convertidos ya en clásicos (cf. [1-3]), o en trabajos más recientes que desarrollan teorías de deformación plástica y fractura dúctil basadas en la nucleación y crecimiento de huecos [4-5], de forma que actualmente parece aceptado el hecho de que la tasa de crecimiento de huecos es función creciente de la triaxialidad tensional.

Sin embargo, a pesar del importante esfuerzo investigador en la línea anterior, relativamente pocos trabajos se han centrado en el análisis de la extensión de las zonas con topografía microscópica de crecimiento y coalescencia de micro-huecos (MVC). A este respecto, le referencia [6] analiza la situación en el caso de muestras axilsimétricas entalladas de acero perlítico de alta resistencia, demostrándose que existe un nivel de triaxialidad *—característico* del material*—* por debajo del cual la topografía es MVC y por encima del cual el proceso de fractura se produce por clivaje.

En este artículo se presenta un exhaustivo estudio fractográfico de las superficies de rotura en muestras prismáticas entalladas de acero perlítico de alta resistencia, utilizando diferentes geometrías de entalla con el fin de elucidar la influencia de la triaxialidad tensional no sólo en los mecanismos de crecimiento y coalescencia de micro-huecos, sino también en la extensión de la zona con topografía microscópica MVC, para así determinar la posible influencia cuantitativa de la triaxialidad en el tamaño de la *zona de proceso* para el fenómeno de fractura.

### 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material utilizado fue un acero perlítico de alta resistencia suministrado comercialmente en alambres de 12 mm de diámetro. La composición química y las propiedades mecánicas aparecen en las Tablas 1 y 2.

Tabla 1. Composición química (%)

С	Mn	Si	Р	S
0.85	0.60	0.26	0.010	0.030

Tabla 2. Propiedades mecánicas

E (GPa)	σ <sub>Y</sub> (MPa)	σ <sub>max</sub> (MPa)	ε(σ <sub>max</sub> ) (%)	P (MPa)	n
 199	600	1151	6.1	2100	4.9
			_		

P,n: Parámetros Ramberg-Osgood  $\varepsilon = \sigma/E + (\sigma/P)^n$ 

Se utilizaron muestras prismáticas simple y doblemente entalladas con simetría plana y diferentes radios en el fondo de la entalla, con el fin de obtener distintas distribuciones de triaxialidad en las proximidades del fondo de la entalla y así estudiar su influencia en el crecimiento de micro-huecos. Las geometrías con entalla simple se denominaron PA (radio mínimo) y PC (radio máximo), mientras que aquellas con doble entalla se denominaron PAA (radio mínimo) y PCC (radio máximo). Las dimensiones de las muestras empleadas aparecen en la Tabla 3.

Tabla 3. Dimensiones de las muestras (mm)

Geom	А	d	R	· W	В
PA	1.80	7.20	0.61	9.00	4.50
PC	1.70	7.30	6.56	9.00	4.50
PAA	0.75	5.90	0.24	7.40	7.40
PCC	0.69	6.02	2.69	7.40	7.40

donde A es la profundidad de entalla, d la longitud no entallada de la sección neta, R el radio en el fondo de la entalla, W el canto o dimensión total (W=A+d en las simplemente entalladas; W=2A+d en las doblemente entalladas) y B el espesor en dirección perpendicular.

Se realizaron ensayos de fractura a flexión pura sobre las probetas prismáticas simplemente entallas (PA y PC) y ensayos de fractura a tracción sobre las probetas prismáticas doblemente entalladas (PAA y PCC). En todos los ensayos se sometió a las probetas a un proceso de carga monótona creciente hasta rotura, utilizando control de desplazamientos. Los ensayos se instrumentaron colocando en la probeta extensómetros para la medida de apertura de la boca de la entalla (en el caso de ensayos de fractura a flexión pura) o desplazamientos relativos en dirección axial (en el caso de ensayos de fractura a tracción). En cada ensayo se obtuvo un registro continuo momento-apertura o cargadesplazamiento (variables macroscópicas medibles). La solicitación de flexión pura fue aplicada por medio de un dispositivo de rodillos con cuatro puntos de apoyo, según se muestra en la Fig. 1, a fin de tener un momento flector como única solicitación en la sección de la entalla, estando ésta situada en la zona de tracción.



Fig. 1. Dispositivo experimental para los ensayos de flexión pura.

Los resultados macroscópicos de los ensayos de fractura a flexión pura sobre probetas simplemente entalladas (PA y PC), se ofrecen en la Fig. 2 en forma de curva momento-apertura. La rotura se produjo siempre con carácter frágil desde el punto de vista macroscópico, en plena rama ascendente en la curva momento-apertura aunque también se aprecian brevísimos descensos de carga al final del ensayo. Debido al espesor relativamente pequeño de las muestras ensayadas, la estricción fue considerable, con concentración de deformación plástica en las proximidades del fondo de la entalla y disminución clara de espesor, siendo este fenómeno más acusado en la geometría PC, de mayor radio de entalla, lo cual es también coherente con el mayor desarrollo en régimen plástico de su curva momento-apertura, en comparación con la geometría PA.

Una conclusión análoga cabe extraer de los ensayos de fractura sobre las probetas prismáticas doblemente entalladas (PAA y PCC) solicitadas a tracción, cuyos resultados macroscópicos se dan en la Fig. 3 en forma de curva carga-desplazamiento. También la rotura se produce en plena rama ascendente de carga, en ambos casos sin descenso alguno, lo cual es coherente con el mayor espesor de las probetas doblemente entalladas, que lleva aparejada menor estricción en forma de pérdida de sección neta al final del ensayo.



Fig.2. Resultados de los ensayos de fractura (flexión)

## 3. ANALISIS FRACTOGRAFICO

El análisis fractográfico de las superficies de rotura se realizó por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM) con un voltaje de aceleración de 20 a 25 kV. Antes del examen, todas las muestras se limpiaron con acetona y ultrasonidos, cubriéndose a continuación el área fracturada con una fina capa de oro-paladio, a fin de evitar la corrosión.

En todos los casos la superficie de fractura presenta la apariencia esquematizada en la Fig. 4. La rotura se inicia siempre por crecimiento y coalescencia de microhuecos (*micro-void coalescence*: MVC) en la zona próxima a la entalla, para a continuación propagarse de forma brusca por clivaje (C) orientado en direcciones radiales y finalizar en otra zona tipo MVC de mucho menor tamaño. La topografía inicial MVC representa la *zona de proceso* o zona de iniciación del fenómeno de fractura, y tiene en general mayor profundidad en la zona central (máxima triaxialidad o constreñimiento lateral), decreciendo hacia los bordes de la muestra, si bien vuelve a aumentar muy localmente junto a la superficie libre, región en estado de tensión cuasiplana. Este resultado es general para todas las probetas.



(1995)

Fig.3. Resultados de los ensayos de fractura (tracción)



Fig. 4. Aspecto general del área de fractura.

En todos los casos se midió la profundidad de la zona MVC en al menos 30 puntos a lo largo de la entalla, con el fin de tener la forma de la zona de proceso y la profundidad máxima, para así relacionarla con la triaxialidad tensional, dependiente a su vez de la geometría de la entalla. Los resultados se muestran en las Figs. 5 (flexión) y 6 (tracción).

187



Fig. 5. Análisis fractográfico: probetas prismáticas simplemente entalladas, ensayos de flexión pura.



Fig. 6. Análisis fractográfico: probetas prismáticas doblemente entalladas, ensayos de tracción.

#### 4. **DISCUSION**

Los valores máximos de la profundidad MVC son de 0.70 mm (PA: entalla simple de radio mínimo; flexión), 1.55 mm (PC: entalla simple de radio máximo; flexión), 0.30 mm (PAA: entalla doble de radio mínimo; tracción) y 1.00 mm (PCC: entalla doble de radio máximo; tracción). Tanto para los ensayos de flexión (Fig. 5) como para los de tracción (Fig. 6), y para las dos geometrías de entalla, la profundidad de la zona MVC es máxima en la zona central (máxima triaxialidad y constreñimiento), y decrece hacia los bordes de la muestra, si bien vuelve a aumentar localmente junto a la superficie libre. También para ambos tipos de ensayo (flexión y tracción), la profundidad de la zona MVC es menor en el caso de la entalla tipo A (radio mínimo) que en la de tipo C (radio máximo). A mayor triaxialidad global de la probeta, menor extensión de la región MVC.

Los hechos enunciados anteriormente podrían parecer contradictorios, puesto que, en cuanto a variación dentro de una misma probeta, la profundidad MVC es función *creciente* de la triaxialidad, mientras que comparando probetas con distintas geometrías de entalla, la extensión MVC es función *decreciente* de la triaxialidad. La aparente paradoja se resuelve realizando tanto un análisis *local* (distribución de triaxialidad en distintos puntos de una geometría dada) como un análisis *global* (balance de valores globales máximos de triaxialidad en distintas geometrías).

Desde el punto de vista *local*, la tasa de crecimiento de huecos es función creciente de la triaxialidad —o constreñimiento— en el punto considerado [2], lo que explica la mayor profundidad MVC en el centro de las muestras. El aumento en las proximidades del borde es muy local, y podría atribuirse al modo distinto de crecimiento y coalescencia cerca una superficie libre, según el cual los huecos tienen más facilidad para la coalescencia lateral por proximidade [7], o al fenómeno de estricción superficial que provoca plastificación intensa, grandes deformaciones y cambios geométricos en esa zona, con aumento local de triaxialidad por efecto entalla.

Realizando un análisis global, el nivel de triaxialidad -o constreñimiento- en cada probeta controla el inicio de la fractura inestable por clivaje, de forma que la profundidad máxima MVC es función decreciente de la triaxialidad global (factor de triaxialidad) en cada geometría. Este hecho resulta coherente con la existencia de un valor crítico ---correspondiente a fractura- del crecimiento de huecos, función decreciente de la triaxialidad [8,9], o con un valor característico de triaxialidad por debajo del cual la fractura es MVC y por encima del cual el mecanismo es de tipo clivaje [6]. Los casos límites de probeta lisa (mínima triaxialidad; estado uniaxial) y probeta fisurada (máxima triaxialidad junto al frente de la fisura) quedan comprendidos en este criterio. En la probeta lisa la rotura se produce por MVC, mientras que en la probeta fisurada la fractura sobreviene por clivaje.

#### 5. CONCLUSIONES

- Los micro-mecanismos fundamentales de fractura del acero perlítico estudiado en distintas condiciones de triaxialidad producidas por la presencia de entallas son dos: crecimiento y coalescencia de microhuecos (MVC) y fractura de tipo clivaje (C).
- 2. La topografía MVC representa la *zona de proceso* o zona de iniciación del fenómeno de fractura, mientras que la topografía tipo C está asociada a la fractura frágil de tipo inestable, con orientación clara irradiando desde la zona de iniciación.
- Localmente, la profundidad de la región MVC es función creciente de la triaxialidad local en el punto considerado, siendo máxima en el centro y decreciendo hacia la superficie libre, debido a que la tasa de crecimiento de huecos aumenta con la triaxialidad.
- 4. Desde el punto de vista global, la extensión máxima de la zona MVC es función decreciente del valor global máximo de la triaxialidad en la muestra (factor de triaxialidad), debido a que el crecimiento crítico de huecos diminuye al aumentar la triaxialidad.
- Los casos límites de probeta lisa (mínima triaxialidad) y fisurada (máxima triaxialidad) quedan comprendidos en este criterio. La probeta lisa rompe por MVC, mientras que la probeta fisurada rompe por clivaje.

#### Agradecimientos

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Dirección General de Investigación Científica y Técnica (DGICYT) y a la Xunta de Galicia por la financiación aportada para la realización de esta investigación a través de los proyectos CE94-001 y XUGA 11801A93, respectivamente. Igualmente agradecen la financiación de la Comunidad Económica Europea (CEE) para la estancia del Dr. Eric Vasseur en la Universidad de La Coruña en calidad de Investigador Visitante (Programa Capital Humano y Movilidad, Proyecto ERBCHBICT 930848).

## REFERENCIAS

- [1] F. A. McClintock, *Journal of Applied Mechanics* 35, 363-371 (1968).
- [2] J. R. Rice, D. M. Tracey, J. Mech. Phys. Solides. 17, 201-217 (1969).
- [3] A. L. Gurson, J. Engng. Mater. Tech. 99, 2-14 (1977).
- [4] S. H. Goods, L. M. Brown, Acta metall. 27, 1-15 (1979).
- [5] G. le Roy, J. D. Embury, G. Edward, M.F. Ashby, *Acta metall.* **29**, 1509-1522 (1981).
- [6] J. Toribio, A. M. Lancha and M. Elices, Mater. Sci. Engng. A145, 167-177 (1991).
- [7] Sun Jun, Engng. Fracture Mech. 39, 799-805 (1991).
- [8] A. Pineau, Proc. 5th Int. Conf. on Fracture-ICF5 (D. Francois, ed.). Cannes, France, pp. 553-577 (1981).
- [9] F. M. Beremin, Proc. 5th Int. Conf. on Fracture-ICF5 (D. Francois, ed.). Cannes, France, pp. 809-816 (1981).

#### ESTUDIO MICROSCOPICO DE LA INICIACION Y PROPAGACION DEL PROCESO DE FRACTURA EN UN ACERO PERLITICO

#### J. Toribio<sup>1</sup>, E. Vasseur<sup>2</sup>

## <sup>1</sup>Departamento de Ciencia de Materiales (ULC) ETSI Caminos, Campus de Elviña, 15192 La Coruña <sup>2</sup>Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris B.P. 87, 91003 Evry Cédex, FRANCIA

**Resumen.** En este artículo se lleva a cabo un análisis mediante microscopía electrónica de barrido del proceso de iniciación y propagación de fractura en muestras prismáticas y axilsimétricas de acero perlítico de alta resistencia ensayadas en aire y ambiente de hidrógeno. Se discuten las características del área de iniciación (zona de proceso) y del modo de propagación, con especial énfasis en la apariencia, orientación y evolución de las topografías microscópicas.

Abstract. In this paper a SEM analysis is performed on the initiation and propagation of the fracture process in prismatic and axisymmetric notched samples of high-strength pearlitic steel tested in air and hydrogen environments. Microscopical features of both initiation area (process zone) and propagation mode are discussed. Emphasis is placed on the appearance, orientation and evolution of microscopic topographies.

#### 1. INTRODUCCION

En el artículo anterior [1] se analiza la influencia de la triaxialidad sobre el crecimiento de micro-huecos en las proximidades de entallas, observándose que la extensión máxima de la zona con topografía de crecimiento y coalescencia de micro-huecos (*micro-void coalescence*: MVC) es función decreciente de la triaxialidad global o factor de triaxialidad en la geometría considerada, mientras que la profundidad en un punto concreto es función creciente de la triaxialidad local en dicho punto.

En este artículo se discuten las características microscópicas del área de iniciación (zona de proceso) y del modo microscópico de propagación en muestras prismáticas y axilsimétricas entalladas de acero perlítico de alta resistencia ensayado en aire y ambiente de hidrógeno producido por polarización catódica, con especial énfasis en la apariencia, orientación y evolución de las topografías microscópicas.

#### 2. MATERIAL UTILIZADO

El material utilizado fue un acero perlítico de alta resistencia suministrado comercialmente en alambres de 12 mm de diámetro. La composición química y las propiedades mecánicas aparecen en las Tablas 1 y 2.

#### Tabla 1. Composición química (%)

С	Mn	Si	Р	S	
0.85	0.60	0.26	0.010	0.030	

Tabla 2. Propiedades mecánicas

E	σ <sub>Y</sub>	σ <sub>max</sub>	ε(σ <sub>max</sub> )	P	n
(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)	(MPa)	
199	600	1151	6.1	2100	4.9

P,n: Parámetros Ramberg-Osgood  $\varepsilon = \sigma/E + (\sigma/P)^n$ 

Se trata de un acero perlítico con un tamaño medio de colonia de perlita de unas 10-15 micras, siendo su segundo nivel microestructural la faceta de cliváje, con unas 50-60 micras de tamaño medio.

## 3. FRACTURA EN AIRE DE MUESTRAS PRISMATICAS ENTALLADAS

La Fig. 1 muestra una vista general de la propagación brusca de fractura por clivaje para el caso de una probeta prismática doblemente entallada sometida a un ensayo de fractura a tracción en aire. La probeta tiene las dimensiones siguientes:

- Radio en el fondo de la entalla = 0.24 mm
- Profundidad de entalla = 0.75 mm
- Canto o dimensión principal = 7.40 mm
- Espesor = 7.40 mm

Como se analiza en el trabajo anterior [1], la fractura se inicia por crecimiento y coalescencia de micro-huecos (MVC) en la zona próxima a la entalla. A partir de a mencionada zona MVC, la fractura final sobreviene mediante un mecanismo de tipo clivaje (*cleavage-like*: C), con las siguientes características:

• No se trata de clivaje puro, puesto que las superficies de fractura no son planas, sino que tienen estriaciones e irregularidades producidas por deformación plástica. A este tipo de topografía microscópica de fractura se le ha dado en llamar cuasi-clivaje [2-3] o clivaje dúctil, aunque el término es lo suficientemente amplio e impreciso como para hacer preferible el uso del término clivaje (o tipo clivaje) en general.

• El tamaño aproximado de las facetas de clivaje es de unas 50-60  $\mu$ m, considerando una faceta como la mínima unidad en la cual las figuras fluviales (*river patterns*) son continuas. Este tamaño está fuertemente relacionado con el del tamaño de grano austenítico primitivo del material [4].

• Se trata de clivaje orientado preferentemente en direcciones radiales partiendo de la zona de iniciación o zona de proceso (MVC). En el caso de la Fig. 1 la iniciación se produce en la parte inferior y el clivaje progresa en dirección vertical hacia la zona superior, pudiéndose apreciar claramente la orientación.

• El sentido de propagación del clivaje se detecta también por las figuras fluviales, que convergen en el sentido de propagación [5]. Por otra parte, de la observación visual a tamaño real de la superficie de fractura se deduce que la superficie de fractura es más rugosa y abrupta en las zonas finales de propagación.

• De acuerdo con el criterio anterior, el punto de iniciación de la fractura por clivaje no se encuentra exactamente en la frontera entre la región MVC (zona de proceso) y la zona de clivaje, sino una o dos facetas hacia el interior, es decir, a 50-100  $\mu$ m de la frontera.

• De la observación de todo el frente de la entalla se deduce que la fractura inestable no se inicia en un único punto del frente de pre-fisura (la creada por MVC), sino en varios puntos más o menos uniformemente distribuidos, de los que arrancan las líneas principales de propagación por clivaje.



Fig. 1. Propagación de fractura por clivaje orientado

## 4. FRACTURA EN AIRE DE MUESTRAS AXILSIMETRICAS ENTALLADAS

La Fig. 2 muestra un mapa micrográfico completo de la superficie de fractura en aire de una probeta axilsimétrica entallada con las dimensiones siguientes:

- Radio en el fondo de la entalla = 0.53 mm
- Profundidad de entalla = 4.40 mm
- Diámetro exterior = 11.25 mm
- Diámetro neto = 2.45 mm

es decir, radio mínimo y profundidad máxima de entalla. En un trabajo anterior [6] se realizó un estudio general de los modos microscópicos de fractura para este tipo de muestras de acero perlítico.

La observación del mapa fractográfico completo permite apreciar un anillo exterior con topografía MVC, con tres lugares predominantes de iniciación (donde la profundidad MVC es mayor) situados más o menos simétricamente a lo largo de la circunferencia perimetral, y por tanto separados entre sí un ángulo de 120°. Las tres zonas de propagación por clivaje también están situadas simétricamente y se orientan desde la periferia al centro de la probeta. Entre las zonas de propagación por clivaje orientadas radialmente, se encuentran, también orientadas radialmente a unos 120° entre sí, zonas oscuras donde el modo microscópico de fractura es labio dúctil (rotura por esfuerzo cortante), demostrando inequívocamente que esas zonas han sido las últimas en romper, cuando la sección neta remanente en la probeta era mínima.



Fig. 2. Fractura en aire de probeta axilsimétrica entallada.

#### 5. FRACTURA EN HIDROGENO DE MUESTRAS ENTALLADAS CON SIME-TRIA AXIAL

En ambiente de hidrógeno, la zona de iniciación o zona de proceso para el acero perlítico en estudio es la denominada zona TTS (tearing topography surface), cuya extensión y características están claramente relacionadas con las variables electro-químicas y mecánicas del ensayo [7-9].

La Fig. 3 ofrece la evolución de la zona TTS desde su inicio (parte superior de la fotografía) para el caso de una muestra axilsimétrica entallada con un radio de entalla de 4.45 mm y una profundidad de entalla también de 4.45 mm (diámetro exterior de la probeta: 11.25 mm). La duración del ensavo fue de dos horas y media. Se observa en primer lugar una cierta orientación de la zona TTS en la dirección de propagación del daño, siendo esta orientación más clara en su inicio (periferia de la probeta). Por otra parte, a medida que se avanza hacia el interior de la probeta, la topografía microscópica se torna más parecida a la de tipo MVC, pudiendo considerarse también como zona de proceso, pues presenta rasgos distintos que la observada en el caso de fracturas en aire, y no cabe postular que se produjese antes que la zona TTS, dado el carácter específico del proceso de fractura en ambiente de hidrógeno. La fractura final es por clivaie en este caso, el cual lógicamente queda fuera de la fotografía.

Las Figs. 4 y 5 muestran también la evolución de la zona TTS partiendo de dos puntos distintos de la periferia de la muestra (parte superior de ambas fotografías) para una probeta axilsimétrica entallada con un radio de entalla de 0.53 mm y una profundidad de entalla de 4.40 mm (diámetro exterior de la probeta: 11.25 mm). La duración del ensayo fue de doce minutos. Las observaciones son análogas al caso anterior, aunque en este caso la zona TTS es, por decirlo así, más genuina, quizá debido al mayor gradiente de tensión hidrostática provocado por una entalla de radio mucho menor. En cualquier caso, también se observa una orientación de la zona TTS en sentido de la propagación (cf. Fig. 4), especialmente apreciable en el inicio o periferia de la muestra (parte superior de la fotografía). Igual que en el caso anterior, poco a poco la topografía TTS pierde especificidad y se torna mixta entre TTS y MVC a medida que la fractura progresa. También en este caso la zona de apariencia mixta puede considerarse en sí misma como zona de proceso, puesto que no es plausible que se produjera antes de que la propia propagación TTS alcanzase ese lugar.

La Fig. 5 incluye también la frontera con el modo de propagación brusca por clivaje (parte inferior de la fotografía), donde parece apreciarse el origen de la fractura brusca a una distancia de unas 50-60 micras hacia el interior, es decir, aproximadamente el tamaño de una faceta de clivaje, lo cual confirma lo que se observó en aire para este mismo tipo de fractura catastrófica por clivaje.



Fig. 3. Zona TTS, en un ensayo de 2,5 horas



Fig. 4. Zona TTS, en un ensayo de 12 minutos

Fig. 5. Zona TTS, en un ensayo de 12 minutos

#### 6. CONCLUSIONES

Para el acero perlítico estudiado, la fractura en aire se inicia por crecimiento y coalescencia de micro-huecos (MVC), y se propaga bruscamente por clivaje orientado en direcciones radiales que parten de diferentes puntos de iniciación, siempre situados a una cierta distancia (50-100  $\mu$ m, una o dos facetas de clivaje) del final de la zona de iniciación o zona de proceso (MVC).

En ciertos casos con simetría axial se detecta la presencia de topografías de tipo labio dúctil, con rotura por esfuerzo cortante en el interior de la sección fracturada, lo cual denota la existencia de frentes de fractura múltiples propagándose radialmente desde la periferia hacia el interior de la probeta, dejando entre ellos labios dúctiles también radiales.

En ambiente de hidrógeno la iniciación de fractura se asocia a la topografía TTS, que puede así considerarse un modo de fractura y también un modo de propagación lenta. En este trabajo se han observado por primera vez las variaciones de textura y apariencia de la zona TTS a medida que el proceso de fractura progresa, detectándose una cierta orientación al principio y una progresiva pérdida de especificidad en los estadios finales.

#### Agradecimientos

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Dirección General de Investigación Científica y Técnica (DGICYT) y a la Xunta de Galicia por la financiación aportada para la realización de esta investigación a través de los proyectos CE94-001 y XUGA 11801A93, respectivamente. Igualmente agradecen la financiación de la Comunidad Económica Europea (CEE) para la estancia del Dr. Eric Vasseur en la Universidad de La Coruña en calidad de Investigador Visitante (Programa Capital Humano y Movilidad, Proyecto ERBCHBICT 930848).

#### REFERENCIAS

- [1] Toribio, J., Vasseur, E. y Justo, E.R., "Efecto de la triaxialidad sobre el crecimiento de huecos en las proximidades de entallas", Anales de Mecánica de la Fractura 12 (en este volumen).
- [2] IITRI Fracture Handbook (Bhattacharya, S., Johnson, V.E., Agarwal, S. and Howes, M.A. H., eds.). Metals Research Institute, Chicago (1979).
- [3] ASM Metals Handbook, Vol. 11: Failure Analysis and Prevention. American Society for Metals, Metals Park (1986).
- [4] Park, Y.J. and Bernstein, I.M., "The process of crack initiation and effective grain size for cleavage fracture in pearlitic eutectoid steel", Metall. Trans. 10A, 1653-1664 (1979).

- [5] Broek, D., "Elementary Engineering Fracture Mechanics", Martinus Nijhoff Publishers, The Hague (1982).
- [6] Toribio, J., Lancha, A.M. and Elices, M., "Macroscopic variables governing the microscopic fracture of pearlitic steel", Mater. Sci. Engng. A145, 167-177 (1991).
- [7] Toribio, J., Lancha, A.M. and Elices, M., "Characteristics of the new tearing topography surface", Scripta Metall. Mater. 25, 2239-2244 (1991).
- [8] Toribio, J., Lancha, A.M. and Elices, M., "Hydrogen embrittlement of pearlitic steels: Phenomenological study on notched and precracked specimens", Corrosion 47, 781-791 (1991).
- [9] Toribio, J., Lancha, A.M. and Elices, M., "The tearing topography surface as the zone associated with hydrogen embrittlement processes in pearlitic steel", Metall. Trans. 23A, 1573-1584 (1992).

## FRACTURE ANALYSIS OF CONCRETE MICROSTRUCTURE USING INTERFACE ELEMENTS

## C. M. López, I. Carol ETSECCPB UPC, 08034 Barcelona, Spain

Abstract: A 14×14cm concrete specimen is represented in 2-D by 16 irregular aggregate pieces surrounded by mortar. The possibility of cracking is introduced by inserting interface elements along all aggregate-mortar and mortar-mortar element boundaries. The continuum elements remain elastic, while interface behavior is given by a fracture energy-based work-softening plastic model with a coupled normal-shear failure surface. Preliminary numerical results are presented of the specimen subjected to pure tension, showing quite reasonable crack patterns and overall average response.

**Resumen:** Una muestra de hormigón de 14×14cm se representa en 2-D mediante 16 áridos irregulares rodeados por mortero.La posibilidad de fisuración se introduce insertando elementos de interfase a lo largo de todos los contactos entre elementos triangulares, de tipo árido-mortero y mortero-mortero. Los elementos de medio continuo se suponen elásticos, mientras que para la interfase se supone un modelo plástico con superficie de rotura en función de la tensión normal y tangencial y reblandecimiento por trabajo de fractura. Se presentan algunos resultados numéricos preliminares de la muestra sometida a tracción pura, en los que se obtienen esquemas de fisuración y respuestas globales bastante razonables.

### **1 INTRODUCTION**

Complex aspects of fracture of composite materials require explicit consideration of their components and microstructure. Some studies of this kind, using the FEM, can be found in the literature of concrete [1, 2, 3]. In this paper, on-going research at ETSECCPB-UPC along this line is summarized, and some preliminary results are presented. The microstructural discretization used is borrowed from [2], with a total of 16 pieces of irregular aggregate, arranged in approximately  $4 \times 4$  and surrounded by the matrix (Fig. 1). Aggregates and mortar are discretized with triangular finite elements with linear elastic behavior. The FE mesh also includes zero-thickness interface elements with double nodes, along all mortar-mortar and mortar-aggregate interelement boundaries. A similar mesh was already used in [4], for the study of sulphide-induced differential expansions in the concrete of two gravity dams. The use of interface elements for fracture analysis was proposed in [5] and developed later in [6, 7, 8, 9]. The model adopted for interface behavior is described in the following section. It incorporates the possibility of crack opening if certain levels of shear/normal stresses are reached. With interfaces inserted all over the mesh, cracks can open, close and develop specific paths depending on geometry, size, loading conditions, etc. with the only restriction that they must follow preestablished element boundaries. The mesh used contains 698 triangles, 630 interface elements and 1,400 nodes. Calculations have been run with the FE code DRAC and represented with the post-processor DRAC-VIU, both fully in-house developed at ETSECCPB-UPC [10].

### **2 INTERFACE CONSTITUTIVE MODEL**

Interface behavior is formulated in terms of the normal and shear components of stresses (tractions) on the interface plane,  $\boldsymbol{\sigma} = [\sigma_N, \sigma_T]^t$ , and corresponding relative displacements  $\mathbf{u} = [u_N, u_T]^t$  (<sup>t</sup>=transposed). The model is analogous to that used for each potential crack plane in the multicrack model [11, 12, 13, 14, 15]. It conforms to work-softening elastoplasticity, where plastic relative displacements can be identified with crack openings. The main features of the plastic model are represented in Fig. 2.


Fig. 1 - FE mesh for matrix (left) and aggregates (right)



Fig. 2 — Interface model: (a) failure surface and plastic potential, (b) basic modes of fracture, (c) softening laws, and (d) evolution of the failure surface

The initial loading (failure) surface F = 0 is given as a three-parameter hyperbola (tensile strength  $\chi$ , c and  $\tan\phi$ ; Fig. 2a). The model is associated in tension (Q = F), but not in compression, where dilatancy vanishes progressively for  $\sigma_N \rightarrow \sigma^{\text{dil}}$ . Classic Mode I fracture occurs in pure tension. A second Mode IIa is defined under shear and high compression, with no dilatancy allowed (Fig. 2b). The fracture energies  $G_f^I$  and  $G_f^{IIa}$  are two model parameters. After initial cracking, c and  $\chi$  decrease (Fig. 1c), and the loading surface shrinks, degenerating in the limit case into a pair of straight lines representing pure friction (Fig. 1d). The process is driven by the energy spent in fracture process,  $W^{\rm cr}$ , the increments of which are taken equal to the increments of plastic work, less frictional work in compression. Total exhaustion of tensile strength ( $\chi = 0$ ) is reached for  $W^{cr} = G_f^I$ , and residual friction (c=0) is reached for  $W^{cr} = G_f^{IIa}$ . Additional parameters  $\alpha_{\chi}$  and  $\alpha_c$  allow for different shapes of the softening laws (linear decay for  $\alpha_{\chi} = \alpha_c = 0$ ). The elastic stiffness matrix is diagonal with constant  $K_N$  and  $K_T$ , that can be regarded simply as penalty coefficients. A more detailed description can be found in [16].

# **3 NUMERICAL RESULTS**

The example presented consists of the specimen of Fig. 1 subjected to two similar loading cases: uniaxial tension along x-axis and uniaxial tension along y-axis. In each case, uniform displacements are prescribed to all nodes of the corresponding edges while transverse displacements are free. Average stresses are obtained by summing nodal reactions and dividing by specimen size. Material parameters are, for continuum elements: E = 70,000MPa (aggregate), E = 25,000MPa (mortar),  $\nu = 0.18$  (both); for



aggregate-mortar interface:  $K_N = K_t = 10^9 \text{MPa/m}$ , tensile strength  $\chi_0 = 3$ MPa,  $c_0 = 4.5$ MPa, tán  $\phi = 0.8$ ,  $G_{f}^{I} = 0.00003 \text{MPa} \times \text{m}, \ G_{f}^{I} = 10 G_{f}^{IIa} \ \sigma^{\text{dil}} = 7 \text{MPa};$ same for mortar-mortar interface except for  $\chi_0 =$ 6MPa,  $c_0 = 9$ MPa and  $G_f^{I} = 0.00006$ MPa×m (note that different elastic properties are assumed for aggregates and matrix, and that higher strength is taken for mortar-mortar than for aggregate-mortar interfaces). Elastic stiffnesses for interfaces are assigned high values compatible with not causing numerical difficulties. The iterative strategy used is an arc length-type procedure [8], which seems necessary to obtain convergence near and after the peak load. Resulting average stress-average strain curves are represented in Fig. 3, for both directions of loading. The cracking state for x-loading at about five times the peak strain is shown in Fig. 4.







Fig. 4 -- Final cracking state for x-loading: (a) energy spent on fracture, and (b) deformed mesh



Fig. 5 — Crack states as loading process progresses (up to down), represented by amount of energy spent (left column) and deformed configuration (right column)

Cracking states at three loading stages indicated on Fig. 3 for the case of *y*-loading, are represented in Fig. 5. Surprising close agreement is obtained between both loading cases in terms of stress-strain curves, given the difference in crack patterns observed. In both cases, the macrocrack tends to develop along the interface nearest the edge of the specimen, which provides the shortest and least tortuous crack path perpendicular to the applied load. From Fig. 5, it is apparent that an initially distributed crack pattern turns, at some point near peak load, into a highly localized state, with a single crack developing through the specimen, and all other existing cracks unload.

# 4 CONCLUDING REMARKS

The research described continues at ETSECCPB-UPC to consolidate and improve the initial results obtained. In particular, further efforts are aimed at driving the tensile crack along a more tortuous path through the center of the specimen, instead of the nearly-straight pain near the edge obtained so far. That may require alternative microstructural arrangements with more aggregate pieces (such as one with  $3 \times 6$  currently in preparation), and improvement of strength characteristics of interfaces near the specimen edges. Additional interfaces in between continuum elements inside the aggregates themselves, are also being considered. These will be most likely needed to allow for aggregate tip cutoff in compression tests (preliminary results show no peak load due to too tortuous crack paths developing largely too much internal friction), and are surely required to extend the study to high-strength concretes, in which crack paths often cut through aggregate pieces instead of following aggregate-mortar interfaces.

# **ACKNOWLEDGEMENTS**

The first author thanks DGICYT-MEC (Government of Spain, Madrid) for the fellowship received. The second author thanks CIRIT (Generalitat de Catalunya, Barcelona) for the financial support provided, that has allowed to visit University of Colorado at Boulder and establish fruitful cooperation with Kaspar Willam's and other research groups at Dept. of Civil Engineering of that Institution. Partial support from DGICYT (Ministry of Education, Madrid, Spain) through grants PB92-0702 and PB93-0955 is also gratefully acknowledged.

# REFERENCES

[1] P. E. Roelfstra, H. Sadouki, and F. H.

Wittmann. Le béton numerique. Mater. & Struct. RILEM, 18:309-317, 1985.

- [2] T. Stankowski. Numerical simulation of progressive failure in particle composites. PhD thesis, Dept. of CEAE, University of Colorado, Boulder, CO 80309-0428, 1990.
- [3] R. Vonk. Softening of concrete loaded in compression. PhD thesis, Technische Universiteit Eindhoven, Postbus 513, 5600 MB Eindhoven, The Netherlands, 1992.
- [4] C.M. Lopez, A. Aguado, and I. Carol. Numerical studies of two gravity dams subjected to differential expansions of the microstructure. In E. Bourdarot, J. Mazars, and V. Saouma, editors, *Dam fracture and fatigue*, pages 163-168. Balkema, 1994.
- [5] J.G. Rots. Computational Modelling of Concrete Fracture. PhD thesis, Delft University of Technology, The Netherlands, 1988.
- [6] T. N. Bittencourt, A. R. Ingraffea, and J. Llorca. Simulation of arbitrary, cohesive crack propagation. In Z. P. Bažant, editor, Fracture Mechanics of Concrete Structures (Proc. of the Int. Conf. FraMCoS 1 held in Brekenridge, CO), pages 339-350. Elsevier, 1992.
- T. Stankowski, K. Runesson, and S. Sture. Fracture and slip of interfaces in cementitius composites. I: Characteristics, II: Implementation. J. Engrg. Mech. ASCE, 119:292-327, 1993.
- [8] V. O. García-Álvarez, I. Carol, and R. Gettu. Numerical simulation of fracture in concrete using joint elements. Anales de Mecánica de la Fractura, 11:75-80, 1994.
- [9] H. R. Lotfi and P. B. Shing. Interface model applied to fracture of masonry structures. J. Engrg. Mech. ASCE, 120:63-80, 1994.
- [10] P.C. Prat, A. Gens, I. Carol, A. Ledesma, and J.A. Gili. DRAC: A computer software for the analysis of rock mechanics problems. In H. Liu, editor, *Application of computer methods in rock mechanics*, volume 2, pages 1361-1368, Xian, China, 1993. Shaanxi Science and Technology Press.
- [11] I. Carol and P. C. Prat. A statically constrained microplane model for the smeared analysis of concrete cracking. In N. Bićanić and H. Mang, editors, *Computer aided analysis and design of concrete structures*, volume 2, pages 919–930, Zell-am-See, Austria, 1990. Pineridge Press.
- [12] I. Carol and P. C. Prat. Smeared analysis of concrete fracture using a microplane based multicrack model with static constraint. In J.G.M. van Mier, J.G. Rots, and A. Bakker, editors, Fracture processes in concrete, rock and ce-

ramics, pages 619-628, Noordwijk, The Netherlands, 1991. E & FN SPON.

- [13] V. O. García-Álvarez, I. Carol, and R. Gettu. Numerical analysis of mixed-mode fracture processes. Anales de Mecánica de la Fractura, 9:75-80, 1992.
- [14] I. Carol, P.C. Prat, and R. Gettu. Numerical analysis of mixed-mode fracture of quasibrittle materials using a multicrack constitutive model. In H.P. Rossmanith and K.J. Miller, editors, *Mixed-mode fatigue and fracture*, pages 319-332. Mechanical Engineering Publications Ltd., London, 1993. ESIS Publication 14.
- [15] I. Carol and P. C. Prat. A multicrack model based on the theory of multisurface plasticity and two fracture energies. In D.R.J. Owen, E. Oñate, and E. Hinton, editors, *Computational Plasticity (COMPLAS IV)*, Barcelona, 1995. Pineridge Press.
- [16] I. Carol, P. C. Prat, C. M. Lopez, and R. Gettu. A normal/shear cracking model for quasi-brittle materials. I: Interface implementation for discrete fracture analysis, and II: Multicrack implementation for smeared fracture analysis. Technical Report in preparation, ETSECCPB-UPC, E-08034 Barcelona (Spain), 1995.

# Miguel Ángel Pindado<sup>1</sup>, Antonio Aguado<sup>2</sup> y Alejandro Josa<sup>3</sup>

Universidad Politécnica de Cataluña (UPC) E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos de Barcelona C/. Gran Capitán s/n. Módulo C1. 08034 Barcelona

**Resumen**. Los materiales porosos, y en particular el hormigón poroso, presentan propiedades de drenaje y de absorción de ruido que son especialmente interesantes en capas de rodadura de firmes. Esta aplicación requiere el estudio de determinadas propiedades del material, como es su comportamiento a fatiga, necesarias para el proyecto de las mismas. Este artículo presenta los resultados de una serie de ensayos a fatiga, y en particular el comportamiento térmico de las probetas observado en las mismas, realizados como parte de un amplio programa experimental de caracterización del comportamiento de los hormigones porosos. En dichos ensayos de fatiga se observó un significativo aumento de la temperatura de las probetas, que es analizado en el artículo.

Abstract. Porous materials, and in particular porous concrete, provide some drainage and noise absorption properties which are specially interesting in their use in pavement top-layers. This application requires the study of some properties of the material, such as fatigue behaviour, necessary in pavement design. This paper presents the results of a fatigue testing programme, but in particular the thermal behaviour of the specimens observed during the tests. The tests were carried out as part of a comprehensive experimental programme conducted to characterize porous concrete behaviour. A significant increase in specimens temperature which was observed during the fatigue tests, is analized in the paper.

# **1. INTRODUCCION**

El empleo de materiales porosos en capas de rodadura de firmes está aumentando significativamente debido a las propiedades de absorción de ruido y mejora de las condiciones de drenaje que proporcionan. En este tipo de aplicación, los hormigones porosos modificados con polímeros representan una alternativa a los aglomerados porosos asfálticos. Al respecto, se ha finalizado recientemente un estudio desarro<sup>11</sup> do conjuntamente por entidades alemanas, holandesas y españolas en el contexto de un proyecto de investigación financiado por la Comisión Europea (proyecto *Brite-Euram BE-3415*), [1].

En el caso de capas de rodadura, el hormigón está directamente sometido a la acción de los neumáticos lo cual puede producir el arrancamiento de partículas de árido de la superficie, así como, en zonas frías, a la acción de ciclos hielo-deshielo y al efecto de las sales de

deshielo, por lo que el material debe ser proyectado para resistir estas acciones. Adicionalmente, el estado tensional generado por el tráfico es mayor que en capas inferiores del firme. Para dar respuesta satisfactoria a estos requisitos se requiere el empleo de adiciones, y en particular de polímeros, que permiten incrementar la resistencia sin reducir la porosidad. Estas adiciones encarecen el pavimento por lo que es preciso reducir el espesor de la capa de hormigón poroso. Esto conduce a secciones estructurales compuestas por una capa superior delgada de hormigón poroso y una capa inferior de hormigón convencional.

En este artículo se presentan los resultados obtenidos en el programa de ensayos a fatiga sobre hormigones porosos llevado a cabo como parte del proyecto anteriormente citado y en particular el comportamiento térmico de las probetas observado durante los mismos. Este estudio es necesario debido al carácter cíclico de las cargas de tráfico y a las variaciones que en este

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Ingeniero de Caminos, Canales y Puertos. Departamento de Ingeniería de la Construcción. E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Cataluña

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Dr. Ingeniero de Caminos, Canales y Puertos. Departamento de Ingeniería de la Construcción. E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Cataluña

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Dr. Ingeniero de Caminos, Canales y Puertos. Departamento de Ingeniería del Terreno y Cartográfica. E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Cataluña.

comportamiento presentan los hormigones con diferentes estructuras a las de un hormigón convencional como señalan diversos autores recogidos en [2].

# 2. PROGRAMA DE ENSAYOS

#### Planteamiento general de los ensayos

Un método clásico para caracterizar el comportamiento a fatiga de los materiales es la definición de las curvas de Wöhler o diagramas S-N. Estas curvas, que son las habitualmente utilizadas en el proyecto de pavimentos, relacionan el cociente entre la tensión máxima en los ciclos de carga y descarga  $(f_{max})$  y la resistencia (estática) del hormigón  $(f_c)$ ,  $S=f_{ma}/f_c$ , con el número de ciclos hasta rotura, N. Las curvas obtenidas varían dependiendo del tipo de ensayo (compresión, flexotracción) y del tipo y frecuencia de los ciclos. Consecuentemente, estos factores deben adaptarse lo máximo posible a las condiciones de carga y descarga que se producen en la si se desean obtener modelos realidad, de comportamiento realistas y aplicables en situaciones prácticas, como a continuación se expone para este caso. Todos los ensayos, estáticos y dinámicos, fueron realizados en una prensa servo-hidráulica INSTRONdigital 8500.

Respecto al tipo de ensayo, el factor fundamental a considerar es el estado tensional producido en el hormigón. Los vehículos inducen solicitaciones de flexión en las losas del pavimento. Sin embargo, debido a que la losa no es homogénea al estar compuesta por una subcapa porosa y otra densa, y estar situada la capa porosa en la parte superior del pavimento, se puede considerar que ésta última estará básicamente sometida a las tensiones de compresión correspondientes a la zona superior de la distribución tensional de flexión, junto a las tensiones de compresión verticales directamente asociadas a la acción de las ruedas. Esto, no obstante, no es siempre realista, debido a que en determinadas circunstancias (por ejemplo por efecto de gradientes térmicos) la parte superior puede estar sometida a tracciones. En base a lo anterior, se decidió finalmente utilizar ensayos a compresión para definir las curvas de Wöhler válidas para hormigones porosos, dado por otro lado, la mayor simplicidad de los mismos.

Respecto a los ciclos, debido a que el efecto del tráfico en movimiento sobre el pavimento puede ser adecuadamente modelado mediante una carga rápida desde cero (cuando el vehículo llega), seguido inmediatamente por una descarga rápida hasta cero, de forma que el ciclo es más o menos rápido según sea la velocidad del vehículo, se adoptó, como parámetros realistas para la simulación en laboratorio, un valor muy bajo de la relación entre la carga máxima y la carga mínima en el ciclo,  $R=f_{min}/f_{max}= 0.05$ , y una frecuencia muy alta, 10 Hz. Adicionalmente, y para una sola dosificación se obtuvieron las curvas de Wöhler correspondientes a R=0.2 y R=0.5 con una frecuencia de 15 Hz. A pesar de que éstos últimos valores no son utilizados en el proyecto de pavimentos, sirvieron para determinar las posibles variaciones en la contribución resistente del polímero ante variaciones en las características de las solicitaciones.

# Dosificaciones, fabricación y curado

Las dosificaciones ensayadas han sido cuatro y son las correspondientes a las propuestas por los diferentes participantes en el proyecto. Las dosificaciones 1 y 2 fueron desarrolladas por el equipo español. Tan sólo la dosificación 1 contiene polímero. La dosificación 2 se ensayó con el fin de tener una referencia sobre el comportamiento a fatiga de un hormigón poroso convencional, con el fin de conocer la incidencia en el comportamiento a fatiga de la adición de polímeros que en experiencias previas en otros tipos de hormigones era notable, Hsu [3]. La dosificación 3 fue desarrollada por el equipo holandés y contenía polímero mientras que la dosificación 4 desarrollada por el equipo alemán contenía microsílice como adición.

Tanto las dosificaciones utilizadas como los procesos seguidos en la fabricación y el curado de las probetas, se detallan en [4, 5 y 6].

#### Características principales del programa

- Estudio del comportamiento de hormigones porosos sometidos a un *alto número de ciclos* (1.000 a 10.000.000 ciclos), de acuerdo con la clasificación de Hsu [7]. Dentro de este intervalo se encuentran los valores necesarios para el proyecto de pavimentos.
- $R=f_{min}/f_{max}=0.05$  Adicionalmente, para la dosificación 1, se determinaron las curvas de Wöhler con R=0.2y R=0.5.
- La frecuencia de los ciclos fue de 10 Hz para R=0.05, y de 15 Hz para los otros valores de R. De acuerdo con la experiencia previa en hormigones, el comportamiento del material no varía en ese rango de frecuencias, reduciéndose los tiempos de ensayo para el caso de frecuencia igual a 15 Hz. La forma de los ciclos es la que se muestra en la figura 1 (variaciones lineales de la tensión).



Fig. 1. Esquema genérico de solicitaciones

# 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de los ensayos a fatiga se han representado como diagramas S-N (curvas de Wöhler). Las expresiones analíticas correspondientes fueron obtenidas mediante regresiones lineales entre S y logN. Estas expresiones analíticas aparecen en [4, 5 y 6] y son de utilidad para el proyecto de estructuras de hormigón poroso sometidas a cargas cíclicas como es el caso de capas de rodadura.

Como ya se ha indicado, la dosificación 1 fue utilizada para estudiar la influencia de R en el comportamiento a fatiga de hormigones porosos con polímero. La figura 2 muestra los diagramas S-N para R=0.5, 0.2 y 0.05. En esta figura se aprecia que, como ocurre en otros materiales, la resistencia a fatiga aumenta al aumentar R. Es decir, para un valor constante de  $f_{max}$ , la resistencia a fatiga aumenta cuando la amplitud de los ciclos de carga disminuye. Puede observarse, asimismo, que para valores bajos de N, los diagramas S-N tienden a converger hacia valores de S mayores que 1. Este hecho es debido a que la resistencia a compresión utilizada como referencia fue obtenida mediante ensayos estáticos de diferente naturaleza a los ensayos dinámicos, y por lo tanto, la relación entre el valor de S al cual converge cada diagrama S-N y el valor de S=1 nos da una idea del fenómeno de rigidización que sufre el hormigón cuando es sometido a procesos muy rápidos de carga.



Fig. 2. Diagramas S-N correspondientes a la dosificación 1, para tres valores de R (0.5, 0.2 y 0.05).

La figura 3 muestra los diagramas *S*-*N* obtenidos con cada una de las dosificaciones utilizadas (1, 2, 3, y 4) para un valor constante de la razón (*R*=0.05). En ella se puede observar que la adición de polímeros mejora el comportamiento a fatiga de los hormigones porosos. De esta forma, para un valor constante de *S* ( $f_{max}/f_c$ ), la vida a fatiga (*N*) de un hormigón poroso con polímero (dosificaciones 1 y 3) mejora, aproximadamente, en un orden de magnitud en comparación con un hormigón poroso sin polímero (dosificaciones 2 y 4). Esta mejora no se mantiene constante en todo el rango de valores de *S* ensayado, siendo máxima para valores bajos de *N*, y disminuye a medida que aumenta *N*, hasta que la mejora llega a ser poco significativa (por ejemplo, para *N*=2.10<sup>6</sup> ciclos, la diferencia es del orden de  $0.04 \cdot f_c$ , que a efectos prácticos es inapreciable). Este tipo de mejora inducido por el polímero en el comportamiento a fatiga del hormigón poroso, mayor en la zona de valores altos de S (bajo número de ciclos), y decreciente con N, se observa también en otros tipos de hormigones con polímero y en otros tipos de cargas, Hsu [3].



Fig. 3. Diagramas S-N de las probetas de hormigón poroso (dosificaciones 1, 2, 3 y 4) y para hormigón convencional (Tepfers y Kutti, [8]) con R=0.05.

En dicha figura se incluye también el diagrama *S-N* propuesto por Tepfers y Kutti [8] para hormigones en masa, convencionales o ligeros, y R=0.05. Se puede observar que los diagramas *S-N* para hormigón denso (esta última curva) y poroso, con o sin polímero (dosificaciones 1, 2, 3 y 4), son diferentes. Observándose como el comportamiento a fatiga de un hormigón convencional se sitúa entre el de un hormigón poroso sin polímeros. Consecuentemente, se puede concluir que no es posible utilizar con suficiente fiabilidad los diagramas correspondientes a hormigones convencionales para caracterizar el comportamiento a fatiga de hormigones porosos.

El comportamiento de las dos dosificaciones sin polímero (2 y 4) es prácticamente idéntico, de lo cual podemos deducir que la adición de microsílice (en la dosificación 4) no supone una mejora en el comportamiento a fatiga de un hormigón poroso. Además, y teniendo en cuenta las diferencias existentes en su composición y en sus características resistentes (ambas dosificaciones presentan una gran diferencia en sus valores de resistencia a compresión) podríamos deducir que es posible obtener una ley de comportamiento a fatiga genérica para cualquier hormigón poroso (sin polímeros), de la misma forma que es posible hacerlo para otros tipos de hormigones. No obstante, para ello deberían realizarse nuevos ensayos con otras dosificaciones.

Las diferencias observadas en el comportamiento a fatiga correspondiente a las dosificaciones 1 y 3, ambas con polímero, son muy pequeñas. Así, por ejemplo, para N=1.000 ciclos,  $\Delta S=0$ . Estas diferencias son probablemente debidas al tipo y dosificación de áridos empleados en cada caso, más que a la variación en la

proporción del polímero utilizado. La mejora que induce el polímero en el comportamiento a fatiga del hormigón puede considerarse debida a que hace más dúctiles los enlaces entre partículas de árido, por lo que éstos resisten mejor la acción de los ciclos de carga y descarga sin llegar a rotura. Probablemente, a partir de una cierta cantidad de polímero este efecto no se incrementa y el comportamiento a fatiga deja de mejorar. Pese a lo anterior, la utilización de mayores dosificaciones de polímero puede ser necesaria por otro tipo de criterios (por ejemplo, resistencia a ciclos hielodeshielo, o para evitar el arrancamiento de partículas).

Adicionalmente se realizó un análisis estadístico de cada uno de los diagramas S-N obtenidos, mediante la determinación de las bandas de confianza sobre la media asociadas a un nivel de confianza del 90%. En las Figuras 4 y 5 se muestran algunos de los resultados obtenidos, concretamente los obtenidos para las dosificaciones 2 y 4 con R=0.05. En esas figuras se incluyen, representados como puntos, todos los ensayos realizados para la determinación de las citadas curvas S-N, incluidos los de aquellas probetas que no llegaron a rotura, en cuyo caso son representados mediante un punto y una flecha hacia la derecha.



**Fig. 4.** Resultados individuales, diagrama *S-N* y bandas del 90% de confianza para las probetas españolas sin polímero y R=0.05.



**Fig. 5.** Resultados individuales, diagrama *S-N* y bandas del 90% de confianza para las probetas alemanas, con polímero, y R=0.05.

# 4. COMPORTAMIENTO TERMO-DEFORMACIONAL

Durante la realización de los ensayos de fatiga anteriormente presentados se observó un sensible incremento de la temperatura de las probetas no constatado con anterioridad en ensayos de fatiga con otros tipos de hormigones, Oliveira [9] y Fernández [10], realizados bajo las mismas condiciones. Por ello, se procedió a disponer tres termopares en las probetas durante la realización de los ensayos, siendo ello posible gracias a la porosidad del hormigón, que permitía introducir el extremo de los termopares a una profundidad aproximada de 1 cm dentro de la probeta. Los termopares se dispusieron en las zonas superior, media e inferior. Asimismo, se registró también la temperatura ambiente.

Con objeto de poder correlacionar los datos sobre la evolución de la temperatura con la evolución de la deformación, durante el ensayo se registraron las deformaciones máximas y mínimas de la probeta correspondientes a diferentes ciclos. Por consiguiente los valores de deformación obtenidos son unos valores totales asociados a la altura de toda la probeta. La textura de un hormigón poroso impedía el empleo de galgas pegadas que permitiesen la determinación de la deformación en puntos concretos de la probeta.

En la figura 6 se presentan los resultados de la evolución de la deformación máxima y mínima con el número de ciclos. Esta figura corresponde a los resultados de una probeta de la dosificación 4 (alemana) sometida a  $S=f_{max}/f_c$  =0.65, que rompió tras 559.992 ciclos. En ella se constata la existencia de tres fases en la evolución de la deformación. En una primera fase, la deformación avanza muy rápidamente, hasta que al llegar aproximadamente al 5 % de N (rotura) ese proceso se estabiliza y la deformación progresa más lentamente, hasta que, nuevamente y aproximadamente para el 95 % de N, la deformación vuelve a aumentar más rápidamente hasta llegar a la rotura final. Esta evolución de la deformación durante el ensayo de fatiga, que es ampliamente conocida ([2]) está relacionada con las diferentes fases del proceso de evolución de la fisuración que se produce en la probeta durante el ensayo a fatiga.

En la figura 7 se muestran los resultados de la temperatura registrados por los tres termopares en una probeta de la dosificación 3 (holandesa) sometida a una sucesión de ciclos de carga y descarga con S=0.70, que rompió tras 1.493.113 ciclos. Como se puede observar, la evolución de la temperatura durante el ensayo responde al mismo comportamiento anterior en lo que hace referencia a la existencia de tres fases. En realidad esas tres fases en el proceso de fisuración son observadas también mediante otras técnicas de ensayo tales como: registro de las emisiones acústicas, ultrasonidos, etc. [2].

Como se puede observar en la citada figura 7 la temperatura más alta corresponde a la registrada en la

zona media de la probeta, lo cual es lógico si se tiene en cuenta que en esa zona ya han desaparecido los efectos favorables de confinamiento que en las zonas superior e inferior de la probeta se produce como consecuencia del rozamiento entre el plato de la prensa y la probeta. En la misma figura se observa también que la temperatura es ligeramente más alta en el termopar superior que en el inferior, lo cual tiene su explicación en el hecho de que el plato superior es el móvil, y por tanto en esa zona se producen mayores deformaciones que en la zona inferior. En ese mismo sentido cabe destacar que la rotura a fatiga se concentraba en la mayoría de las ocasiones en la zona superior de la probeta.



Fig. 6. Evolución de la deformación total máxima y mínima durante un ensayo a fatiga



Fig. 7. Evolución de la temperatura en una probeta sometida a un ensayo de fatiga.

Para que estas tres fases del desarrollo de la microfisuración aparezcan claramente, es necesario que el ensayo a fatiga tenga una duración mínima, puesto que, si la rotura es rápida, el proceso de microfisuración no presenta la zona intermedia de estabilización de la temperatura, sino que tanto la deformación como la temperatura aumentan rápidamente desde el inicio hasta el final del ensayo. Un ejemplo de este caso se puede observar en la figura 8, correspondiente al ensayo de una

probeta de la dosificación 1 con R=0.05 y S=0.80, que rompió tras 56.465 ciclos, y donde se observa que la temperatura en los tres termopares aumenta durante todo el ensayo.



Fig. 8. Evolución de la temperatura en una probeta sometida a un ensayo de fatiga.

En ambos casos (Figuras 7 y 8), la diferencia entre la temperatura en la zona media (máxima) y la temperatura ambiente en el instante de rotura son aproximadamente iguales, y del orden de 15°C. Sin embargo, esta coincidencia no se produjo en todos los ensayos y se llegaron a registrar diferencias entre ambas temperaturas de más de 25°C.

Destacar asimismo que en otros ensayos llegaron a alcanzarse temperaturas de hasta 50°C. Estas altas temperaturas durante los ensayos se registraron para las probetas correspondientes a las dosificaciones 1 y 2, mientras que los resultados para las dosificaciones 3 y 4 fueron menores y del orden de los mostrados en la figura 7.

Estos incrementos de temperatura responden a las características del ciclo de histéresis, el cual no se ha podido medir. Cuando un proceso de carga y descarga se realiza en condiciones isotermas ambas curvas de carga y descarga coinciden, siendo mínima el área encerrada por el ciclo de histéresis. La misma situación se produce cuando el proceso se realiza en condiciones adiabáticas, es decir, sin intercambio calorífico con el exterior, en el que de nuevo el área encerrada en el ciclo de carga y descarga es mínima. Es en situaciones intermedias en las que el ciclo encierra un área mayor y en consecuencia se registra una mayor disipación de energía en forma de calor.

Trasladando ese hecho a un ensayo a fatiga se observa como es la frecuencia la que determinaría una mayor o menor disipación de energía, puesto que, unas frecuencias bajas darían lugar a unas condiciones isotermas mientras que unas frecuencias altas darían lugar a unas condiciones adiabáticas deduciéndose de ello que sería en un rango intermedio de frecuencias (propio de cada material) en el que se produciría una mayor disipación de energía.

Puesto que no se ha observado esta disipación de energía en hormigones convencionales en ensayos realizados con esas frecuencias es de suponer, que las velocidades de carga y descarga asociadas a esas frecuencias se sitúan lejos de la zona de frecuencias de máxima disipación de energía, pudiéndose suponer que esas frecuencias aseguran unas condiciones adiabáticas durante los ciclos de carga y descarga. El diferente comportamiento observado en los hormigones porosos hace suponer que esas mismas frecuencias no aseguran unas condiciones adiabáticas sino que se encuentran dentro de ese rango intermedio, característico del material, asociado a una máxima disipación de energía. Esta diferencia de comportamientos puede explicarse teniendo en cuenta la estructura extremadamente abierta de un hormigón poroso que facilita de forma notable los intercambios térmicos con el exterior. Esa estructura ocasionaría que para frecuencias iguales a las empleadas en hormigones convencionales el intercambio con el medio resultase más fácil, no pudiéndose mantener, por tanto, unas condiciones adiabáticas. Esta particularidad difícilmente se podía observar en ensayos estáticos, y sólo ha podido ser constatada en ensayos cíclicos en los cuales la disipación de energía se multiplica por el número de ciclos totales.

# 5. CONCLUSIONES

En base a los resultados experimentales anteriormente descritos, pueden deducirse las siguientes conclusiones:

- El comportamiento a fatiga de los hormigones porosos es adecuadamente modelado mediante una relación lineal entre *S* y *logN* (curvas de Wöhler). La pendiente de estas rectas depende de *R* de forma análoga al caso de hormigones convencionales.
- Para bajo número de ciclos de carga y descarga, los hormigones porosos modificados con polímero presentan un mejor comportamiento a fatiga que los que no contienen polímero. Esta diferencia disminuye con el número de ciclos, hasta ser prácticamente inapreciable para un número suficiente de ciclos, que es el caso más realista de la acción que inducen los vehículos sobre un pavimento a largo plazo.
- La adición de microsílice en un hormigón poroso no supone ninguna variación en el comportamiento a fatiga respecto a un hormigón poroso sin adiciones.
- Los hormigones porosos modificados con polímeros presentan un mejor comportamiento a fatiga que los hormigones densos. Consecuentemente, las curvas de Wöhler obtenidas para hormigones densos no son adecuadas para el proyecto de hormigones porosos modificados con polímeros, siendo necesario utilizar curvas específicas para ellos.
- La temperatura de las probetas crece con el número de ciclos durante el ensayo a fatiga. Ese incremento térmico no es constante en toda la probeta siendo máximo en la zona central de la misma. Asimismo en la zona superior se registra un incremento térmico

ligeramente superior al registrado en la zona inferior debido a la falta de simetría de la carga, puesto que, el plato móvil de la prensa es precisamente el superior.

• El área encerrada por el ciclo de histéresis de estos hormigones es mayor que el de hormigones convencionales. Una posible explicación a este hecho puede estar en la estructura extremadamente abierta de estos hormigones que facilita notablemente los intercambios térmicos con el exterior.

# 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento por la financiación recibida de la Comisión Europea a través del proyecto Brite-Euram BE-3415 y del Instituto Español del Cemento y sus Aplicaciones (IECA). Asimismo, el primer autor desea agradecer a la CICYT la ayuda recibida a través del proyecto *MAT93-0293* y al Ministerio de Educación y Ciencia por la concesión de una beca F.P.I.

# 7. REFERENCIAS

- Proyecto Brite-Euram n° 3415. 1990-1994. Optimization of the surface characteristics of concrete roads in accordance with environmental acceptance and traffic safety.
- [2] C.E.B., 1988. Fatigue of concrete stuctures. State of the Art Report. Bulletin d'Information nº 188, junio.
- [3] Hsu, H.T., 1983. Flexural behavior of polymer concrete beams. Tesis doctoral no publicada. The University of Texas at Austin, diciembre.
- [4] Josa, A., Pindado, M.A., Aguado, A. y Onstenk, E. 1994. Fatiga de hormigones porosos para capas de rodadura de firmes. Cemento-Hormigón, nº 740, diciembre, pág. 1597-1619.
- [5] Pindado, M.A., Aguado, A., Josa, A. y Onstenk, E. 1994. Laboratory study of fatigue of polymermodified porous concrete for its use as top layer of concrete pavements. ACI Fall Convention. Tarpon Springs, Octubre. Próxima publicación en un ACI Special Publication.
- [6] Aguado, A., Josa, A., Pindado, M.A., Onstenk, E y Eickschen, E. 1994. Fatigue testing of porous concrete. Report subtask 3.1, BE-3415, UPC, abril.
- [7] Hsu, T.T.C., 1981. Fatigue of plain concrete. ACI Journal, Proc. V.78, julio-agosto, pág. 292-305.
- [8] Tepfers, R., y Kutti, T., 1979. Fatigue strength of plain, ordinary, and lightweight concrete. ACI Journal, Proc. V.76, n° 5, mayo, pág. 635-652.
- [9] Oliveira, M.,O.,F., 1992. Fatiga y microfisuración de los hormigones de alta resistencia. Consideraciones de diseño. Tesis Doctoral. ETSECCP, UPC, Barcelona, julio.
- [10] Fernández, F., 1992. Fatiga en hormigones de firmes. Estado de arte y estudio experimental. Tesis de Especialidad. ETSECCP, UPC, Barcelona, septiembre.

# INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE APLICACIÓN DE LA CARGA SOBRE EL CRECIMIENTO SUBCRÍTICO DE GRIETAS EN 3Y-TZP

# J. Alcalá y M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica ETS de Ingenieros Industriales de Barcelona, Universidad Politécnica de Cataluña Avda. Diagonal 647, 08028-Barcelona.

**Resumen**. En este trabajo se ha estudiado la evolución del apantallamiento por transformación bajo cargas constantes y monotónicas en la circona tetragonal policristalina con 2,8 % molar de itria. Para poner de manifiesto la sensibilidad del material al crecimiento subcrítico asistido por el medio, los ensayos monotónicos se realizaron a distintas velocidades de carga; también se realizaron ensayos monotónicos con descargas completas periódicas, puesto que éste es el método empleado a menudo en la literatura para determinar la curva R. Se han realizado tratamientos térmicos para eliminar las zonas transformadas desarrolladas durante el proceso de fisuración y así poder comparar el comportamiento de fisuras de diferentes tamaños. Los efectos de la historia de aplicación de las cargas son estudiados midiendo los umbrales de propagación y el subsiguiente crecimiento de la grieta después de la aplicación de precargas.

Abstract. In this work it is studied the evolution of transformation shielding under constant or monotonic loads in Y-TZP with 2,8 % molar of  $Y_2O_3$ . In order to show the sensitivity of the material to environmentally assisted crack growth, tests were carried out at different loading rates; monotonic tests with periodical unloading were also performed since this is the method often used to determine the R-curve. Thermal treatments have been conducted in order to revert the transformation zones developed during precracking and to compare the behaviour of cracks of different lengths. Crack loading history effects are also studied by measuring propagation thresholds and susebquent crack growth behaviour of preloaded cracks.

# 1. INTRODUCCIÓN

El incremento de la resistencia a la fractura mediante mecanismos de transformación de fase se basa en una transformación de la estructura cristalina de ciertos materiales asistida por esfuerzos aplicados externamente. Esta transformación conlleva una dilatación la cual induce esfuerzos internos de compresión que apantallan la punta de la grieta de las cargas externas y, por consiguiente, disminuyen el factor de intensidad de tensiones (K) en la punta de la grieta. Cuando este tipo de mecanismos está activo, la re. tencia a la propagación de la grieta crece con su extensión (curva R) (1-2).

Otro punto importante que afecta el comportamiento a fractura de un gran número de cerámicas técnicas es la propagación estable de la grieta bajo carga constante (es decir, el crecimiento lento asistido por el medio) hasta que se alcanzan condiciones de fractura inestable. A pesar de los numerosos estudios de este efecto en vidrios, no existe suficiente información en materiales que desarrollan una curva R tales como alúminas, o bien en cerámicas transformables de circona. Debido a que en estas cerámicas la resistencia a la propagación de grietas aumenta con su longitud, es de esperar una interacción entre el desarrollo del apantallamiento y la propagación de grietas asistida por el medio ambiente. Sin embargo, existen escasos resultados experimentales que relacionen la curva R con la propagación asistida por el medio (3-5).

En este artículo se estudia el incremento de tenacidad por transformación bajo cargas constantes y monotónicas en la Y-TZP. Para determinar la sensibilidad del material al medio ambiente, los ensayos monotónicos se desarrollan a diferentes velocidades de carga.

Ya que muchos estudios de curva R disponibles en la literatura de materiales cerámicos están basados en la descarga sistemática de la probeta con el fin de determinar la longitud de la grieta, también se han realizado aquí ciclos completos de carga y descarga. En estos ensayos, la influencia del crecimiento de grieta asistida por el medio ambiente se determina comparando los resultados obtenidos con aquellos en los que se aplica una única rampa de carga. Se utilizan

tratamientos térmicos con el fin de revertir la zona de transformación desarrollada durante el proceso de prefisuración y para comparar los resultados obtenidos con diferentes longitudes de grieta. El efecto de cargas previamente aplicadas en probetas fisuradas se estudia midiendo los umbrales de propagación y las características de la propagación de grietas en probetas precargadas y en probetas recocidas.

# 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material utilizado ha sido circona tetragonal policristalina con 2,8% molar de itria elaborada por la empresa Morgan Matroc y su denominación comercial es Z900. Las probetas utilizadas fueron barras rectangulares de 8 mm por 5 mm de sección y 50 mm de longitud.

Las probetas fueron prefisuradas usando la técnica del puente de carga. Las mordazas utilizadas para aplicar la carga mediante esta técnica fueron fabricadas con un acero aleado y están compuestas de una parte superior plana y una inferior en la que se mecanizó un orificio central de 7 mm de longitud (figura 1). Con el fin de inducir grietas pasantes en las probetas cerámicas se realizó una indentación Vickers de 400 N en el centro de la superficie de la probeta sometida a carga de tracción y un sistema de grietas de indentación fue alineado perpendicularmente a la longitud de la probeta. La relación entre la longitud de la grieta y la anchura de la probeta (a/W) estuvo comprendida entre 0,2 y 0,5 según el valor de la carga máxima aplicada.



**Fig. 1.** Esquema de la técnica del puente de carga para producir grietas pasantes a partir de indentaciones Vickers.

La expresión empleada para el cálculo de K es la propuesta por Brown (6). En la mayoría de probetas fue posible inducir grietas rectas pasantes usando esta técnica. Los ensayos de propagación fueron llevados a cabo con probetas prefisuradas con grietas tales que el factor de intensidad de tensiones variaba en menos del 10 % en las dos superficies de la probeta. Estas superficies fueron pulidas con pasta de diamante utilizando en el último paso una pasta de tamaño de grano de 6  $\mu$ m. Posteriormente las probetas fueron tratadas térmicamente a 1100 °C por 45 minutos con el fin de revertir cualquier transformación de fase producida durante el procedimiento de prefisuración.

Las probetas fueron ensayadas a flexión por cuatro puntos con un juego de mordazas de flexión autoalineantes apropiadas para ensayos de flexión de materiales frágiles (7). La distancia entre los rodillos externos fue de 40 mm y de 20 mm entre los rodillos internos. Estas mordazas permitieron una propagación similar de la grieta en las dos superficies de las probetas. Los ensayos de propagación de grietas fueron realizados con una humedad relativa del 55 % y a 20 °C. En la figura 2 se muestran las dimensiones de las probetas empleadas en los ensayos mecánicos.



**Fig. 2.** Esquema del ensayo de flexión por cuatro puntos y geometría de las probetas utilizadas.

Tabla 1	. C	aracterísticas	de	los	ensayos	realizados

Modo de carga	Condiciones
Monotónica	0,1 y 1 MPa√m/s Longitud grieta medida in situ
Monotónica con descargas periódicas	0,1 MPa√m/s Longitud grieta medida después de descargar
Carga constante	Longitud de la grieta medida in situ
Carga constante después de aplicar una pre-carga.	11

Los ensayos (tabla 1) fueron realizados en una máquina servohidráulica de la marca Instron modelo 8511. La relación inicial de a/W fue siempre de 0,5. La propagación de la grieta fue observada mediante un microscopio óptico conectado a un registrador de vídeo. La máxima resolución en la detección de la grieta fue de  $\pm 5 \mu m$ . Se realizaron dos tipos de ensayos de propagación. En el primero, las probetas fueron sometidas a cargas monotónicas y la longitud de la grieta fue medida in situ utilizando un registrador de vídeo. En el segundo, las probetas fueron descargadas periódicamente con el fin de determinar la longitud de la grieta en un microscopio óptico equipado con interferometría Nomarski. Para concentrar los efectos del medio solamente en la rampa de carga, la descarga se llevó a cabo a una velocidad alrededor de dos ordenes de magnitud superior a la velocidad de carga. El valor de K crítico para la propagación inestable de la grieta pudo ser determinado usando las características de cámara ralentizadas del registrador de vídeo.

Los ensayos de propagación de grietas a carga constante se realizaron en probetas con dos valores distintos de a/W (0,25 y 0,55) con el fin de determinar efectos del tamaño de grieta en la velocidad de propagación. El crecimiento de la grieta en este caso fue determinado utilizando un telescopio modelo Questar QM100 situado a una distancia de la probeta de manera que la resolución fuese  $\pm 1$  micra. Se realizaron también ensayos bajo carga constante en probetas previamente cargadas con el fin de determinar la influencia de las zonas de transformación previas en la subsiguiente propagación de la grieta.

# 3. RESULTADOS

El tamaño del grano de la Y-TZP estudiada varía entre 0,3 y 0,7  $\mu$ m. En algunos bordes de grano aparece una pequeña proporción de fase vítrea de espesor menor que 5 nm. Las observaciones mediante microscopia electrónica de transmisión permitieron determinar la existencia ocasional de microfisuración en los bordes de grano correspondientes a regiones fuertemente macladas por transformación de fase.

La resistencia a tracción del material medida en flexión por cuatro puntos fue de 900 MPa. Por difracción de rayos X se estableció que la proporción de fase tetragonal en el material en estado de recepción era del 90%. Al tratar térmicamente el material en el rango de temperaturas entre 1000 y 1400 °C, durante 15 minutos se produjo una microestructura totalmente tetragonal. La fracción de fase monoclínica en las superficies de fractura fue de aproximadamente 30 %.

Para eliminar las tensiones residuales y revertir la transformación de fase se seleccionó un tratamiento a 1100 °C durante 45 minutos.

Las curvas R medidas bajo cargas monotónicas con

distintas velocidades de aplicación de la caga se muestran en la figura 3. La pendiente de las curvas R varía con la rampa de carga, siendo más pronunciada para rampas de carga rápidas. Sin embargo, el máximo valor de K medido durante la propagación estable de las grietas tiene el mismo valor en ambos casos (alrededor de 5 MPa $\sqrt{m}$ ).



**Fig. 3.** Resistencia a la propagación de la grieta en ensayos monotónicos, monotónicos con descargas y en ensayos a carga constante.

Puede observarse que los valores de la curva R obtenidos mediante descargas periódicas son inferiores a los obtenidos bajo cargas monotónicas. También se realizaron otros ensayos monotónicos con descargas periódicas a diferentes rampas de carga. Después de alcanzar un determinado nivel de carga y descargar, se observó crecimiento adicional durante la aplicación de una nueva rampa antes de alcanzar de nuevo el nivel de carga original. Este efecto es más importante cuanto más lenta es esta última rampa.

En la figura 3 también se incluyen los resultados de los ensayos de propagación de la grieta bajo carga constante (fatiga estática, o sea, propagación estable asistida por el medio). En estos ensayos también se determinó la influencia de la relación a/W sobre la extensión de la grieta, observándose una ligera tendencia a velocidades de propagación mayores cuando la relación a/W es mayor.

Las capacidades de cámara ralentizada fueron utilizadas con el fin de medir la longitud de la grieta a altas velocidades de propagación ( $\sim 10^{-4}$  m/s), lo cual permitió determinar la propagación inestable de la grieta a un valor de K aplicado de 4.97 MPa $\sqrt{m}$ . Se observó además una etapa de velocidad de propagación casi constante para valores de K comprendidos entre 3.8 y 4,4 MPa $\sqrt{m}$ .

Los resultados de los ensayos de propagación lenta de grietas asistida por el medio se muestran en la figura 4. En esta gráfica se observa que después de cada

incremento de carga la velocidad de crecimiento

aumenta pero después de cierta propagación, rápidamente disminuye. En una primera probeta no se observó propagación de la grieta hasta un valor de K de 2,1 MPav/m. Al aumentar K hasta 2,3 MPav/m, el crecimiento comenzó a velocidades de  $10^{-8}$  m/s y después decreció hasta que se detuvo (velocidades de propagación inferiores a  $10^{-11}$  m/s). Posteriormente K se incrementó hasta 2,52 MPav/m y se observó una rápida velocidad de propagación inicial de  $10^{-7}$  m/s. A pesar de que posteriormente la velocidad de la grieta disminuyó considerablemente al aumentar su longitud, ésta no se detuvo por completo. Después de alcanzar una velocidad del orden de  $10^{-9}$  m/s a lo largo de un crecimiento de grieta de 350  $\mu$ m, la velocidad aumentó progresivamente con K a partir de 2,7 MPav/m.



**Fig.4.** Velocidad de propagación de la grieta en la región de "grieta pequeña". Se incluyen los resultados de tres probetas diferentes cargadas inicialmente a distintos valores de K.

En la figura 5 se muestran los resultados de propagación de grietas en probetas precargadas. Se puede observar que la probeta recocida muestra el comportamiento típico de grieta pequeña para valores de K menores que 2,7 MPavm. Cuando K alcanzó un valor de 3,2 MPavm, la probeta fue parcialmente descargada y el nuevo umbral de propagación se midió aumentando K desde 2.1 MPa/m en aumentos de 0.2 MPa/m. La carga fue mantenida constante durante 3 horas a cada nivel de carga y solamente fue aumentada si no era posible observar propagación de la grieta; por consiguiente, bajo estas condiciones fue posible determinar velocidades de propagación efectivas menores que 2x10<sup>-10</sup> m/s. Se detectó crecimiento de la grieta cuando el valor de K llegó a un nivel de 2.65 MPa/m. A continuación, la velocidad de propagación creció tan rápidamente que para un K de de 2,8 MPavm las velocidades de propagación fueron similares a las obtenidas en probetas no descargadas. Si la misma probeta es descargada después de alcanzar valores de K de 3,85 MPa/m el umbral de propagación se encuentra en 3,0 MPa√m.

La deformación delante de la punta de la grieta debida a la transformación solamente pudo ser observada *in situ* durante los ensayos de propagación de grietas a carga constante para valores de K superiores a 3 MPa/m (es decir, para velocidades de propagación superiores a  $10^{-8}$ m/s). Los resultados fueron obtenidos en varias probetas y sus valores varían entre 2  $\mu$ m y 9  $\mu$ m para valores de K entre 3,2 y 4,8 MPa/m, respectivamente.



**Fig. 5.** Velocidad de propagación en términos de K para probetas precargadas y ensayadas a carga constante.

El efecto del medio se pudo poner de manifiesto de forma directa en los ensayos de indentación ya que la longitud de las grietas producidas por esta técnica depende fuertemente de si el ensayo se realiza en aire o bien en aceite (8).

### DISCUSIÓN

La propagación estable de grietas generalmente es evaluada en términos del valor de K efectivo. Este parámetro viene dado por la siguiente relación:

$$K_t = K_a + K_s \tag{1}$$

donde  $K_t$  es el factor de intensidad de tensiones efectivo en la punta de la grieta,  $K_a$  es el factor de intensidad de tensiones producido por la aplicación de cargas externas y  $K_s$  el factor de intensidad de tensiones de apantallamiento. Este último factor es el responsable de que la resistencia a la propagación de la grieta se incremente con su extensión.

Los resultados mostrados en la sección anterior ponen de manifiesto que la máxima extensión estable de la grieta y la pendiente de la curva R están influenciadas por la velocidad de carga, lo cual es posible que esté asociado a la interacción de la propagación estable con la propagación subcrítica por acción del medio. El mecanismo químico de interacción entre el medio del laboratorio y el material no es conocido con precisión aunque es bien sabido que este efecto puede ser muy importante y ser causado fundamentalmente por el vapor de agua (17).

Dentro del margen de error experimental el valor del umbral de propagación fue de alrededor de 2,1 MPa $\sqrt{m}$  e independiente de la velocidad de aplicación de la carga. Obviamente, puesto que todas las probetas fueron recocidas, no existe apantallamiento inicial y el umbral tan solo depende de K<sub>a</sub>.

Los resultados indican también que el apantallamiento se desarrolla más rápidamente y en una extensión de grieta menor en los ensayos a altas velocidades de carga.

Los efectos de grieta pequeñas observados se pueden explicar de forma cualitativa por medio del desarrollo de la zona transformada en los flancos de la grieta. Al aplicar cargas constantes correspondientes a valores de K ligeramente superiores al umbral de propagación, la grieta empieza a extenderse pero pronto se detiene ya que al mismo tiempo se desarrolla apantallamiento de forma gradual hasta alcanzar un nivel suficiente para contrarrestar el incremento del K aplicado.



**Fig. 6**. Variación de la anch<sup>1</sup>ra de la zona transformada (w) y del apantallamiento ( $K_s$ ) en función del valor de K aplicado en ensayos a carga constante.

Los modelos de transformación (9) bajo condiciones estacionarias conducen a

$$\frac{K_s}{e^{-T}EV_f\sqrt{w}} = -\frac{\eta}{1-\nu}$$
(2)

donde  $e^{T}$  es la dilatación no constreñida que acompaña a la transformación. La forma de la zona frontal depende del criterio de fluencia utilizado. En el caso de un criterio basado en la presión hidrostática,  $\eta = 0,22$ . Los resultados experimentales de w en términos de  $K_a$  se han representado en la figura 6. Las estimaciones de  $K_s$ , basadas en la ec.(2) considerando que la zona frontal es constante y los valores experimentales de w, muestran una relación lineal entre el valor estimado de  $K_s$  y el valor del factor de intensidad de tensiones aplicado.

A pesar de que usualmente se acepta que en la Y-TZP los mecanismos de transformación de fase son los que inducen apantallamiento (10,11), la existencia de microgrietas dentro de la zona de transformación también ha sido observada (12). Esto indica que el apantallamiento por microfisuración puede ser un mecanismo activo en estos materiales. Es interesante señalar que la microfisuración también ha sido detectada en Ce-TZP (13); sin embargo, después de realizar tratamientos de recocido, la mayor parte de la curva R pudo ser reproducida (14). Por consiguiente, ya que las observaciones de microscopia electrónica de transmisión realizadas en el material estudiado sólo permitieron demostrar la existencia de microfisuración de forma ocasional, aquí se considerará a la transformación de fase como único mecanismo activo para incrementar la resistencia a la fractura en la Y-TZP.

Los resultados de curva R obtenidos mediante ensayos monotónicos con descargas periódicas muestran que la propagación de grieta ocurre a valores de Ka inferiores a los máximos aplicados en la rampa de carga previa. Además, la aplicación de velocidades de carga menores induce una mayor propagación de grietas. Los ensayos de curva R en los que el material estudiado (Mg-PSZ) fue descargado periódicamente (15) también mostraron cierto crecimiento de grieta a niveles de Ka menores que el mayor valor de K<sub>a</sub> aplicado previamente. Este comportamiento fue descrito como un efecto "local" de curva R. Es posible considerar dos fenómenos que pudieran causar tal efecto. En primer lugar, los ensayos con descargas periódicas pueden inducir reversibilidad en la transformación (16-17) y, por lo tanto, el apantallamiento alcanzado en las etapas previas de carga puede disminuir como consecuencia de la descarga. Sin embargo, el efecto que la reversibilidad pudiese ejercer sobre el apantallamiento en ensayos monotónicos debido al crecimiento de grieta debería ser mínimo. En segundo lugar, es posible que exista propagación de grietas asistida por el medio ambiente dentro de la zona de transformación a niveles de K<sub>a</sub> menores que los máximos aplicados en la rampa de carga previa.

Los resultados de curva R obtenidos aquí tienen una clara incidencia en aquellos ensayos de curva R en los que la medición de la longitud de grietas se realiza mediante la determinación de la flexibilidad descargando parcialmente la probeta. Es natural esperar que en estos ensayos se produzca una mayor propagación de la grieta que en aquellos realizados mediante una única carga monotónica. Por otro lado, los ensayos con descargas periódicas pueden presentar condiciones de saturación ficticias debidas a fuertes incrementos en la longitud de la grieta inducidos por el medio ambiente a valores elevados de  $K_a$ . Por consiguiente, el crecimiento estable de grietas para valores grandes de  $K_a$  puede inducir un efecto aparente de estado estacionario en las curvas R.

Los resultados discutidos previamente pueden tener ciertas implicaciones en el diseño estructural con este tipo de materiales. Por ejemplo, es bien sabido que el desbaste superficial genera transformación de fase, la cual induce la existencia de una capa superficial sometida a compresión. Esta técnica permite aumentar la resistencia de piezas ya que la transformación inducida apantalla los defectos superficiales de las cargas externas. Los resultados de propagación de grietas precargadas obtenidos aquí sugieren que el incremento en resistencia debido al desbaste superficial puede degradarse en servicio bajo cargas constantes o cíclicas.

# 5. CONCLUSIONES

a) El desarrollo de curva R en el material estudiado es sensible a la velocidad de carga empleada, lo cual ha sido asociado a la influencia del medio ambiente en la propagación subcrítica.

b) La propagación de grietas en probetas recocidas muestra una región de "grieta pequeña", lo cual ha sido relacionada al desarrollo inicial de apantallamiento.

c) El desarrollo de apantallamiento con el incremento de  $K_a$  establece nuevas condiciones umbrales de propagación y desaparece la etapa de "grieta pequeña".

d) El apantallamiento estimado a partir de la anchura de la zona transformada en la punta de la grieta muestra una relación lineal con el factor de intensidad de tensiones aplicado.

#### **6. AGRADECIMIENTOS**

Los autores de este trabajo expresan su agradecimiento a la CICYT por la subvención recibida para la realización de este trabajo a través del proyecto MAT93/0328 y a la Generalitat de Catalunya por la beca de formación de investigadores otorgada a J. Alcalá.

# 7. REFERENCIAS

- A.G. Evans y R.M. Cannon, "Toughnening of Brittle Solids by Martensitic Transformations", Acta Metall., 34 [5] 761-800 (1986).
- [2] A.G. Evans, "Perspective of the Development of High Toughness Ceramics", J. Am. Ceram. Soc., 73 [2] 187-206 (1990).
- [3] T. Fett y D. Munz, "Subcritical Crack Growth of Macrocracks in Zirconia". J. Mater. Sci. Lett. 10, 1103-06 (1991).

- [4] T. Fett y D. Munz, "Subcritical Crack Growth of Macrocracks in Alumina with R-curve Behaviour", J. Am. Ceram. Soc., 75 [4] 958-63 (1992) Sci. Lett. 1, 13-16 (1982).
- [5] J.F. Tsai, C.S. Yu y D.K. Shetty, "Fatigue Crack Propagation in Ceria Partially-Stabilized Zirconia (Ce-TZP)-Alumina Composites", J. Am. Ceram. Soc. 73 [10] 2992-3001 (1990).
- [6] H. Tada, P.C. Paris y G.R. Irwin, The Stress Analysis of Cracks Handbook, Del Research Corporation, Hellertown, PA (1973).
- [7] "Flexural Strength of High Performance Ceramics at Ambient Temperature", U.S. Army Military Standard MIL-STD-1492 (MR) U.S. Army Materials Technology Laboratory, Watertwn, MA, 1983.
- [8] B. Lawn, Fracture Mechanics of Brittle Solids, second edition, Cambridge University Press, Cambridge 1993.
- [9] R.M. McMeeking y A.G. Evans, "Mechanics of Transformation Toughening in Brittle Materials", J. Am. Ceram. Soc., 65, 242-45 (1982).
- [10] 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] 3059-62 (1990).
- [11] M.V. Swain y L.R.F. Rose, "Strength Limitations of Transformation-Toughened Zirconia Alloys", J. Am. Ceram. Soc., 69 [7] 511-18 (1986)
- [12] M. Rühle, A. Strecker, D. Waidelich y B. Kraus, "In Situ Observations of Stress Induced Phase Transformations in ZrO<sub>2</sub>-Containing Ceramics", pp. 256-74 in Advances in Ceramics, Vol.12, Science and Technology of Zirconia II. Editado por N. Claussen, M. Rühle y A. H. Heuer, American Ceramic Society, Columbus, OH, 1984.
- [13] L.R.F. Rose y M.V. Swain, "Transformation Zone Shape in Ceria-Partially Stabilized Zirconia", Acta Metall., 36 [4] 955-62 (1988).
- [14] C.S. Yu y D.K. Shetty, "Transformation Zone Shape, Size, and Crack Growth Resistance (R-Curve) Behavior of Ceria-Partially-Stabilized Zirconia Policrystals", J. Am. Ceram. Soc., 72 [6] 921-28 (1989).
- [15] E. Inghels, A. Heuer y R.W. Steinbrech, "Fracture Mechanics of High Toughness Magnesia Stabilized Zirconia", J. Am. Ceram. Soc., 73 [7] 2023-31 (1990).
- [16] M.L. Mecartney y M. Ruhle, "In Situ Transmission Electron Microscopy Observations of the Monoclinic to Tetragonal Phase Transformation in Tetragonal ZrO<sub>2</sub>", Acta Metall., 27 [7] 1859-64 (1989).
- [17] A.H. Heuer, M. Rühle y D.B. Marshall, "On the Thermoelastic Martensitic Transformation in Tetragonal Zirconia", J. Am. Ceram. Soc., 73
   [4] 1084-93 (1990).

# COMPARACIÓN DE MÉTODOS TENACIDAD DE FRACTURA EN MATERIALES CERÁMICOS, I: PROBETAS ENTALLADAS

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

# Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid ETSI de Caminos, Canales, y Puertos. Ciudad Universitaria, s.n. 28040-Madrid

**Resumen.** Aunque han sido varios los intentos por normalizar los ensayos de fractura en materiales cerámicos, ninguno de ellos ha fructificado lo suficiente como para ser aceptado de forma universal. El resultado es que hay varios métodos propuestos para la medida de la tenacidad de fractura en materiales cerámicos, y cada investigador utiliza el que más accesible le resulta. Esto conduce a una situción en la que los resultados de distintos laboratorios son poco comparables y reproducibles. En esta primera parte del artículo se analizan los métodos que utilizan probetas entalladas, utilizando dos materiales cerámicos diferentes, alúmina y circonia. Se comparan los resultados de tenacidad en probetas con entalla recta (*straight through notch*), y muestras con entalla triangular (*chevron notch*). Especial atención se presta a la influencia que el radio de fondo de entalla y la geometría de carga (flexíon en tres o cuatro puntos) tiene en los valores de tenacidad obtenidos.

Abstract: Fracture toughness is a critical design parameter for structural components made of ceramic materials. However, there is no standardized method to determine the fracture toughness of ceramic materials until now. In this first part of the paper, it is analazed the methods with notched specimens in two different ceramic materials (alumina and zirconia). The SENB (*straight through notch*) method is compared with the CN (*chevron notch*) method for bending in three and four points. Specially, attention is focuses on the influence of the notch radii and loading geometry on the fracture toughness.

# 1. INTRODUCCIÓN

La tenacidad de fractura ( $K_{IC}$ ) es un parámetro crítico para el diseño de componentes con fines estructurales en materiales frágiles, y en particular en los materiales cerámicos. No obstante, hasta ahora no existe un método normalizado para la determinación de la tenacidad de fractura en materiales cerámicos. Distintos métodos descritos en la literatura, pero no bien caracterizados, pueden ser empleados para producir diversos valores de la tenacidad de fractura en un mismo material. Esto da lugar a una situación bastante confusa, la cual limita el interes en la aplicación estructural de estos nuevos materiales.

En este artículo se analizan y comparan los resultados de tenacidad obtenidos para probetas entalladas. Se toman como referencia dos geometrías de entalla diferentes: muestras con entalla recta (*straight through notch*), y muestras con entalla triangular (*chevron notch*). Asimismo, se hace un análisis de los errores más comunes cometidos en el mecanizado y ensayo de este tipo de probetas. Especial atención se presta a la influencia que el radio de fondo de entalla y la geometría del dispositivo de carga (flexíon en tres o cuatro puntos). Para mayor generalidad del análisis, los ensayos se

realizaron en dos materiales cerámicos de microestructura muy diferente, una alúmina de alta pureza y una circonia parlcialmente estabilizada.

Los resultados obtenidos por estos métodos se compararan en la segunda parte de este artículo con los de probetas prefisuradas y los de indentación ya publicados con anterioridad [1].

# 2 MATERIALES Y GEOMETRÍA DE LAS PROBETAS PROBETAS

En esta investigación se han utilizado dos materiales, una alúmina  $(Al_2O_3)$  de alta pureza (99.7%) y una circonia parcialmente estabilizada con un 8% de magnesia, que responde a las siglas Mg-PSZ. Estos materiales son los mismos que emplearon por los autores en [1] para contrastar la bondad de los métodos de indentación en la determinación de la tenacidad de fractura. De esta forma los resultados de los dos análisis serán comparables. Las caracteristicas generales de los dos materiales empleados en esta investigación se muestan en la Tabla 1.

Se emplearon probetas paralelepipédicas de dimensiones nominales  $45 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$ . La tenacidad se evaluó, para los dos tipo de entalla, en flexión en tres y cuatro puntos<sup>1</sup>. La distancia entre apoyos inferiores L (Fig. 1.a), y L<sub>1</sub> (Fig. 1.b) fue de 40 mm, la distancia entre apoyos superiores, L<sub>2</sub>, fue de 20 mm (Fig. 1.b). En la ejecución de los ensayos se tuvieron las siguientes precauciones:

- 1) Las probetas se rectificaron para eludir todas las posibles irregularidades superficiales, y conseguir una mayor precisión en sus dimensiones definitivas.
- 2) Las aristas se biselaron para impedir que se clavasen en los rodillos de apoyo y los contactos fueran irregulares.
- 3) Se tuvo especial cuidado en el perfecto centrado y alineamiento del dispositivo de carga y la probeta a fin de evitar posibles torsiones.
- 4) El sistema de carga se fabricó en material cerámico para aumentar la rigidez del sistema de carga, y que así fuese más fácil conseguir ensayos estables. Este dispositivo consiste en dos barras de alúmina de 99.7% de pureza, y 60 mm de diámetro, respectivamete fijadas a la célula de carga y al puente de la máquina. Coaxial con estas barras se coloca el equipo de flexión en tres o cuatro puntos. Este dispositivo está fabricado con carburo de silicio de alta dureza para impedir que la probeta deforme los rodillos de apoyo.
- 5) A los rodillos de apoyo se les permitió girar sobre sí mismos, para reducir las fricciones en los contactos con la probeta, aunque no desplazarse libremente. A fin de evitar posibles torsiones debidas al alabeo de las superficies de apoyo de la probeta, los dos rodillos inferiores, y uno de los superiores del dispositivo de flexión en cuatro puntos pueden pivotar libremente en dirección perpendicular a su eje (Fig. 3.19).
- 6) Antes de ser ensayadas se fijó con pegamento a los extremos de cada una de las probetas la mitad rota de otra, para así compensar el efecto del peso propio.
- 7) La medida de las entallas se efectuó lateralmente antes de ser ensayadas, y una vez rotas sobre cinco puntos equidistantes de la superficie de fractura, utilizando un proyector de perfiles con resolución de ±1 μm.

El método SENB (del inglés Single Edge Straight Notch Beam) consiste en introducir una entalla recta pasante, mientras que el método CN (del inglés Chevron Notch) la entalla es triangular; en ambos casos en la sección central de la probeta. Dentro de estos dos métodos existe una pequeña variación que no se ha tenido en cuenta dada su complejidad técnica, y la imposibilidad para conseguir el equipo de corte adecuado. Consiste en hacer que la entalla que termine en forma de "V" [2-3], lo que reduce el radio de fondo de entalla y facilita la propagación de la grieta, aunque presenta algunos inconvenientes como es la reproducibilidad de las entallas [4-5].

Los ensayos de fractura se realizaron en una máquina electromecánica de ensayos INSTRON, modelo 4505. El control del ensayo se realizó en desplazamiento. La carga se midió con una célula de carga de ±1000 N de fondo de escala, lo que garantiza una resolución en la medida mejor de 1 N. La determinación de la flecha del punto de aplicación de la carga se efectuó midiendo el desplazamiento del puente de la máquina con un extensómetro LVDT de  $\pm 1$  mm de recorrido, y  $\pm 1$  µm de resolución. Los valores de la carga y del desplazamiento fueron leídos mediante un sistema de adquisición de datos Keithley de 12 bits (±5 mV de resolución en la lectura), a una frecuencia de 1Hz. Esta señal fue enviada a un ordenador personal para su almacenamiento y posterior análisis.

Tabla 1. Propiedades físicas y mecánicas de la circonia v la alúmina utilizadas.

Material	Mg-PSZ	Alúmina
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	5.6±0.1	3.8±0.1
Porosidad abierta (%)	0	0
Tamaño medio de grano (µm)	50	17
Dureza Vickers (GPa)	9.96	12.72
Resistencia a tracción (MPa)	200	180
Resistencia a compresión* (MPa)	2000	1800
Resistencia a flexión* (MPa)	500	250
Módulo de elasticidad (GPa)	197	370
Coeficiente de Poisson	0.30	0.27

#### **ENSAYOS DE FRACTURA** 3

# 3.1 Probetas con entalla recta

Se ensayaron probetas con entalla recta hasta el 50% del canto (4 mm) en flexión en tres y cuatro puntos. El radio de fondo de entalla fue de 32 um. Adicionalmente, en algunas probetas de flexión en tres puntos se introdujeron entallas de espesor bastante mayor (320 µm) para comprobar la influencia del espesor de la entalla en la tenacidad de fractura medida.

Para realizar las entallas de 32 µm de radio se empleó un disco diamantado de 50 µm de espesor, y 100 mm de diámetro, en una cortadora horizontal especialmente adaptada para conseguir entallas perfectamente rectas. El disco se hizo girar a 400 rpm, y se refrigeró con agua. En las probetas con radio de fondo de entalla de 160 µm, el corte se introdujo sirviéndonos de una sierra de hilo diamantado. El espesor del hilo empleado es de 300 µm, y el dispositivo se refrigeró por agua.

Durante el ensayo la velocidad nominal de desplazamiento del actuador fue de 50 µm/min. No obstante, en algunas de las probetas de flexión en cuatro puntos se modificó la velocidad de ensayo, no encontrándose variaciones significativas en la tenacidad. Para cada condición de ensayo y tipo de material se obtuvieron un mínimo de tres ensayos válidos.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>En adelante denominaremos con por las siglas TPB a las probetas de flexión en tres puntos, y FPB a las de flexión en cuatro puntos.

<sup>\*</sup> Dato sumistrado por el fabricante



Fig. 1. a) Detalle de los sistemas de flexión en tres puntos. b) Detalle de los sistemas de flexión en cuatro puntos.

**Tabla 2.** Resultados de las probetas SENB para flexión en cuatro puntos en Mg-PSZ. Radio de entalla de  $32 \ \mu m$ .

	a/W	$K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )
Media	0.51	7.9
Error	±0.01	±0.2

**Tabla 3.** Resultados de las probetas SENB para flexión en tres puntos en Mg-PSZ. Radio de entalla de  $32 \ \mu m$ .

	a/W	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Media	0.52	6.8
Error	±0.02	±0.2

Tabla 4. Resultados de las probetas SENB para flexión en tres puntos en Mg-PSZ. Radio de entalla de 160  $\mu$ m.

	a/W	K <sub>IC</sub>	(MPa	m <sup>1/2</sup> )
Media	0.53		7.6	
Error	±0.03		±0.4	

En el cálculo del factor de intensidad de tensiones se utilizó una expresión propuesta por los autores en [6] para el caso de flexión en tres puntos, y de la fórmula de Munz [7] en el caso de flexión en cuatro puntos. Las Tablas 2 a 7 muestran los medios medios y su error cuadrático obtenidos para la alúmina y para la circonia en las diferentes condiciones de ensayo.

**Tabla 5.** Resultados de las probetas SENB para flexión en cuatro puntos en  $Al_2O_3$ . Radio de entalla de 32  $\mu$ m.

· .	a/W	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Media	0.50	3.2
Error	±0.01	$\pm 0.1$

**Tabla 6.** Resultados de las probetas SENB para flexión en tres puntos en  $Al_2O_3$ . Radio de entalla de 32  $\mu$ m.

	a/W	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Media	0.51	3.1
Error	±0.01	±0.2

**Tabla 7.** Resultados de las probetas SENB para flexión en tres puntos en  $Al_2O_3$ . Radio de entalla de 160  $\mu$ m.

	a/W	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Media	0.50	3.6
Error	±0.02	±0.5

# 3.2 Probetas con entalla triangular

La geometría de probetas con entalla triangular se puede ver en la Fig. 3. Para esta geometría de entalla también se realizaron ensayos en flexión en tres y cuatro puntos. Las entallas se mecanizaron con un hilo de diamante de 300 µm de diámetro, siendo el espesor de la entalla resultante de 320 µm. Aquí no se comprobó la influencia de la anchura de la entalla en la tenacidad medida, ya que para esta geometría antes de alcanzar la carga máxima la grieta ha de empezar ha propagarse a partir del pico de la entalla, y enmmascara la influencia del radio de fondo de entalla. Los valores nominales para  $a_0$  y  $a_1$  (Fig. 3) fueron de 1.2 y 4.0 mm, respectivamente. La velocidad nominal de desplazamiento del actuador fue de 50 µm/min. En algunas de las probetas de flexión en cuatro puntos se varió la velocidad de ensayo no encontrandose variaciones significativas en la tenacidad medida. En el cálculo de la tenacidad de fractura se empleó la expresión de Munz [8] tanto para flexión en tres como para cuatro puntos. Las Tablas 8 a 11 muestran los valores medios y el error cuadrático medio obtenidos para la alúmina y la circonia en las distintas condiciones de ensayo. En todos los casos de tomaron al menos tres resultados válidos para calcular la media.

Tabla 8.Resultados de las probetas CN paraflexión en cuatro puntos en Mg-PSZ.

	a <sub>0</sub> /W	a <sub>1</sub> /W	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Media	0.35	0.99	10.6
Error	±0.02	±0.01	±0.8

Tabla 9.Resultados de las probetas CN paraflexión en tres puntos en Mg-PSZ.

	a <sub>0</sub> /W	a <sub>1</sub> /W	K IC	(MPa	<b>m</b> <sup>1/2</sup> )
Media	0.22	0.99		8.8	
· Error	±0.02	±0.01		±0.5	

**Tabla 10.** Resultados de las probetas CN para flexión en cuatro puntos en  $Al_2O_3$ .

	a <sub>0</sub> /W	a <sub>1</sub> /W	K <sub>IC</sub>	(MPa	m <sup>1/2</sup> )
Media	0.45	0.99		3.5	
Error	±0.03	±0.01		±0.1	

Tabla 11. Resultados de las probetas CN para flexión en tres puntos en  $Al_2O_3$ .

,	a <sub>0</sub> /W	a <sub>1</sub> /W	K <sub>IC</sub>	(MPa	m <sup>1/2</sup> )
Media	0.44	0.99		3.0	
Error	±0.05	±0.01		0.1	

# 4. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

# 4.1 Probetas con entalla recta

El análisis de las curvas carga-desplazamiento de ambos materiales, y para todos los dos espesores de entalla, muestra que los ensayos de flexión en tres puntos son estables, mientras que los de flexión en cuatro puntos son inestables (la probeta se rompe violentamente tras alcanzar la carga máxima).

La influencia de la anchura de entalla y tipo de flexión en la tenacidad se puede ver en las Figs. 4 y 5. En ambos materiales la tenacidad medida disminuye significativamente al reducirse el radio de fondo de entalla (16% para la alúmina y 12% para la circonia). Esta dependencia puede ser debida a la influencia del proceso del mecanizado de las entallas en las probetas. Es de esperar que a mayor espesor de la entalla mayor sea la zona alterada --por transformación tenaz, microfisuración, etc- alrededor del fondo de la entalla [9], lo cual justificaría un aumento de la tenacidad con el incremento del radio de fondo de entalla. Superpuesto a este efecto, aparece otro de igual tendencia debido a utilizar un radio de fondo de entalla finito cuando el cálculo de la tenacidad lo estamos realizando con unas expresiones derivadas para el caso de una grieta real [10]. Evidentemente, cuanto mayor sea el radio de fondo de entalla menor será el factor de intensidad de tensiones en ese punto, y más dificil el generar la grieta, y en consecuencia mayor la tenacidad medida.

El valor de la tenacidad obtenido en probetas de FPB es del orden de un 3% superior al de las TPB. Este efecto puede deberse a la mayor fricción (existe un rodillo de apoyo y una rótula adicionales) que presenta este dispositivo [11].

# 4.2 Probetas con entalla rtriangular

Los ensayos de flexión en cuatro puntos son cuasiestables (la carga cae rápidamente después del máximo, aunque luego se recupera parcialmente el control del ensayo), mientras los de tres puntos son estables en ambos materiales. En todos los casos existe crecimiento considerable de grieta previo a la carga máxima, como era de esperar. No obstante, este hecho, unido a la geometría de triangular de la entalla, complica el análisis de los resultados ya que los calculos se efectuan a partir de los valores nominales del ligamento inicial. Adicinalmente, aparecen problemas en la reproducibilidad de las entallas introducidas.

De nuevo el mayor valor de la tenacidad obtenido en probetas de flexión en cuatro puntos es mayor (del orden del 18%) que en las de tres puntos (Fig. 6 y 7). En este caso es más difícil atribuir este efecto sólo a la mayor fricción que presenta el dispositivo de flexión en cuatro puntos, aunque estaría dentro de los posible [12].



Fig. 3. Geometría de las probetas con entalla triangular.

# 5. CONCLUSIONES

- Los ensayos en flexión en tres puntos son estables en general, mientras que en los de flexión en cuatro puntos la probeta se suele romper tras alcanzar la carga máxima. Por tanto, parece más recomendable realizar ensayos TPB. En este caso de la propagación de la grieta en el material (y por tanto del comporamiento en fractura del material) a partir de la rama de descarga.
- El método SENB presenta ciertas ventajas: a) una entalla bien definida, b) facilidad de medida de la entalla inicial, c) mecanizado relativamente barato y sencillo. Su principal inconveniente es que la grieta



empieza a crecer a partir de un radio de fondo de entalla finito. Esto lleva a que exista una dependencia de la tenacidad con el radio del fondo de entalla (Figs. 4 y 6). Esta dificultad sólo se puede soslayar si se emplean radios de fondo de entalla muy pequeños, similares a una grieta real a nivel microestructural, lo que no siempre es posible en la práctica por limitaciones mecánicas en la generación de las entallas. Por tanto, este método no es válido en general (a no ser que se haga un análisis más detallado de la influencia del radio de fondo de entalla en la tenacidad del material) para la caracterización en fractura del material fractura del material.



Fig. 4. Valores medios de la tenacidad (SENB) en función del dispositivo de ensayo y el radio de fondo de entalla en Mg-PSZ.



Fig. 5. Valores medios de la tenacidad (CN) en función del dispositivo de ensayo en Mg-PSZ.



Fig. 6. Valores medios de la tenacidad (SENB) en función del dispositivo de ensayo y el radio de fondo de entalla en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.





- 3. Las principales ventajas del método CN son: a) no es necesario medir la longitud de la grieta, b) antes de alcanzar la carga máxima se propaga una grieta a partir de la punta de la entalla triangular, c) se puede aumentar la estabilidad de los ensayos variando la geometría de la entalla. El principal inconveniente en este caso es que el mecanizado de la entalla es relativamente complejo y poco reproducible.
- 4. Los valores de la tenacidad obtenidos a partir de probetas CN siempre quedan ligeramente por encima de los correspondientes para probetas SENB (Figs. 5-7). Como hemos visto los valores de tenacidad en probetas SENB dismimuyen con el radio de fondo de entalla. Esto hace pensar que la influencia del crecimiento estable de grieta inicial (previo a la carga máxima) es más importe de lo que parece y hace sobreestimar el valor de la tenacidad calculado por este método.

# **AGRADECIMIENTOS**

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT) por la financiación aportada para la realización de esta investigación a través del proyecto MAT94-0120-C03-03 y MAT94-1527-E.

# 6. BIBLIOGRAFIA

- Pastor, J. Y., Planas, J., y Elices, "Tenacidad de fractura en materiales cerámicos a partir de impresiones Vickers". Anales de Mecánica de la Fractura, 11, 310-17, 1994.
- [2] Awaji, H., y Sakaida, Y., "V-notch technique for single-edge notched beam and chevron notch methods". J. Am. Ceram. Soc., 79, 11, p. 3522-3523, 1990.

- [3] Shih, T. T., "An evaluation of the chevron Vnotched bend bar fracture toughness specimen". Eng. Fract. Mechanics, 14, 4, p. 821-832, 1981.
- [4] Awaji, H., y Sakaida, Y., "Stress intensity factor for V-notch single-edge notched beam and chevron notch methods". Ceram. Inter., 18, p. 11-17, 1992.
- [5] Morrell, R., y Bryne, W. P., "NPL's experience with the VAMAS high temperature fracture toughne round robin". Newsletter nº 15, ESIS Technical Committee 6 "Ceramics", 1993
- [6] Pastor, J. Y., "Fractura de materiales cerámicos estructurales avanzados". Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, 1993.
- [7] Munz, D., y Fett, T., "Mechanisches Verhlten keramischer Werkstoffe". Ed. Springer-Verlay, Berlin-Heidelberg, Germany, 1989.
- [8] Munz, D. G., "Fracture toughnes calculation from maximun load in four point bend tests chevron notch specimens". Int. J. Fracture, 16, p. R137-R141, 1980.
- [9] Wang, J., Rainforth, W. M., Wadsworth. I., y Stevens, R., "The effects of notch width on the SENB toughness for oxide ceramics". J. Europ. Ceram. Soc., 10, p. 21-31, 1992.
- [10] Pabst, R. F., "Determination of K<sub>IC</sub>-factors with diamond-saw-cuts in ceramic materials". Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 2, p. 555-565. Ed. Haselman *et al.*, Plenum Press, USA, 1976.
- [11] Rief, C., y Kromp, K., "Fracture toughness testing". Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures, p. 209-225. Ed. B. F. Dyson et al., Elsevier Applied Science, London, UK, 1988.
- [12] Guinea, G. V., "Medida de la energía de fractura del hormigón". Tesis doctoral, p. 62-127. Universidad Politécnica de Madrid, Madrid, 1990.

# COMPARACIÓN DE MÉTODOS TENACIDAD DE FRACTURA EN MATERIALES CERÁMICOS, II: PROBETAS FISURADAS

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

## Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid ETSI de Caminos, Canales, y Puertos. Ciudad Universitaria, s.n. 28040-Madrid

**Resumen.** Aunque han sido varios los intentos por normalizar los ensayos de fractura en materiales cerámicos, ninguno de ellos ha fructificado lo suficiente como para ser aceptado de forma universal. El resultado es que hay varios métodos propuestos para la medida de la tenacidad de fractura en materiales cerámicos, y cada investigador utiliza el que más accesible le resulta. Esto conduce a una situción en la que los resultados de distintos laboratorios son poco comparables y reproducibles. En esta segunda parte del artículo se analizan los métodos que utilizan probetas previamente fisuradas. Se comparan los resultados de tenacidad en probetas con fisuras cortas (obtenia a partir de una indentación Vickers), y muestras con fisuras largas (obtenida por la técnica de puente en compresión), utilizando dos materiales cerámicos diferentes, alúmina y circonia. Finalmente, se comparan estos resultados con los obtenidos en la primera parate del artículo para probetas entalladas, y a partir de imprentas Vickers, y se proponen las líneas generales para obtener un ensayo de fractura normalizado para materiales cerámicos.

Abstract: Fracture Toughness is a critical design parameter for structural components made of ceramic materials. However, there is no standardized method to determine the fracture toughness of ceramic materials until now. In this second part of the paper it is analyzed the methods with pre-cracked specimens in two different ceramic materials (alumina and zirconia). The SEPB (*straight through precrak*) method is compared with the IS (*indentation strength*) method for bending in three and four points. Finally, these results are compared with the results obtained from Vickers indentation and notched specimens in the first part of the article, in order to propose some guidelines to obtain a fracture standardized test for ceramics.

# 1. INTRODUCCIÓN

Como se indico en la primera parte de este artículo, la tenacidad de fractura ( $K_{IC}$ ) es un parámetro crítico para el diseño de componentes con fines estructurales en materiales frágiles, y en particular en los materiales cerámicos. Dado que hasta ahora no existe un método normalizado para la determinación de la tenacidad de fractura en materiales cerámicos, en esta segunda parte del artículo se tratará de proponer las líneas generales que permitan llegar a un ensayo de fractura normalizado en materiales cerámicos.

Primero se analizan y comparan los resultados de tenacidad ebtenidos para probetas fisuradas. Se tomam como referencia dos geometrías de fisura Para la prefisuración de las probetas se optó por dos técnicas, una que genera pregrietas cortas, introducidas con una punta Vickers (IS, del inglés *Indentation Strength*), y otra que genera pregrietas largas, denominada SEPB (*straight through precrak*), qyue describiremos en detalle más adelante. Para mayor generalidad del análisis, los ensayos se realizaron en dos materiales cerámicos de microestructura muy diferente, una alúmina de alta pureza y una circonia parleialmente estabilizada.

Finalmente, los resultados de tenacidad obtenidos en probetas prefisuradas se compararan con los de probetas entalladas de la primera parte de este artículo, y con los de indentación Vickers, publicados anteriormente [1].

# 2 MATERIALES Y GEOMETRÍA DE LAS PROBETAS PROBETAS

Los materiales utilizados, alúmina de alta pureza y circónia parcialmente estabilizada, Mg-PSZ, son los mismos que se describen en la primera parte del artículo y en la referencia [1], y pertenecen a la misma hornada, por lo que los resultados de los distintos métodos serán comparables.

Las dimensiones de las probetas empleadas, y las condiciones y dispositivos generales de ensayo son las mismas que se describen en el primer apartado de este artículo, por lo que no se repetiran aquí. Sólo insistir en que en el mecanizado de las probetas se tuvieron las precauciones que fueron expuestas en la primera parte del artículo. La única diferencia es que mientras alli se introducen entallas triangulares a las probetas, aquí se las fisura. Para la fisuración de las probetas se ha optado por dos técnicas claramente diferentes. A una serie de probetas se introducen grietas cortas a partir de una impresión Vickers, es el método denominado *Indentation Strenght* (IS). En otras probetas se generan grietas largas utilizando el método denominado *Single-Edge-Precracked-Beam*, SEPB. Estos dos métodos serán descritos en detalle un poco más adelante.



Fig. 1. Geometría de una probeta prefisuradas con carga Vickers sometida a flexión en cuatro puntos.

# **3 ENSAYOS DE FRACTURA**

# 3.1 Probetas fisuradas con grietas cortas

Este método de ensayo fue propuesto por Chantikul [2], aunque se han introducido algunas modificaciones posteriormente [3-4]. Consiste en la introducción de una grieta superficial con un penetrador Vickers en cualquier geometría de fractura (discos, anillos, barras,...) que se desee. El método surgió como una variación de la expresión de Antis [5] para grietas del tipo medio-radial (Fig. 1) con lo que se evita tener que realizar la medida de la longitud de grieta introducida y los errores e inconvenientes que lleva aparejados. La expresión de la tenacidad de fractura es similar a la propuesta por Antis, pero ahora la dependencia con la longitud de grieta, c, se cambia por la dependencia con la tensión de rotura. En el caso de flexión en cuatro puntos la expresión queda como sigue:

$$K_{IC} = 0.58 \left(\frac{E}{H_v}\right)^{1/8} (\sigma_{máx} F^{1/3})^{3/4} \text{ donde}$$
$$\sigma_{máx} = \frac{3 (L_1 - L_2) F_{máx}}{2 W B^2}$$

siendo  $F_{máx}$  la carga de rotura de la probeta,  $\sigma_{máx}$  la correspondiente tensión de rotura, E el módulo de elasticidad, y H<sub>v</sub> la dureza Vickers. Los valores de E y H<sub>v</sub> se tomaron de la Tabla 1 de la primera parte de este artículo.

La prefisuración se realizó utilizando un durómetro universal CENTAUR modelo RB2 DA Duplex. A este equipo se acoplo una punta Vickers y un dispositivo de centrado que permitió orientar las gietas introducidas perfectamente perpendiculares a las aristas de la probeta. Las cargas empleadas en la prefisuración fueron dos, 49 y 294 N. Estos valores se eligieron a propósito muy diferentes para comprobar el efecto que produce la carga de prefisuración en la tenacidad medida.

En la Fig. 1 se puede ver la geometría de las probetas empleadas en estos ensayos. Estas probetas se ensayaron sólo en flexión en cuatro puntos por motivos que se expondrán más adelante.

Tabla 1. Valores medios y su error en las probetas ISprefisuradas con cargas de 49 N en Mg-PSZ.

	σ <sub>máx</sub> (MPa)	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )		
Media	465	7.2		
Error	±10	±0.2		

**Tabla 2.**Valores medios y su error en las probetasIS prefisuradas con cargas de 294 N en Mg-PSZ.

	σ <sub>máx</sub> (MPa)	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )		
Media	460	11.2		
Error	±21	±0.3		

**Tabla 3.** Valores medios y su error en las probetas IS prefisuradas con cargas de 49 N en  $Al_2O_3$ .

	σ <sub>máx</sub> (MPa)	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )		
Media	195	3.7		
Error	±18	±0.5		

**Tabla 4.** Valores medios y su error en las probetas IS prefisuradas con cargas de 294 N en  $Al_2O_3$ .

	σ <sub>máx</sub> (MPa)	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Media	130	4.4
Error	±10	±0.2

La velocidad de desplazamiento del actuador fue de 50  $\mu$ m/min. No obstante, en algunas de las probetas se varió la velocidad de ensayo no encontrándose variaciones significativas en la tenacidad. Las Tablas 1 a 4 muestran los resultados obtenidos con este método de ensayo.

### 3.1 Probetas fisuradas con grietas largas

De los multiples métodos de generación de grietas largas en materiales cerámicos se eligió el desarrollado por Warren y Johannesson [6], y que en traducción literal del inglés recibe el nombre de *"indentación en puente"* (*"Bridge Indentation"* en inglés). Este método, que inicialmente fue desarrollado para metales duros, no fue utilizado en materiales cerámicos hasta el trabajo seminal de Nose y Fujii en 1988 [7], los que además propusieron la denominación más ampliamente aceptada para esta nueva geometría de probetas, *Single-Edge-Precracked-Beam* (SEPB). El método consiste en introducir en una viga de flexión un generador de la pregrieta. Este generador puede ser una o varias grietas superficiales, creadas a partir de una punta Vickers o Knoop, o una entalla de pequeño espesor, en el centro de la cara que será sometida a flexotracción. A continuación, se coloca la probeta con la cara del punzonamiento entre los apoyos del dispositivo de prefisuración. Éste es un sistema hiperestático de carga, comunmente llamado puente en compresión, y que suele fabricarse en acero de muy alta dureza. Una vez perfectamente alineados probeta y dispositivo de prefisuración, se aplica carga lentamente mediante una máquina universal de ensayos. La grieta empieza a crecer superficialmente a partir del generador. Alcanzado un cierto nivel de carga, carga de propagación (pop-in load), la grieta avanza bruscamente, propagándose por las caras laterales de la probeta y provocando un "click" característico. Si en este momento se descarga la probeta se tiene una cierta longitud de grieta, que se puede acrecentar si se sigue incrementando la carga.

Las condiciones para la propagación de la grieta dependen de diversos factores. Unos son fácilmente controlables (tipo de generador, distancia entre apoyos, carga máxima aplicada, longitud de los apoyos), otros sin embargo lo son bastante menos (material de ensayo, dureza del dispositivo de prefisuración, fricciones entre este y la probeta, regularidad de las grietas superficiales introducidas, rigidez de la máquina de ensayo). Ésto es por lo que, a pesar de haber transcurrido varios años desde la publicación del primer trabajo sobre el tema, han sido muy pocos los investigadores que han tratado de determinar las condiciones precisas para la propagación y crecimiento de grietas en estos materiales cerámicos [8-10].



**Fig. 2.** Geometría de la pregireta de las probetas SEPB de Mg-PSZ.

Condiciones nominales de prefisuración y ensayo para Mg-PSZ:

- Como generador de la grieta se emplea una entalla recta de 64  $\mu$ m de espesor, y longitud c<sub>0</sub>= 0.55 mm (Fig. 2).
- La distancia entre apoyos en el puente en compresión es de 4 mm. La longitud del apoyo superior, L<sub>a</sub>, de 22 mm, y 9 mm para cada uno de los inferiores.
- Un dispositivo de amplificación acústica permite detectar la propagación de la grieta.

- El prefisuración se realiza en control de desplazamiento, en una máquina universal de ensayos de 100 kN de capacidad. La velocidad de desplazamiento es de 200 µm/min hasta la propagación de la gieta.
- Con estas condiciones la carga típica de propagación resulta ser de 55 kN, para una longitud de grieta, a≈ 1.6 mm (Fig. 2).



Fig. 3. Geometría de la pregrieta de las probetas SEPB de  $Al_2O_3$ .

Condiciones nominales de prefisuración y ensayo para  $Al_2O_3$ :

- En la alúmina se utiliza una única impronta Vickers de 441 N como generador de una grieta superficial de longitud 2c (Fig. 3). La impronta se introdujo con un durómetro universal CENTAUR modelo RB2 DA Duplex. A este equipo se acopla una punta Vickers y un dispositivo de centrado para orientar perfectamente perpendiculares las gietas introducidas a los vértices de la probeta.
- La distancia entre apoyos en el puente en compresión es de 4 mm. La longitud del apoyo superior, L<sub>a</sub>, y de los inferiores, excedió la longitud de la probeta (L<sub>a</sub>> 45 mm).
- Un dispositivo de amplificación acústica permite detectar la propagación de la grieta.
- El prefisuración se realiza en control de desplazamiento en una máquina electromecánica de ensayos de 100 kN de capacidad. La velocidad de desplazamiento fue de 200 μm/min hasta la propagación de la grieta.
- La carga típica de propagación resultó ser de 70 kN, para una longitud de grieta, a≈ 1.2 mm (Fig. 3.37).

En el cálculo de la tenacidad nos servimos de la fórmula propuesta por los autores [12] en el caso de flexión en tres puntos, y de la fórmula de Munz (13) en el caso de flexión en cuatro puntos. Los resultados de los ensayos de flexión en tres y cuatro puntos, para la alúmina como para la circonia, se muestran en las Tablas 4 a 8. La velocidad de desplazamiento del puente de la máquina fue de 50  $\mu$ m/min. En algunas probetas de flexión en cuatro puntos se varió la velocidad de ensayo, pero no se detectó influencia de este parámetro en la tenacidad de fractura medida.

Tabla 4.

	a/W	K <sub>IC</sub> (MPa m <sup>1/2</sup> )	- Antonio and a second
Media	0.43	7.6	Contraction of the local division of the loc
Error	±0.03	±0.4	COLUMN

SEPB para flexión en cuatro puntos en Mg-PSZ. a/W K<sub>10</sub> (MPa m<sup>1/2</sup>)

Valores medios y su error de probetas

Tabla 5.Valores medios y su error de probetasSEPB para flexión en tres puntos en Mg-PSZ.

	a/W	K <sub>IC</sub> (MPa m <sup>1/2</sup> )	
Media	0.44	7.5	
Error	±0.06	±0.4	Contractories of the second

**Tabla 6.** Valores medios y su error de probetas SEPB para flexión en cuatro puntos en  $Al_2O_3$ .

	a/W	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	
Media	0.35	4.7	
Error	±0.09	±0.4	

**Tabla 7.** Valores medios y su error de probetas SEPB para flexión en tres puntos en  $Al_2O_3$ .

	a/W	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Media	0.31	4.5
Error	±0.09	±0.4

# 4. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

# 4.1 Probetas con fisura corta

Estos ensayos por este método resultaron ser inestables (las probetas rompen estruendosamente al alcanzar la carga máxima) para ambos materiales. En la Mg-PSZ la tensión de fractura de las probetas prefisuradas a 49 N es similar a las prefisuradas a 294 N, lo que origina un valor de la tenacidad muy alto para el segundo caso (Fig. 4). A su vez, esta tensión de rotura, de 450 a 480 MPa, es muy parecida a la tensión de rotura en flexión en tres puntos dada por el fabricante para probetas sin fisura; y lo que es más, en algunos ensayos la probeta no rompió por el punto donde se introdujo la grieta, a pesar de lo cual la tensión de rotura fue similar<sup>1</sup>. Esto nos lleva a pensar que probablemente este material cerámico se esté comportando como un material tenaz, y que realmente estamos midiendo no es la tenacidad de fractura del material. Ésto descarta a este método como adecuado para caracterizar el comportamiento en fractura de materiales cerámicos de tenacidad relativamente elevada, (al menos de forma general, sin tener en cuenta otro tipo de consideraciones). Dada esta situación, y que además para la alúmina (Fig. 5) aparece una fuerte dependencia de la tenacidad con la carga de prefisuración, (el KIC se incrementa un 20% al pasar de 49 a 294 N la carga de prefisuración) se optó por no efectuar ensayos de fractura en flexión en tres puntos con este método, y reservar las probetas para su ensayo por otros métodos.



**Fig. 4.** Valores medios de la tenacidad (IS) en función de carga de prefisuración en Mg-PSZ.



Fig. 5. Valores medios de la tenacidad (IS) en función de carga de prefisuración en  $Al_2O_3$ .

Resumiendo, diremos que las ventajas de este método son: a) la fisuración es fácil de llevar a cabo y no precisa medir la longitud de grieta, b) no es necesario un tratamiento especial de la superficie de ensayo, y c) la pregrieta introducida se asemeja en tamaño (cientos de micras) a grietas reales que se pueden encontrar en el material. Su s principales inconvenientes son: a) no se sabe que sistema de grietas (palmqvist o medio-radial) se genera, b) pueden aparecer grietas laterales que den lugar a desconchamintos y por tanto invalidar el método y c) parece inaplicable para materiales cerámicos de elevada tenacidad como la Mg-PSZ.

# 4.2 Probetas con fisura larga

El principal inconveniente en el método de prefisuración es que fueron necesarias bastantes probetas para calibrar las condiciones de propagación adecuadas. Un buen alineamiento del sistema de prefisuración con la probeta se demostró fundamental para conseguir un crecimiento homogéneo de la grieta en todo el espesor del material. En caso contrario la grieta crece más por una cara de la probeta que por la otra.



**Fig. 6.** Valores medios de la tenacidad (SEPB) en función del dispositivo de flexión en Mg-PSZ.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>En el cálculo de los valores medios sólo se han incluido los resultados procedentes de probetas rotas a partir de las pregrietas.



Fig. 7. Valores medios de la tenacidad (SEPB) en función del dispositivo de flexión en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Otro problema en la prefisuración fue que en pocos casos se logró escuchar el "click" que delata la propagación de la pregrieta. Ésto dificultó sustancialmente el poder conocer exactamente en qué condiciones se producía la prefisuración.

En ambos materiales, los ensayos de flexión en tres puntos resultaron ser estables, mientras que los de flexión en cuatro puntos fueron cuasiestables. El valor de la tenacidad obtenido en probetas de flexión en cuatro puntos es ligeramente superior al de flexión en tres puntos (del 2%). De nuevo, este efecto puede ser atribuido a la influencia de la fricción del rodillo y la rótula adicionales del dispositivo de flexión en cuatro puntos [14].

Resumiendo, diremos que las ventajas de este método son: a) presenta una fisura larga, afilada a nivel atómico, y bien definida, y b) es posible medir la longitud de la pregrieta despues del ensayo'de fractura. Sus principales inconvenientes son: a) aparece un efecto curva-R, de forma que la tenacidad medida depende de la longitud de pregrieta, b) el frente de grieta no es siempre recto, y la pregrieta no descansa en un plano (se tuerce), y c) es difícil deteminar y controlar las condiciones de prefisuración para obtener la longitud de grieta deseada.

#### 5 CONCLUSIONES

Las Figs. 8 y 9 muestran la recopilación de los valores medios de la tenacidad, y su error cuadrático, obtenidos en las dos partes de este artículo y en [1], para la circonia y la alúmina respectivamente. A la vista de estos gráficos, y de los resultados expuestos con anterioridad, se pueden establecer las siguientes conclusiones:

- 1. El valor medido de tenacidad de fractura depende del metodo y condiciones de ensayo.
- 2. La determinación de un valor consistente de la tenacidad de fractura que sea reproducible por otros laboratorios requiere una descripción detallada de la preparación de la muestra, y las condiciones de ensayo.
- Los ensayos de flexión en tres puntos son para todos los casos más estables que los de fléxión en cuatro puntos.
- Los resultados de del método IF [1] son poco precisos y presentan una dependencia de la carga de

ensayo. No obstante, este es un método rápido y barato, que puede ser utilizado para comparar cualitativamente materiales similares dentro de un mismo laboratorio.



Fig. 8. Valores promedios de la tenacidad obtenidos por distintos métodos para Mg-PSZ.



Fig. 9. Valores promedios de la tenacidad obtenidos por distintos métodos para  $Al_2O_3$ .

- 5. El método SENB da lugar a resultados con poco error, y es relativamente sencillo de llevar a cabo. Sin embargo, los valores de tenacidad obtenidos por este método presentan una clara dependencia con el radio de entalla, que depende del tipo de material. La determinación de un radio mínimo a partir del cual esta dependencia desaparece parece imposible en general.
- 6. El método CN da valores similares a los del SENB (o ligeramente más altos), sin tener el inconveniente de presentar una dependencia con el radio de fondo de entalla. Lamentablemente, el mecanizado de estas probetas es caro, difícil, y poco reproducible. Adeás el análisis de los resultados no es simpre sencillo, debido a la geometría variable de la entalla.
- El método IS es sencillo y reproducible, pero queda limitado a materiales frágiles. En caso de materiales tenaces, como la circonia Mg-PSZ, este método da valores irreales (muy elevados) de la tenacidad. Además la presencia de grietas laterales, tipo palmqvist, y descascarillamiento invalida este método.
- 8. El método SEPB utiliza fisuras largas, obteniendose valores similares al los del método SENB. No obstante en este método la tenacidad medida depende de la longitud de pregrieta inicial, debido a que los materiales ensayados presentan un comportamiento de curva-R para su tencidad. Sólo sería posible obtener resultados reproducibles si nos limitaramos a grietas muy cortas, o a materiales sin comportamiento de curva-R.

Como se puede ver ninguno de los métodos analizados cumple todos los requisitos necesarios para poder ser considerado como un método de referencia, y proceder a su normalización. Según lo expuesto resulta inviable para estos materiales dar un valor de la tenacidad que sea una caracteristica del material, sin depender de las condiciones de ensayo (radio de entalla, longitud de grieta, ...). Es por esto que los autores creen más positivo la caracterización en fractura de este tipo de materiales a partir de otros parámetros como la energía de fractura. Esta resulta ser, en materiales similares a los analizados y bajo ciertas condiciones [15], un parámetro caracteristico del material. La comprobación de que esto es para los materiales cerámicos queda para futuros trabajos.

## **AGRADECIMIENTOS**

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT) por la financiación aportada para la realización de esta investigación a través del proyecto MAT94-0120-C03-03 y MAT94-1527-E.

# 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] Pastor, J. Y., Planas, J., y Elices, "Tenacidad de fractura en materiales cerámicos a partir de impresiones Vickers". Anales de Mecánica de la Fractura, 11, 310-17, 1994.
- [2] Chantikul, P., Antis, G. R., Lawn, B. R., y Marshall, D. B., "A critical evaluation of indentation technique for measuring fracture toughness: II, strength method". J. Am. Ceram. Soc., 64, 9, p.539-543, 1981.
- [3] Cook, R. F., y Lawn, B. R., "A modified indentation toughnes technique". J. Am. Ceram. Soc., 66, p. 200-202, 1983.
- [4] Newman, J. C., y Raju, I. S., "An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack". Eng. Fract. Mech., 15, p. 185-192 1981.
- [5] Antis, G. R., Chantikul, P., Lawn, B. R., y Marshall, D. B., "A critical evaluation of indentation technique for measuring fracture toughness: II, direct crack measurements". J. Am. Ceram. Soc., 64, 9, p. 533-538, 1981.
- [6] Warren, R., y Johannesson, B., "Creation of stable cracks in hardmetals using 'bridge' indentation". Powder Metall., 27, 1, 25-29, 1984.
- [7] Nose, T., y Fujii, T., "Evaluation of fracture toughness for ceramic materials by a single-edge-precracked-beam method". J. Am. Ceram. Soc., 71, 5, p. 328-333, 1988.
- [8] Bar-On, I., Beals, J. T., Leatherman, G. L., y Murray, C. M., "Fracture toughness of ceramic precracked bend bars". J. Am. Ceram. Soc., 73, 8, p. 2519-2522, 1990.
- [9] Mutoh, Y., Chulya, A., y Salem, J. A., "Analysis of precracking parameters for ceramic single-edge-precracked-beam specimens". Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 10, p. 73-89. Ed. R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, USA, 1992.
- [10] Choi, S. R., Yamaishi, K., Miyahara, N., y Oikawa, T., "Brittle-to-ductile transition. silicon nitride". Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 10, p. 427-441. Ed. R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, USA, 1992.
- [11] JIS R 1607, "Testing methods for fracture toughness of high performance ceramics". Japanes Industrial Standard, Japan, 1990.
- [12] Pastor, J. Y., "Fractura de materiales cerámicos estructurales avanzados". Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, 1993.
- [13] Munz, D., y Fett, T., "Mechanisches Verhlten keramischer Werkstoffe". Ed. Springer-Verlay, Berlin-Heidelberg, Germany, 1989.
- [14] Rief, C., y Kromp, K., "Fracture toughness testing". Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures, p. 209-225. Ed. B. F. Dyson et al., Elsevier Applied Science, London, UK, 1988.
- [15] Guinea, G. V., "Medida de la energía de fractura del hormigón". Tesis doctoral, p. 62-127. Universidad Politécnica de Madrid, Madrid, 1990.

#### C. Rocco, G.V. Guinea, J. Planas y M.Elices

# Departamento de Ciencia de Materiales E.T.S. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. U.P.M. Ciudad Universitaria s/n. 28040 Madrid

**Resumen.** La determinación de la resistencia a la tracción mediante ensayos indirectos de flexión en tres o cuatro puntos y de compresión diametral se encuentra muy difundido en el campo de aplicación de los materiales casi-frágiles, como son las rocas, los cerámicos y los hormigones. Sin embargo por su facilidad de ejecución, reproducibilidad y uniformidad de resultados el ensayo de compresión diametral o ensayo brasileño es uno de los mas difundidos. En este trabajo se evalúa la influencia de las condiciones de apoyo en el ensayo brasileño sobre los valores de la resistencia a la tracción obtenidos a partir del ensayo. Se analiza el efecto del ancho de reparto de las cargas en el apoyo y de la rigidez del material del apoyo sobre el comportamiento de probetas de microhormigón.

Abstract. The direct tensile test is the ideal form to measure the tensile strength in metalics materials. None the less, in quasi-brittle materials like rocks, ceramics or concretes, the application of direct tensile test is not easy. It's common in this materials, measure the tensile strength by indirect tensile test such as three or four point bending and splitting. However the splitting test, that is known as brazilian test, is the most used by the facility ejecution, reproducibility and uniformity of the results. In this work, the incident of boundary conditions in the tensile strength of splitting test method are evaluated. We analyzed, the effects of repart load width in the support and the support's materials stiffness in microconcrete specimens. The results that we have obtained show as the effect of the studied variable in the tensile strength measure.

# **1. INTRODUCCION**

En los materiales casi-frágiles como el hormigón, las rocas y los materiales cerámicos, la resistencia a la tracción es una propiedad importante vinculada a los fenómenos locales de iniciación y propagación de fisuras. En este sentido, diferentes modelos de fractura aplicados a estos materiales utilizan el valor de la resistencia a la tracción como parámetro.

Si bien la medida directa de la resistencia a la tracción, como ocurre en el ensayo de tracción simple, debería ser por naturaleza el ensayo más indicado para evaluar esta propiedad, su materialización presenta dificultades cuando se realiza sobre materiales casi-frágiles. En primer lugar resulta difícil establecer geometrías de probetas y condiciones de sujeción adecuadas para garantizar una distribución uniforme de las tensiones o deformaciones en la sección de rotura. Por otra parte es común que se generen efectos locales en la zona de sujeción que condicionen el desarrollo de mecanismos de rotura en esta región. Por tales motivos es muy frecuente en el caso de estos materiales, que la resistencia a la tracción se evalue a través de ensayos de tracción indirecta.

Debido a su facilidad de ejecución y a la reproducibilidad y uniformidad de resultados, el ensayo de compresión diametral, conocido como ensayo brasileño, ha sido el ensayo de tracción indirecta más empleado para evaluar la resistencia a la tracción en materiales cuasi-frágiles. En el caso del hormigón, el ensayo se encuentra normalizado por la norma ASTM C496, (Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylinder Concrete Specimens) [1].

Los valores de la resistencia a la tracción obtenidos a partir de este ensayo se encuentran entre los obtenidos en ensayos de tracción directa y de flexión en tres o cuatro puntos [2-3], dependiendo los valores relativos entre ensayos del tamaño de probeta, del material ensayado y de las condiciones de ensayo. Si bien el ensayo brasileño es muy simple, se han planteado dudas en los últimos años respecto al efecto que las condiciones de contorno en la zona de aplicación de las cargas tienen sobre los mecanismos de rotura y sobre el valor de la resistencia a la tracción obtenido a partir de este ensayo.

En este trabajo se analiza la influencia del ancho de la zona de reparto de la carga y la rigidez del material de apoyo. Se han realizado ensayos sobre probetas cilíndricas de microhormigón de diferentes tamaños y los resultados obtenidos muestran el efecto de las mencionadas variables sobre el valor de la resistencia a la tracción.

El trabajo se encuentra estructurado de la siguiente manera: En el apartado 2, se presenta la fundamentación teórica del ensayo brasileño, en el apartados 3 se describen los objetivos y las variables analizadas en este trabajo, junto con el programa experimental desarrollado. Finalmente en los puntos 4 y 5 se concluye con un análisis de los resultados y las consideraciones finales.

# 2. EL ENSAYO BRASILEÑO

#### 2.1 Descripción del ensavo

Este ensayo, que fue propuesto por el brasileño Fernando Lobo Carneiro en Septiembre de 1943 durante la "Fifth Conference of the Brazilian Association for Standardization", consiste en aplicar, sobre una probeta cilíndrica con su eje longitudinal paralelo al plano de aplicación de la carga, una fuerza de compresión sobre dos generatrices diametralmente opuestas.

En la norma ASTM C496, para el ensayo de probetas de hormigón de 150mm de diámetro, se especifica que la transferencia de las cargas de compresión entre los platos de la máquina de ensayo y la probeta en la zona de contacto se realice mediante un apoyo de madera blanda de 3.2mm de espesor y 25mm de ancho cuya finalidad es distribuir la carga y evitar efectos locales de concentración de tensiones en posibles puntos de irregularidad geométrica de la probeta.

En la figura 1 se representa esquemáticamente las condiciones de apoyo y de aplicación de las cargas en el ensayo brasileño.

La ventaja de este ensayo frente al de tracción directa es la de inducir la rotura por tracción de la probeta por coacción interna, a través de un sistema externo simple de aplicación de cargas de compresión de muy fácil materialización. Además por su geometría, tanto la obtención de probetas moldeadas como de testigos resulta muy sencilla.



**Fig. 1.** Esquema de aplicación de la carga en el ensayo brasileño y sistema de ejes de referencia.

# 2.2 Estado tensional.

La solución bidimensional elástica para el cilindro cargado como muestra la figura 1 puede obtenerse por superposición del problema de una placa de dimensiones semi-infinitas sometida a la acción de una carga concentrada en su borde libre y una tensión uniforme sobre el contorno de una superficie cilíndrica circunscrita [4].

A los efectos del ensayo resulta de intéres la distribución de tensiones sobre el plano de aplicación de las cargas. Estas son para el caso de una carga concentrada:

$$\sigma_{y} = -\frac{2P}{\pi BD} \left( \frac{D^{2}}{y(D-y)} \right)$$
(1)  
$$\sigma_{x} = \frac{2P}{\pi BD}$$
(2)

P = Carga aplicadaD = DiámetroB = Espesor

Mediante un criterio de rotura tensional simple, la expresión (2) permite estimar el valor de la tensión de rotura por tracción, cuando durante el ensayo se alcanza el valor de la carga máxima o de rotura  $P_{rot}$ . Al valor de esta tensión se la denomina frecuentemente tensión nominal de rotura y se calcula según:

$$\sigma_{Nr} = \frac{2P_{rot}}{\pi BD}$$
(3)

La expresión (3) es la utilizada por la norma ASTM para calcular el valor de la resistencia a la tracción  $f_t$ 

$$\sigma_{Nr} = f_t$$

Si bien la fórmula propuesta por la norma para calcular la tensión nominal de rotura se basa en la hipótesis que la carga P actua de manera concentrada, en realidad, y por indicación de la propia norma, en el ensayo la carga se distribuye en una zona de dimensión finita. Suponiendo que esta distribución sea uniformemente a lo largo de un ancho de reparto b, las tensiones sobre el plano de aplicación de la carga ha sido aproximado por Wright [5], para b/D<0.10, por las siguientes expresiones:

$$\sigma_{y} = -\frac{2P}{\pi BD} \left( \frac{D}{2b} (\beta + \operatorname{sen}(\beta)) + \frac{D}{D - y} - 1 \right) \quad (4)$$

$$\sigma_{\chi} = \frac{2P}{\pi BD} \left( 1 - \frac{D}{2b} (\beta - \operatorname{sen}(\beta)) \right)$$
(5)

P = Carga aplicada

D = Diámetro

B = Espesor

b = Ancho de reparto

 $\beta$  = Angulo impuesto por el punto de coordenadas (0,y) y el ancho de reparto



Otra expresión para calcular el efecto del ancho de reparto sobre la máxima tensión de tracción en el centro del cilindro viene dada en [6] por:

$$\sigma_{x(y=D/2)} = \frac{2P}{\pi BD} \left( 1 - \left(\frac{b}{D}\right)^2 \right)^{3/2}$$
(6)

En la figura 3a se ha representado el efecto del ancho de reparto sobre el valor de la tensión de tracción máxima en el centro del cilindro. Se incluyen los valores calculados a partir de (5) y (6) conjuntamente con los obtenidos a partir de un análisis numérico realizado mediante elementos finitos (MEF). Los valores de la máxima tensión de tracción disminuyen con el incremento del ancho de reparto. Debido a este comportamiento es de esperar que los valores de la tensión nominal de rotura obtenidos en los ensayos se incrementen a medida que el ancho de reparto aumente.



Fig. 3a. Variación de la tensión máxima de tracción en el centro del cilindro en función del ancho de reparto.

Como consecuencia del reparto de la carga en el apoyo se modifica también la distribución de las tensiones. La figura 3b muestra la variación de  $\sigma_x$ , calculada mediante elementos finitos, en el plano de simetría de la probeta para distintos valores del ancho de reparto Se puede observar que la región traccionada disminuye con el incremento del ancho de reparto.



Fig. 3b. Variación de  $\sigma_x$  sobre el plano de simetría del cilindro para distintos valores del ancho de reparto.

#### **3. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

Con el objeto de analizar el efecto del ancho de la zona de reparto y de la rigidez del material empleado en el apoyo de las probetas, se ensayaron cilindros de microhormigón de 75mm y 150mm de diámetro. Los anchos relativos de reparto variaron entre b/D=0.02 y b/D=0.16. Como materiales para el apoyo se emplearon madera blanda y acero. En la Tabla 1 se indican el número de probetas ensayadas para cada una de las variables estudiadas.

Probeta	D (mm)	Ароуо	b (mm)	número
ST150-M-24	150	Madera	24	5
ST150-M-12	150	Madera	12	5
ST150-M-6	150	Madera	6	5
ST150-M-3	150	Madera	3	5
ST75-M-12	75	Madera	12	5
ST75-M-6	75	Madera	6	5
ST75-M-3	75	Madera	3	5
ST150-A-20	150	Acero	20	5
ST150-A-10	150	Acero	10	5
ST150-A-3	150	Acero	3	5

 Tabla 1. Probetas ensayadas y condiciones de apoyo.

#### 3.1 Características del material y moldeo de probetas

Para la elaboración de las probetas se empleó un microhormigón de relación en peso agua/cemento 0.5 y relación árido/cemento 3, con un asiento medido en el cono de Abrams de 120 mm. La amasada se efectuó en una hormigonera de eje vertical de 100lts de capacidad nominal, empleándose los tiempos de mezclado recomendados por el American Concrete Institute. Los materiales utilizados fueron: cemento Portland de alta resistencia inicial similar al Tipo III s/ASTM y arena natural silícea de 5mm de tamaño máximo. La granulometría adoptada para el árido se ajustó a la recomendada por la norma ASTM C33. Dicho ajuste se logró mediante la combinación de cuatro diferentes fracciones de árido procedentes del mismo yacimiento.

Para la realización de los ensayos brasileños se moldearon probetas cilíndricas de  $\phi$ 75x150 mm y  $\phi$ 1,50x300 mm. Complementariamente se moldearon probetas cilíndricas de  $\phi$ 75x150 mm para determinar la resistencia a la compresión y el módulo de elasticidad y vigas prismáticas de 50x75x350 mm para la determinación de la energía de fractura. Todas las probetas se compactaron por vibración externa. Las probetas se desmoldaron a las 24 horas de su elaboración y fueron acondicionadas bajo agua hasta la edad de ensayo. En la Tabla 2 se indican las propiedades medidas. Para cada valor se indica la media y el intervalo de confianza al 95%.

Tahla	2	Pm	nied:	adec	del	micro	hom	nigán
1 010101	And a	110	pina	acevo	uvi	moro	LACISA	ingon.

Propiedad	Valor
Resistencia a la compresión (MPa)	38±2
Módulo de elasticidad (GPa)	30±3
Energía de fractura (N/m)	63±4

Para la medida del módulo de elasticidad y de la energía de fractura se siguieron las recomendaciones de las normas ASTM C469 y RILEM-TC50.

#### 3.3 Descripción de los ensayos

Para la ejecución de los ensayos se cortaron discos de  $45\pm2.5$  mm de espesor a partir de las probetas cilíndricas moldeadas. El corte se efectuó mediante una cortadora de disco diamantado de alta velocidad refrigerado con agua. Posteriormente los planos de corte fueron rectificados en una rectificadora de superficies planas.

En aquellas probetas donde el material de apoyo empleado en la zona de contacto fué acero, se realizó sobre las mismas un rectificado plano con la finalidad de facilitar un contacto regular entre la probeta y el apoyo.

Los ensayos se realizaron siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM C496. Para su ejecución se utilizó una máquina servohidráulica INSTRON 1275 equipada con una célula de carga de 1000kN y  $\pm$  1kN de precisión. La velocidad de ensayo fue constante para todas las probetas imponiéndose una velocidad de desplazamiento del pistón de 0.05 mm/minuto.

Todas las probetas fueron ensayadas en condiciones de humedad correspondientes al estado de saturación.

### **4. RESULTADOS Y ANALISIS**

En la Tabla 3 se indican los resultados de los ensayos brasileños para las distintas condiciones de apoyo. Se incluyen en la misma el valor de la tensión nominal de rotura, la desviación estándar y el coeficiente de variación de los resultados.

**Tabla 3.** Valores medios de la tensión nominal de rotura  $\sigma_{Nr}$ . Para cada valor se indica la desviación estandar (S) y el coeficiente de variación (C<sub>V</sub>).

Probeta	σ <sub>Nr</sub> (MPa)	S (MPa)	$C_{V}(\%)^{(1)}$
ST150-M-24	3.64	0.264	7.25
ST150-M-12	3.22	0.130	4.04
ST150-M-6	2.92	0.125	4.28
ST150-M-3	2.60	0.273	10.50
ST75-M-12	3.92	0.193	4.92
ST75-M-6	3.44	0.147	4.27
ST75-M-3	3.21	0.159	4.95
ST150-A-20	3.78	0.343	9.07
ST150-A-10	3.21	0.165	5.14
ST150-A-3	2.75	0.130	4.73

(1) Coeficiente de variación  $C_V = S/\sigma_{Nr}$ 

# 4.1 Efecto del ancho de reparto

En la figura 4a, se muestra la variación de la tensión nominal de rotura en función del ancho de reparto relativo b/D. Se incluyen los valores obtenidos sobre probetas de 75 y 150 mm de diámetro ensayadas con un mismo material de apoyo (madera). Como se puede apreciar existe un marcado efecto del ancho de reparto de la carga sobre los valores de la tensión nominal de rotura. Los valores disminuyen de manera significativa con la reducción del ancho de reparto.

En la figura 4b, se han representado los mismos valores en los cuales la tensión nominal de rotura se ha referido al valor correpondiente al obtenido con el ancho de reparto recomendado por la norma (b/D=0.16). Se puede observar que independientemente del tamaño de la probeta los valores se encuentran sobre una misma curva, con reducciones en la tensión nominal de rotura del orden del 30% para las probetas ensayadas con el menor ancho de reparto.



Fig. 4a. Tensión nominal de rotura en función del ancho de reparto para D=75 mm y D=150 mm.



Fig. 4b. Tensión nominal relativa de rotura en función del ancho de reparto para D=75 mm y D=150 mm.

Tomando un criterio de rotura basado en la tensión de tracción máxima obtenida mediante análisis elásticolineal, como propone la norma, se puede obtener una expresión para la variación de la tensión nominal de rotura con el ancho de reparto. Según la expresión (6) la máxima tensión de tracción en el cilindro es:

$$\sigma_{x} = \frac{2P}{\pi BD} \left( 1 - \left(\frac{b}{D}\right)^{2} \right)^{3/2}$$
(7)  
$$\sigma_{x} = \sigma_{N} \left( 1 - \left(\frac{b}{D}\right)^{2} \right)^{3/2}$$
(7)

Cuando se alcanza la carga de rotura  $\sigma_N = \sigma_{Nr}$  y la expresión anterior resulta:

$$f_{t} = \sigma_{Nr} \left( 1 - \left(\frac{b}{D}\right)^{2} \right)^{3/2}$$
(8)

donde ft es la resistencia a la tracción del material

La relación entre las tensiones nominales de rotura para dos diferentes anchos de reparto se puede deducir de la expresión anterior:

$$\frac{\sigma_{Nr1}}{\sigma_{Nr2}} = \left(\frac{1 - \left(\frac{b2}{D}\right)^2}{1 - \left(\frac{b1}{D}\right)^2}\right)^{3/2}$$
(9)

En la figura 5 se ha representado la expresión (7) conjuntamente con la curva obtenida a partir de los resultados experimentales. Para este caso se ha tomado como referencia el valor de  $\sigma_{Nr2}$  correspondiente al ancho de reparto relativo b/D=0.16.



Fig. 5. Variación teórica y experimental de la tensión nominal relativa de rotura con el ancho de reparto.

Como se ve en la figura los valores experimentales divergen fuertemente de los estimados a partir del criterio de rotura basado en la tensión de tracción máxima en condiciones elástico-lineales.

# 4.2 Efecto de la rigidez del material de apoyo

En la figura 6, se muestra la variación de la tensión nominal de rotura en función del ancho de reparto relativo b/D para los dos tipos de materiales empleados en el apoyo.

Aunque las rigideces de ambos materiales son marcadamente diferentes, las curvas obtenidas no muestran un efecto significativo de esta variable sobre la tensión nominal de rotura. Si bien la distribución elástica de las presiones de contacto en la zona de apoyo depende de la diferencia relativa de rigidez entre los materiales de la probeta y el apoyo, la pseudo plastificación generada por las altas tensiones en esta zona tiende a uniformar dichas presiones. De esta manera el efecto de la rigidez del material de apoyo, aunque pueda generar efectos locales en la zona de contacto, no produce cambios significativos en las condiciones tensionales de la zona central de la probeta donde se desarrollan los mecanismos principales de rotura [7].



Fig. 6. Efecto del material de apoyo sobre la variación de la tensión nominal de rotura con el ancho de reparto.

# 5. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos en este trabajo se desprenden las siguientes conclusiones:

El ancho de reparto de la carga en la zona de apoyo de la probeta tiene un efecto significativo sobre la tensión nominal de rotura obtenida en el ensayo. Esta tensión se reduce con la reducción del ancho de reparto. Aunque en este trabajo no se han realizado ensayos de tracción directa, es de esperar que en la medida que se reduce el ancho de reparto los valores de la tensión nominal de rotura del ensayo brasileño tiendan al valor de la resistencia a la tracción obtenida en el ensayo de tracción directa.

A partir de un criterio de rotura basado en la tensión de tracción máxima obtenida mediante análisis elásticolineal, como el adoptado por la norma ASTM C496 para la definición de la tensión nominal de rotura, no es posible justificar el comportamiento observado. Un análisis basado en la mecánica de la fractura debería ser el camino más adecuado.

Tomando como referencia los materiales empleados en esta experiencia, la rigidez del material de apoyo en la zona de reparto parece afectar de manera poco significativa al valor de la tensión nominal de rotura.

# **6. REFERENCIAS**

[1] ASTM C496-90, "Standar test method for splitting tensile strength of cylindrical concrete specimens".

[2] Jerome M. Raphael, "Tensile strength of concrete", ACI journal / March-April 1984, 158-165.

[3] Narrow, I., Ullberg, E., "Correlation between tensile splitting strength and flexural strength of concrete", Journal of the American Concrete Institute, january 1963, 27-37.

[4] Timoshenko, S. P. and Goodier, J. N., "Theory of elasticity", Mc Graw-Hill, New York, 1951.

[5] Wright, P. J. F., "Comments on an indirect tensile test on concrete cylinders", Magazine of Concrete Research, July 1955, 87-96.

[6] Tang, T., "Effects of load-distributed width on split tension of unnotched and notched cylindrical specimens", Journal of Testing and Evaluation, Vol22 Number 5, september 1994, 401-409.

[7] Chen, W.F, "Plasticity in reinforced concrete", Mc Graw-Hill, EEUU, 1982.

#### 7. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la DGICYT y a la CICYT la financiación de este trabajo a través de los proyectos PB 93-0031 y MAT-94-0120-C03.

# USE OF THE SPLITTING-TENSION TEST TO CHARACTERIZE THE TOUGHNESS OF FIBER-REINFORCED CONCRETE

### S. Carmona\*, R. Gettu, C. Hurtado and M.A. Martín

# Structural Technology Laboratory, Department of Construction Engineering, Universitat Politècnica de Catalunya, ETSECCPB, c/ Gran Capitán s/n, 08034 Barcelona

Abstract. The paper presents the modifications made in the conventional Brazilian splitting-tension test and the utilization of closed-loop control for obtaining a stable post-peak response. On the basis of tests conducted on high strength concrete with hooked steel fibers, a method is proposed for quantifying the toughness of fiber concretes. Preliminary results are compared to those obtained from bending tests.

**Resumen.** Este artículo presenta algunas modificaciones hechas en el ensayo convencional de tracción por hendimiento o Brasileño y la utilización de un sistema de control de lazo cerrado para obtener una respuesta post-pico estable. En base a ensayos realizados con hormigón de alta resistencia con fibras de acero, se propone un método para cuantificar la tenacidad de hormigones con fibras. Los resultados son comparados con los obtenidos previamente de ensayos de flexión.

#### **1. INTRODUCTION**

The incorporation of fibers in concrete enhances its performance during failure and, in general, under conditions that provoke cracking. Fibers, especially steef and other metallic fibers, increase the resistance against cracking and the ductility of the concrete. One important application is in high strength silica fume concretes that are characteristically more brittle than normal concrete and are, therefore, prone to catastrophic failure.

The effectiveness of the fibers in increasing the ductility of the concrete is usually represented by an engineering measure of the energy dissipation capacity during failure. This experimental measure [1] is called the toughness of fiber reinforced concrete (FRC), and is not equivalent to the fracture toughness or fracture energy.

The present work describes the use of the splitting test for determining the toughness of FRC. Preliminary results from tests of silica fume concrete reinforced with high strength steel fibers are given.

#### 2. THE SPLITTING-TENSION TEST

The Brazilian splitting or the indirect tension test is a popular method of characterizing the tensile strength of concrete. This is mainly due to the fact that the cylinder is a commonly and routinely fabricated specimen. Moreover, the testing procedure is quite simple, and has been specified in several recommendations and standards (e.g., ASTM C 496 [2], RILEM CPC6 [3] and UNE 83-806-85 [4]). In general, a cylinder or disc is subjected to compressive loading along a diametrical plane. The load is applied with 15-25 mm wide strips of cardboard or wood between the specimen and the plattens, under load control. The test terminates at the peak load, which is recorded and used to calculate the maximum tensile stress (assuming line loads and a uniform distribution of tensile stresses).

It should be noted that the strength obtained from the splitting test depends on the diameter of the specimen [5, 6]. However, the use of a standard diameter, such as 150 mm, circumvents this problem, as in compression tests. The resulting strength is not necessarily a material property

\*On leave from the Dep. Obras Civiles, Univ. Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Chile.
but, nevertheless, a reliable value that can be used for comparison and design.

The conventional splitting test is, however, not very objective for FRC. Crushing due to the concentrated compressive loads and the large deformations across the crack normally lead to the progressive increase in the contact area between the platten and the specimen. Consequently, the load continues to increase even after the cracking of the matrix and after the crack has completely developed. Therefore, the tensile strength cannot be obtained without modifying the test configuration. Another motivation for altering the methodology is for obtaining the post-peak load-displacement response that is required for quantifying the toughness (as discussed later).

Some researchers have used the split cylinder test for determining the toughness of FRC. Nanni [7] conducted tests on 101×114 mm disks of nine steel-FRCs, under displacement control. The diametrical deformation perpendicular to the crack plane was measured at the middle with two extensometers. The load-deformation curve was used to compute toughness indices defined by ASTM Standard C-1018 [8]. All the indices could not be obtained since some of the FRC specimens and the plain concrete specimens failed suddenly. Similar tests were conducted later [9] on more than 34 steel- and synthetic-FRCs. In the second work 102×203 mm cylinders were tested along with conventional beams and cubes under splitting tension. He concluded that the post-cracking response could not represent the effect of the fibers satisfactorily. Cho et al. [10] performed splitting tests on 76×152 mm cylinders of at least 4 steel- and polypropylene-FRCs. In their tests, the average diametrical deformation was measured and used as the control parameter. Load-deformation curves and toughness indices were obtained, and compared with results from companion flexural and uniaxial fracture tests. They concluded that the state of stress, especially in the vicinity of the loading, does not allow fiber-dominated post-cracking response.

It should be noted that in above-mentioned tests the load-deformation curves of the FRCs exhibit elastic-plastic behavior instead of softening. Moreover, it appears that tests of plain concrete end in sudden failure at the peak load. Therefore, better systems of load application and control are needed for obtaining the localization of damage along the fracture plane and softening-type response in both FRC and plain concretes.

## **3. PROPOSED TEST METHOD**

The diameter of the test specimen is chosen as 150 mm so that the standard cylinder may be utilized. The length is to be between three and five times the fiber length or the maximum aggregate size, whichever is larger. This ensures a representative specimen volume and minimizes wall effects. The length is restricted in order to reduce asymmetries in the loading and crack propagation. The specimen may be cut from the standard cylinder or cast.

The loading setup is modified to avoid the increase in contact area during the test. Two 25 mm wide steel bars are placed between the loading plattens and the specimen so that the contact width is always constant. Strips of wood or cardboard are used, as in the conventional test, to accommodate surface imperfections. The loading platten is free to rotate until matrix cracking occurs and fixed later to avoid asymmetric crack propagation.

As in other fracture tests, the most critical deformation of the specimen subjected to splitting is the crack opening. By using this deformation as the control parameter in a closed-loop feedback-controlled environment, stable postcracking response can be obtained. This also reduces rate effects due to sudden failure under load and displacement control, especially in tests of plain concrete. The load and crack opening are monitored electronically so that a continuous record of the specimen behavior is obtained. Note that the extensometer for measuring the crack opening is placed across the loading plane, preferably in the center. It is ensured that the crack occurs within the gage length of the extensometer by making it greater than the fiber length and the maximum aggregate size. However, the smallest possible gage length is used to maximize the sensibility of the control parameter.

#### 4. MATERIALS STUDIED

All the concretes studied had the proportions, by weight, of cement:sand:gravel:microsilica as 1:1.32:2.2:0.1. The cement type used was the Spanish I-45A, and the sand and gravel were crushed limestone. The microsilica was a commercial silica fume slurry. The fibers incorporated in the concrete were collated hooked DRAMIX® ZC 30/.50 steel fibers (with length = 30 mm, diameter = 0.5 mm, tensile strength = 2000 MPa and maximum elongation = 0.8-1.0%). Other properties of the three concretes are given in Table 1, where Vf is the approximate fiber volume fraction. The concrete was prepared with a conventional paddle mixer of 250 liter capacity. The cylinders were cast in three layers and compacted manually.

Table 1. Material characteristics

Concrete	Vf (%)	Water/c ement ratio	Super- plasticizer (lit./cu.m.)	Air content (%)	21-day compr. strength (MPa)
HSC-0.0	0.0	0.32	8	3	73±4
HSC-0.5	0.5	0.31	15	4	66±1
HSC-1.0	1.0	0.34	20	7	64±2

## 5. EXPERIMENTAL DETAILS AND RESULTS

For the splitting tests, 100 mm wide discs were cut from standard cylinders using a diamond band saw. The ends of the 300 mm long cylinders were discarded to reduce boundary effects. The test setup is described in Figure 1. Compacted cardboard sheets were placed between the plattens and the specimen. The tests were conducted in a digital servo-hydraulic INSTRON 8505 system. An INSTRON clip gage was mounted on one of the flat ends of the specimen, along a diameter perpendicular to the loading plane. It was fixed between two knife edges glued about 65 mm apart. The deformation measured by this extensometer was used as the control parameter and was increased at a constant rate of 0.5  $\mu$ m/s. The test data were recorded initially at a frequency of 3 seconds/point and after about 5 minutes at the rate of 1 minute/point. The tests were performed at the age of approximately 6 months during which time the specimens were kept in a fog room.







(1995)

Fig. 2a. Typical load-COD curves



Fig. 2b. Enlarged view of initial load-COD response

The deformation across the crack plane was taken to be the crack opening displacement (COD). It should be noted that before matrix cracking occurs, this deformation corresponds to that of the zone covered by the gage. After cracking, the uncracked zone will unload and the crack will open gradually. Therefore, the deformation measured will depend on the gage length and should be used only for purposes of comparison until and unless it is standardized.

The three concretes exhibited stable behavior in the preand post-cracking regimes. However, it was observed that the errors in positioning the specimen or the loading bars produced instability and loss of control at the peak. It was concluded that the test method is highly sensitive to setting up and positioning errors. Also, the control system has to be properly tuned in order to provide a stable transition from the uncracked (pre-peak) stage to the cracked (post-peak) stage.

In the tests of HSC-0.0, a single crack was observed, accompanied sometimes by the formation of a thin wedge below the loading strips. In the FRCs, a band of cracks were observed along the crack plane whose width increased gradually at the edges. Typical load-COD curves obtained in the tests are given in Figures 2a and 2b. It can be seen that the plain concrete (HSC-0.0) exhibits an initially linear response with some pre-peak nonlinearity. There is a postpeak descent in the curve until a COD of about 100 µm after which the load is carried by the broken halves of the cylinder under compression. The pre-peak responses of the FRCs are similar to that of HSC-0.0 demonstrating that this regime is dominated by the matrix for low fibers volumefractions. The enhancement of the post-peak response due to the addition of fibers is quite obvious. After a drop in load just after the peak, both FRCs exhibit hardening-type behavior. At a COD of about 400 µm, the load carrying capacity of HSC-0.0 is reduced to about 50% of the maximum while HSC-0.5 carries almost 100% and HSC-1.0 about 180% of the first-peak load. Both FRCs reach a second peak at a COD of about 500 µm, more than 50 times their first-peak COD and peak COD of the plain concrete. This clearly shows the advantage of incorporating steel fibers in high strength concrete. The average loads and CODs at first-cracking, first-peak and maximum load are given in Table 2. Note that the first-cracking values are obtained graphically and are obviously subjective.

rapie 2. rest results	Ta	able	2.	Test	results
-----------------------	----	------	----	------	---------

Concrete	First-crack		First-peak		Max. load	
	Load (kN)	COD (µm)	Load (kN)	COD (µm)	Load (kN)	COD (µm)
HSC-0.0	70.1	9	97.1	16	97.1	16
HSC-0.5	73.9	10	87.7	17	145.1	454
HSC-1.0	96.1	10	116.8	13	196.0	482

#### 6. TOUGHNESS MEASURES

The toughness of FRC is conventionally defined in terms of the load-deflection response of a beam under four-point bending. As shown previously by several researchers, this procedure leads to erroneous results [e.g., 1]. One approach that has been suggested is the use of the load-COD behavior of three-point bend single-edge notched beams [e.g., 1, 11, 12]. The methodology is extended here to the load-COD response under splitting-tension. Two types of toughness measures are defined following the work of Jamet et al. [12] on beams: one is the absolute area of the load-COD curve until a certain COD and the other is an index derived by normalizing the area by the area corresponding to the matrix-dominated response.

#### 6.1. Toughness based on absolute area of load-COD curve

Jamet et al. [12] defined a toughness measure, inspired by that of the JCI Standard [13], that is the area under the load-COD curve of a three-point bend fracture specimen until a prescribed COD limit. This limit is a multiple of a characteristic specimen dimension. This work extends that toughness measure  $T_n^A$  to the load-COD curve of the splitting specimen, where the COD limit for the area is defined as d/n, d is the cylinder diameter and n takes prescribed values, say, 2000, 1000, 500 and 250. For example, for d = 150 mm and n = 500,  $T_n^4$  is the area under the curve until a COD value of 300 µm. The different values of  $T_n^4$  for the three concretes are given in Table 3. Note that the area under the entire load-COD curve is related to the fracture energy of the concrete but its direct utilization is not practical for FRC since it would require long test durations and complex testing systems.

The values of the toughness in Table 3 clearly reflect the effect of the fibers;  $T_n^A$  increases with an increase in Vf and with an increase in the COD limit d/n.

Concrete	$T_n^{\prime}(\mathbf{N-m})$						
	n = 2000	<i>n</i> = 1000	<i>n</i> = 500	n = 250			
HSC-0.0	4.1	7.1	12.9	22.4			
HSC-0.5	5.2	12.6	31.7	66.6			
HSC-1.0	5.8	15.1	40.0	97.8			

**Table 3.** Toughness based on absolute area,  $T_n^A$ 

#### 6.2. Toughness indices

The advantage of toughness indices such as those recommended in the ASTM Standard C-1018 [8] is that they are dimensionless measures which quantify the enhancement of, the response relative to that of the matrix. Bryars et al. [11, 14] defined similar indices based on the load-COD response of three-point bend fracture specimens.

Such indices were also used by Jamet et al. [12] whose work is extended here to the splitting specimen. The first index, denoted as  $T_m^c$ , is defined as the area under the load-COD curve until the COD limit of  $m\delta_c$  divided by the area until the first-cracking, where the COD at first-cracking is  $\delta_c$  and m is a prescribed multiple equal to, say, 5, 10 or 25. The second is a similar index, denoted as  $T_m^p$ , is defined as the area of the load-COD until the COD limit of  $m\delta_p$ divided by the area until the first-peak, where the COD at first-peak is  $\delta_p$  and m is a prescribed multiple equal to, say, 5, 10 or 25. The values of these two indices are presented in Table 4.

Table 4. Toughness indices

Concrete	$T^{c}_{m}$			$T^{p}_{m}$		
	m=5	m=10	<i>m≈25</i>	<i>m=5</i>	m=10	m=25
HSC-0.0	7.0	12.8	31.0	4.8	8.4	18.0
HSC-0.5	8.9	19.6	65.5	6.7	16.1	52.0
HSC-1.0	7.3	15.8	63.0	5.9	15.0	55.0

It can be seen that both the first-crack and first-peak indices reflect the improvement in the ductility due to addition of fibers, especially at larger values of m. This agrees with the shape of the load-deformation curves and the trends seen for  $T_n^4$ . However, these indices do not distinguish between the two FRCs, implying that the increase in the ductility is proportional to the matrix dominated response.

For comparing with the results of notched beam tests, the data of Jamet et al. [12] for two of the concretes treated here are given in Table 5. The trends are quite similar to those seen in Table 4 suggesting that results from tests on cylinders can be correlated to those from tests on notched beams.

Table 5. Results of notched beam tests

Concretes	Т	c m	$T^{p}_{m}$		
	<i>m</i> = 5	m = 10	<i>m</i> = 5	m = 10	
HSC-0.0	5.8	11.4	3.9	4.3	
HSC-0.5	9.4	19.5	6.3	13.6	

#### 7. CONCLUSIONS

1. The split-cylinder test can be controlled in a stable manner, in the post-peak regime, by slightly modifying the experimental procedure and by using a closed-loop testing system. Stable tests have been conducted on plain and fiber reinforced concretes by restricting the (1995)

2. The post-cracking response under splitting-tension is used to quantify the toughness of high-strength silica fume FRC. Toughness measures that were defined previously on the basis of notched beam tests are extended to the split cylinder test. The trends reflect the enhancement of the ductility due to the addition of steel fibers. The proposed approach seems promising and can be developed into a rational fracture based method through further study.

#### Acknowledgements

Partial support from Spanish DGICYT grants PB90-0598 (P.I.: I.Carol) and MAT93-0293 (P.I.: A.Aguado) are gratefully appreciated. The stay of S. Carmona at the UPC is supported by the Instituto de Cooperación Iberoamericano and the Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, Chile.

# REFERENCES

- [1] Gopalaratnam, V.S. and Gettu, R., "On the Characterization of Flexural Toughness in FRC", Proceedings, Workshop on Fiber Reinforced Cement and Concrete (Sheffield; Eds. Swamy, R.N. and Ramakrishnan, V.) pp. 161-180, University of Sheffield, U.K., 1994; also Int. J. Cem. Concr. Composites, in press.
- [2] ASTM "Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimen" ASTM C 496-90, ASTM Annual Book of Standards, 04.02, ASTM Philadelphia, USA, pp. 269-272, 1992.
- [3] RILEM, "Tension Splitting of Concrete Specimen" CPC6, 1975, Rilem Technical Recommendation for the Testing and Use of Construction Mate rials, pp. 21-22, E & FN Spon, London, 1994.
- [4] AENOR, "Ensayos de Hormigón Rotura por Tracción Indirecta (Ensayo Brasileño)", UNE 83- 36-85, Instituto Español de Normalización, Madrid, 1991 (in Spanish).
- [5] Bazant, Z.P., Kazemi, M.T., Hasegawa, T. and Mazars, J., "Size Effect in Brazilian Split-cylinder Test: Measurement and Analysis", ACI Material Journal, 88, pp. 325-332, 1991.
- [6] Tang, T., Shah, S.P. and Ouyang, C., "Fracture Mechanics and Size Effect of Concrete in Tension", ASCE Journal of Structural Engineering, 118, pp. 3169-3185 (1992).

- [7] Nanni, A., "Splitting -Tension Test for Fiber Reinforced Concrete", ACI Material Journal, 85, pp. 229-233 (1988).
- [8] ASTM "Standard Test Method for Flexural Toughness of Fiber Reinforced Concrete (Using Beam With Third-Point Loading" ASTM C-1018 92, ASTM Annual Book of Standards", 04.02, ASTM Philadelphia, USA, pp. 510-516, 1992.
- [9] Nanni, A., "Pseudoductility of Fiber Reinforced Concrete", ASCE Journal of Structural Engineering, 117, pp 78-79 (1991).
- [10] Cho, B., El-Shakra, Z. and Gopalaratnam, V.S., "Failure of FRC in Direct and Indirect Tensile Test Configuration", Proceedings of Fatigue and Fracture Steel and Concrete Structures (Madras; Eds. Madhava Rao, A.G. and Appa Rao, T.V.S.R.) pp. 587-601, Oxford & IBH Publ., New Delhi, India, 1992.
- [11] Bryars, L., Gettu, R., Barr, B. and Ariño, A., "Size Effect in the Fracture of Fiber-Reinforced High Strength Concrete", Proceedings of Europe-U.S. Workshop on Fracture and Damage in Quasibrittle Structures (Prague; Eds. Bazant, Z.P., Bittnar, Z., Jirásek, M. and Mazars, J.), pp. 319-326, E & FN Spon, 1994.
- [12] Jamet, D., Gettu, R., Gopalaratnam, V.S. and Aguado, A., "Toughness of Fiber-Reinforced High-Strength Concrete", to be presented in the technical session "Testing of Fiber Reinforced Concrete", ACI Convention, March 1995.
- [13] JCI, "Method of Test for Flexural Strength and Flexural Toughness of Fiber Reinforced Concrete", JCI Standard SF-4, Japan Concrete Institute Standard for Test Methods of Fiber Reinforced Concrete, Tokyo, Japan, pp. 45-51, June 1984.
- [14] Bryars, L., Gettu, R., Barr, B. and Aguado, A., "Influence of a Low Volume of the Steel Fibers on Fracture of Silica Fume Concrete", Anales del 11° Encuentro del Grupo Español de Fractura, CEIT, San Sebastián, 11, 318-325, 1994.

## Single crystal $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fibers obtained by the Self-Propagating High Temperature Synthesis method

M. A. Rodríguez, N. S. Makhonin, J. A. Escriña, I. P. Borovinskaya, S.H.S. España, Paracuellos del Jarama, Sta. Barbara, Madrid

M. I. Osendi, M. F. Barba, J.E. Iglesias\* and J. S. Moya. Instituto de Cerámica y Vidrio, C.S.I.C. Arganda del Rey, Madrid \*Instituto de Ciencia de Materiales, C.S.I.C, Madrid

**Resumen**. En el presente trabajo se reporta la obtención de fibras monocristalinas de  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> de varios mm de longitud mediante la técnica de síntesis autopropagada de alta temperatura (SHS). Las fibras obtenidas muestran una dirección preferencial de crecimiento, tienen elevada pureza y son estables a alta temperatura. Se discute brevemente el posible mecanismo de crecimiento de estas fibras.

Abstract. The synthesis of monocrystallines  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fibers by the SHS method is described. Fibers obtained by this route show high purity, are stable at high temperature and grow along a preferential crystallographic axis. The grow mechanism for this fibers is not a VLS and the possible grow mechanism is discussed.

#### **1. INTRODUCTION**

The development of high strength ceramic fibers stable at high temperature is a basic requirement for the progress of metal matrix composites (MMC) and ceramic matrix composites (CMC) [1, 2].

SiC whiskers have been the most studied and employed for the fabrication of composites in the last decade [3]. Nevertheless  $Si_3N_4$  fibers show outstanding properties such as its tensile strength (30-50 GPa), the highest reported to date [4].

Nowadays, crystalline  $Si_3N_4$  fibers are synthesised by three basic methods:(i) nitruration of silicon powders by a nitriding gas [5], usually  $N_2/H_2$ mixtures or ammonia; (ii) catalyzed reaction between silicon hydrides and ammonia [4,6] and (iii) carbothermal reduction of SiO<sub>2</sub> by the same gases [7, 8]. Mixtures of SiO<sub>2</sub> + Si have been also used as reacting powders [9].

The temperatures at which these fibers are grown by the mentioned methods vary between  $1300^{\circ}$ C and the melting point of Si (1412°C). In these conditions the  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> is the stable phase, and hence this crystalline form has been the one developed. The morphology and properties of the fibers/whiskers obtained by these methods depend on (a) the substrate employed to grow the fibers [7] and (b) the type of catalyst or nucleating agents that favour the whisker growth [4, 8]. Very often metallic impurities, specially Fe, are used to harvest the whiskers which originate fiber growth by the so called VLS method [2, 9]. In this case a droplet is often observed microscopically at the tip of the fibers, in which the impurities (mainly Fe) concentrate [4, 6, 9].

In the present investigation, the obtention of high purity single crystalline  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fibers by Self-Propagating High Temperature Synthesis (SHS) method [10] is described.

# 2. SYNTHESIS OF THE FIBERS

The synthesis was performed in a pressurised water cooled cylindrical stainless steel reactor vessel 1 m in length and 301 capacity. A homogeneous mixture of silicon powder (>99.6 wt% purity, Al<0.1 wt%, Fe<0.05 wt%) of 6 mm average particle size, a small amount (1-3 wt%) of ammonium fluoride NH4F (99.99 wt% purity) and 5 wt%  $\beta$ - Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> powder with » 4 mm particle size was placed lengthwise in the reactor and it was subsequently pumped with N<sub>2</sub> (99.95% purity) up to a pressure of 100 atm. The ignition was initiated by a tungsten electrical resistance producing a reaction wave with temperature above 1600°C at its front. The temperature was monitored by a battery of W-Re thermocouples located along the reaction mixture. The reaction was completed after 30 minutes, and the reactor was then cooled in about 20 minútes.



Fig. 1 XRD patterns corresponding to (a) random powder obtained from fibers; (b) oriented fibers (c) calculated  $\beta$ - Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> pattern according to structural data reported by Grün [11]; and (d) calculated powder with a preferrential orientation after March's method [12].



Fig. 2 .-SEM micrograph and corresponding EDS the spectrum of the  $\beta$ - Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fibers.



Fig. 3 TEM micrograph of a  $\beta$ - Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fiber and corresponding SAD pattern.

## 3. RESULTS AND DISCUSSION

The reaction product was a mixture of fibers (60 wt%) and powder of  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. The fibers were white and had a wool-like appearance. These were analysed by ICP-AES, oxygen detector (LECO), X-ray diffraction, SEM-EDS, and TEM. The main impurities detected were the following (in wt%): O<sub>2</sub>, 0.8; Fe, 0.01; Ti, 0.001; Mg, 0.002; Ca, 0.003.

In figure 1 the x-ray diffraction patterns corresponding to a random powder obtained after grinding the fibers down to 10 mm and that corresponding to oriented fibers are shown. The latter one was obtained by dispersion of the woollike fibers in isopropanol with an ultrasonic device and subsequently drying a few drops of the suspension in a glass sample holder. After this, the fibers were observed by optical microscopy to confirm that most of them were lying on the plane of the sample holder.

The  $\beta$ - Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> calculated patterns of figure 1 are based on space group  $P6_{3_7}$ 

a = 0.7595 nm, c = 0.2902 nm, Z = 2, and the structural data reported by Grün [11]. It can be seen that the pattern of the random powder is adequately matched by calculation. For the oriented sample, a powder pattern calculation with prefered orientation was carried out after the method of March, as reported by Dollase [12]; in this method the density of poles of reflection hkl at the scattering vector is given by  $(r^2 \cos^2 a + r^2)$  $(\sin^2 a)^{-3/2}$ , where r is a measure of the degree of preferred orientation, and a the angle between both directions. A good agreement with the observed data is found if a platy habit is assumed for the crystallites, with a\* parallel to the diffraction vector, and r = 0.45. This result implies that the fiber axis of elongation is normal to a\*.

Figure 2 shows the SEM micrograph and EDS spectrum of the fibers. As can be observed these have a ribbon-like shape. The thickness ranges from 0.5 to 1 mm and lengths ranging between 0.1 and 10 mm.

According to the EDS spectrum only Si was detected. After careful analysis of different fiber samples by SEM it can be stated that no droplets exist at the tip of the SHS fibres, as in those obtained by the VLS method [2, 4, 6, 9].

Figure 3 shows the TEM micrograph of the fibers as well as the corresponding selected area electron diffraction pattern. This pattern clearly shows the single crystalline nature of the SHS  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fibers, and that the fiber axis is close to the [001] direction. From this and the XRD data (Fig. 1) it can be concluded that the fiber axis is indeed [001].

Although the actual growth mechanism is not completely understood yet, the absence of droplets at the tip of the fibers suggest that once a nucleus of b-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> is formed in the molten silicon the fibers probably grow through a vapour-solid mechanism in which the additive NH<sub>4</sub>F plays an important role, according to the following reaction sequence:

$$NH_4F \Rightarrow FH + NH_3 \quad (1)$$

$$NH_3$$

$$3Si_g + 2N_2 \Rightarrow Si_3N_4 \quad (2)$$

The low metallic content of the SHS fibers make them particularly attractive to produce CMC and MMC. Metallic impurities are detrimental for high temperature applications because of the formation of low melting point phases and/or decompositon of the matrix [13].

#### 4. CONCLUSIONS

In summary the data reported in the present investigation show that growth of single crystal *b*-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fibers [001] elongated, several milimeters long, is feasible by the SHS method. The main advantages of this process are: (i) high purity of the fibers that do not show concentration of metallic impurities; (ii) the crystalline phase  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> is stable at temperatures above 1400°C [14], in fact, this fiber can be used in conditions up to 2000°C without any crystallographic transformation taking place; (iii) the SHS method is economically appealing due to its low cost.

# Acknowledgements

The authors thank A. P. Tomsia, J. Bermudo and F. Güitián for experimental assistance. This work has been supported with Spanish public funds trough MINER (project n.1223/94) and CDT I and by the following corporations: TGI, United Technologies, ENSB and ISMAN.

#### 5. REFERENCES

[1] T. M. Clyne, M. G. Bader, G. R. Caplleman, P. A. Hubert, J. Mat. Sci. 1985, 20, 85.

[2] T. F. Cooke, J. Amer. Ceram. Soc. 1991, 74, 2959.

[3] K. Okamura, M. Sato, T. Matsuzawa, T. Seguchi, S. Kawanishi, Ceram. Eng. Sci. Proc. **1988**, 9, 909.

[4] K. Hüttinger, P. Pieschnick, Adv. Mater. 1994, 6, 62.

[5] P. S. Gopalakrishnan, P. S. Laksminarasimham, J. Mater. Sci. Lett. **1993**, 12, 1422.

[6] P. F. Becher, G.C. Wei, J. Amer. Ceram. Soc. 1984, 67, C-267.

[7] D. Gray, A. Hendry, J. Eur. Ceram. Soc. 1992, 10, 75.

[8] U. Vogt, H. Hofmann, V. Krämer, Key Eng. Mat. **1994**, 89-91, 29.

[9] M. Wang, H. Wada, J. Mater. Sci. 1990, 25, 1690.

[10] A. G. Merzhanov, I. P. Borovinskaya, Doklo. Akad. Nauk. SSSR (Chem) 1972, 204, 429.

[11] R. Grün, Acta Cryst. 1979, B35, 800.

[12] W.A. Dollase, J. Appl. Cryst. 1986, 19, 267.

[13] M. I. Osendi, J. S. Moya, Ceram. Eng. Sci. Proc. **1987**, 7-8, 693.

[14] D. P. Thompson, Materials Science Forum 1989, 47, 21

# MATERIALES CERAMICOS LAMINADOS DE Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) CON FUNCION GRADIENTE

S. Mello Castanho<sup>1</sup>, J.S. Moya

Instituto de Cerámica y Vidrio - CSIC 28500 Arganda del Rey - Madrid

**Resumen.** Se han obtenido un material con función gradiente  $Si_3N_4(Al_2O_3)-Si_3N_4(Y_2O_3)$  dopado con  $ZrO_2$ , mediante prensado uniaxial-secuencial/isostatico y sinterización a 1750°C/2h en atmósfera de  $N_2$ . Se ha estudiado la microestructura, los perfiles de difusión del Al e Y, la variación de la porosidad y las fases presentes en los bordes de granos mediante DRX, MO, MEB-WDS y MET-EDS. Se ha puesto de manifiesto el efecto del dopado de  $ZrO_2$  sobre la viscosidad de la fase liquida y su influencia en lo proceso de devitrificación.

Abstract. A Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ZrO<sub>2</sub> doped FGM compact has been obtained by sequential axial pressing/CIP and pressureless sintered at 1750°C/2h in N<sub>2</sub> atmosphere. The microstructure, Al, Y line profiles, porosity and grain boundary phases has been studied by XRD, OM, SEM-WDS, TEM-EDS. The results clearly show the effect of  $ZrO_2$ -doping on glassy phase viscosity y devitrification process.

# 1. INTRODUCCIÓN

El desarollo de cerámicos basados en nitruro de silicio es de considerable interese tecnológico debido a la combinación única de sus propiedades químicas, físicas y mecánicas que los incluyen en una importante clase de materiales para aplicaciones estructurales a temperaturas elevadas[1]. Como el Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> es un compuesto con enlaces covalentes, tienen un coeficiente de difusión muy bajo y en consecuencia es muy difícil sinterizarlo hasta su máxima densidad [2-3]. En este contexto, son necesarios aditivos para la formación de una fase líquida a la temperatura de sinterización que facilite la densificación total del compacto.

Los aditivos oxídicos o la combinación de ellos, como MgO [3-8], Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>[9-10], ZrO<sub>2</sub> [14-15], Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>[11] y otros óxidos de tierras raras [5-12], son los más utilizados para promover la densificación durante los procesos de sinterización.

En general, en los procesos de sinterización sin presión del  $Si_3N_4$ , los aditivos permanecen en los bordes de granos como fase vítrea lo que puede condicionar las propiedades a altas temperaturas tales como su resistencia a la fractura y la oxidación.

Los óxidos de aluminio y de ytrio son generalmente utilizados como aditivos para la sinterización de compuestos basados en  $Si_3N_4$ . Por otra parte, estudios recientes han apuntado que la presencia del  $ZrO_2$  conjuntamente con la alumina y/o con la ytria enaltece el proceso de devitrificación de la fase líquida remanente en los bordes de grano.

En este trabajo se pretende estudiar el efecto de estos aditivos en un compacto laminado con función gradiente  $(Si_3N_4/Al_2O_3-Si_3N_4/Y_2O_3)$  dopado con ZrO<sub>2</sub>.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Dirección permanente IPEN-CNEN/SP CP05422-970 Sao Paulo, Brasil.

# 2. EXPERIMENTAL

Para el desarrollo del presente estudio se ha utilizado el  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (LC-12SX, H.C. Starck, Alemania), que presenta como principales impurezas C (1800 ppm), Fe (54 ppm) y Al (45 ppm); un tamaño medio de las partículas de 0,46  $\mu$ m; con superficie específica de 18 m<sup>2</sup>/g y un contenido de oxígeno de 1,75%. El polvo de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilizado (Condea, Alemania), presenta una pureza superior a 99,99%, tamaño medio de las partículas 0,4 $\mu$ m y superficie específica de 9,5 m<sup>2</sup>/g. El polvo de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Mandoval, UK) presenta una pureza mayor que 99,99%, tamaño medio de partícula igual a 3,5 $\mu$ m y superficie específica de 6,9 m<sup>2</sup>/g.

Se han preparado dos composiciones: a)  $Si_3N_4 \text{ con } 5\%$  de  $Al_2O_3$  (SNA) y b)  $Si_3N_4 \text{ con } 5\%$  de  $Y_2O_3$  (SNY).

La incorporación de la circona como dopante a las mezclas se ha llevado a cabo durante la etapa de mezclado del Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> con cada uno de los aditivos utilizados en este estudio. La mezcla de las composiciones estudiadas se ha realizado en alcohol isopropílico utilizándose un molino de atrición revestido con teflon y con bolas de Mg-PSZ (1-2 mm de diámetro) durante 2 horas. Después de secado tamizado (<60  $(80^{\circ}C/12h)$ μm). у ambas composiciones fueran secuencialmente conformadas por prensado uniaxial en forma de pastillas cilíndricas con 20 mm de diámetro, de forma que las dos composiciones se encuentran separadas por un plano. Una vez conformado, el par SNA/SNY ha sido sometido a un posterior prensado isostático (200 MPa). La sinterización ha sido llevada a cabo introduciendo las pastillas en un crisol de BN y protegiéndolas de la oxidación con un lecho de polvo de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> y atmósfera de nitrógeno. La temperatura de sinterización fue de 1750°C por un tiempo de 2 horas. Después de sinterizadas algunas muestras fueran recocidas a 1300°C por 48 horas en un flujo de N<sub>2</sub>.

Se ha observado la microestructura de las muestras en secciones transversales con pulido especular por microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido(MEB y WDS) y de transmisión (MET y EDS).

Las diferentes fases han sido determinadas "in situ" mediante análisis de difracción de rayos-X en superficies paralelas y a diferentes distancias de la interfase del par SNA/SNY. Las muestras fueron secuencialmente desbastadas a partir de la superficie SNA y los difractogramas se obtuvieron sobre cada superficie ya desbastada.

# 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los análisis químicos de las composiciones SNA y SNY han puesto de manifiesto que el contenido de  $ZrO_2$  es respectivamente de 1,27 y 1,21%.

En la Figura 1 se presenta la migrografía obtenida por microscopía óptica (MO) de la sección transversal pulida del par SNA/SNY, donde se observa claramente la variación de la porosidad en función de la composición. La región más densa es la que corresponde a la composición inicial SNA. En este sistema, la interfase se presenta como una perfecta unión entre las dos capas con composicion gradiente. Como se observa en la Figura 1b, el contenido del Al se mantiene prácticamente constante a lo largo de la región SNA, disminuyendo de forma drástica a medida que se penetra en la región SNY, llegando a un valor insignificante (<0,04%) en 200  $\mu$ m. Por el contrario el contenido del ytrio varia desde de la superficie SNY, difundiéndose a través de la interfase hasta una distancia del orden de 600  $\mu$ m en la región correspondiente a SNA.

La difusión de estos aditivos durante la sinterización está directamente relacionada con la composición y viscosidad de la fase liquida formada. Lo que nos indica que la viscosidad de la fase liquida en la región SNA es menor que la que aparece en la región SNY.

En la figura 2 se presentan los difractogramas obtenidos a diferentes profundidades a partir la superficie SNA. Se observa la presencia de la fase cristalina secundaria  $Si_2N_2O$  que disminuye a medida que nos aproximamos de la interfase desde la capa SNA. A partir de 1000µm la única fase cristalina secundaria observada es el circonato de ytrio (Y<sub>3</sub>Zr<sub>4</sub>O<sub>12</sub>). A partir de la interfase (≈ 1600µm de la superficie SNA), además del Y<sub>3</sub>Zr<sub>4</sub>O<sub>12</sub> también son identificados los picos correspondientes al silicato de ytrio (Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>).

Los microanálisis llevados a cabo por TEM-EDX correspondiente a las fases presentes en los bordes de granos a ambos lados de la interfase se exponen en la Tabla I. Se observa que la presencia del circonio esta siempre asociada a una estructura cristalina. Por otra parte el aluminio esta siempre asociado a fases amorfas.

Las micrografias obtenidas por TEM a  $1000\mu m$  de la superficie SNA se muestran en la Figura 3. Se observa que los granos de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> son básicamente equiaxiáles con un diámetro medio de  $0,5\mu m$  y con muy pocos granos alargados. En esta región se observó que en los bordes de granos están presentes fases cristalinas contiendo Zr,Y e O y fase amorfa contiendo Y, Al y Si (Figuras 4a y 4b).

El análisis por TEM de la capa SNY a  $1900-2100\mu$ m de la superficie SNA ponen de manifiesto un mayor contenido de fases cristalinas en bordes de grano. Es interesante destacar que en esta región no ha sido detectada fases amorfas ni Al en las fases localizadas en puntos triples. Este hecho concuerda con el perfil de difusión del Al presentado en la Figura 1b.



Fig. 1 (a) Micrografía obtenida por MO de la sección transversal del par SNA/SNY dopado con circonia; (b) Perfiles de concentración del Al y del Y y variación de la porosidad.



Fig.2 Difractogramas de rayos-X del SNA/SNY sinterizado (1750°C/2h) y recocido (1300°C/48h) en planos paralelos a la interfase y a diferentes distancias.



Fig.3 Micrografía obtenida por MET del par SNA/SNY en la región del SNA.

REGION SNA (A 500 µm DE LA INTERFASE)				REGI	ON SP	NY (A	100 μπ	DE L	A INTERFASE)		
	Al	Si	Y	Zr	ESTRUCTURA		Al	Si	Y	Zr	ESTRUCTURA
01	22,5	57,7	19,8	0	Amorfa	01	10,8	65,7	23,4	0	Amorfa
02	0	8,99	15,7	46,4	Cristalina	02	10,7	63,9	25,4	0	Amorfa
03	6,9	82,4	10,7	0	Amorfa	03	15,9	44,8	39,4	0	Amorfa
04	17,6	64,7	17,8	0	Amorfa	04	15,6	41,2	43,3	0	Amorfa
05	0	9,8	28,3	61,9	Cristalina	05	0	9,8	32,9	57,3	Cristalina
06	14,2	70,5	15,3	0	Amorfa	06	0	11,9	32,3	55,9	Cristalina
07	24,2	51,2	24,6	0	Amorfa	07	6,4	78,9	14,7	0	Amorfa

TABLA I Resultados de los microanálisis MET-EDX de las fases intergranulares del Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sinterizado expresado en atomos % para el Al, Si, Y e Zr. El O ha sido detectado pero no cuantificado.

(a)



**Fig.4** Micrografías obtenidas por MET y espectros EDS de las fases intergranulares observadas en el par SNA/SNY. (a) Micrografía de campo oscuro y EDS de la fase intergranular cristalina; (b) Micrografía de campo oscuro y EDS de la fase intergranular amorfa.

# 4. CONCLUSIONES

(i) Se ha puesto de manifiesto que las fases vítreas pertenecientes al sistema  $Al_2O_3$ -SiO\_2-ZrO\_2 poseen menor viscosidad que las pertenecientes al sistema  $SiO_2$ -Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> lo que explica la mayor densidad observada en la capa SNA.

(ii) Se ha podido comprobar que independientemente de su composición la alumina esta siempre presente en la fase vítrea.

(iii) La presencia de pequeñas cantidades de  $ZrO_2$ (< 2%), favorece la formación de fases cristalinas secundarias ( $Y_3Zr_4O_{12}$ ) tanto en los vidrios  $Al_2O_3$ -SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> como en los vidrios SiO<sub>2</sub>- $Y_2O_3$ -ZrO<sub>2</sub>.

## 5. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido subvencionado por la CICYT mediante el proyecto MAT 94-0974. S. Mello Castanho agradece a CNPq-Brasil por la concesión de una beca. Los autores agradecen a F. Guitián por su ayuda experimental.

#### **6. REFERENCIAS**

[1] Pascucci M.R. y Katz R.N., "Modern Day Applications of Advanced Ceramics", Interceram 42[2] 71-78 (1993).

[2] Sorrel C., "Silicon Nitride and Related Nitrogen Ceramics: I Phase Equilibria and Properties of Reactions Bonded and Hot-Pressed M-Si-O-N Systems", Australian Ceram. Sci. 18[2] 22-34 (1983).

[3] Jack K.H., "Review Sialons and Related Nitrogen Ceramics", J. Mater. Sci. 11 1135-1158 (1986).

[4] Boskovic S., "Sintering of  $Si_3N_4$  in the Presence of Additives from  $Y_2O_3$ -SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> System", J. Materials Sci. 25, 513-516 (1990).

[5] Abe O., "Sintering Process of  $Y_2O_3$  - Added  $Si_3N_4$ ", J. Mater. Sci. 25, 3641-3648.

[6] Suttor D. y Fischmann G.S., "Densification and Sintering Kinetics in Sintered Silicon Nitride", J. Am. Ceram. Soc. 75[5] 1063-1067 (1992).

[7] Lange F.F., "Fabrication and Properties of Dense

Polyphase Silicon Nitride", Ceram. Bull. 62[12] 1369-1374 (1983).

[8] Cinibulk M. K y Thomas G., "Fabrication and Secondary Phase Crystallization of Rare Earth Disilicate-Silicon Nitride Ceramics", J. Am. Ceram. Soc. 75[8] 2037-43 (1992).

[9] Lis J. y Majorowski S., Puszynski J.A., Hlavacek V., "Densification of Combustion - Synthesis Silicon Nitrite", Ceram. Bull. 70[2] 244-250 (1991).

[10] Almeida J.C., Fonseca A.T., Correa R.N., Batista J.L., "Pressureless Sintering of  $Si_3N_4$  with Additives of the  $Y_2O_3$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> System". Materials Sci. and Eng.A109 395-400 (1989).

[11] Hirosaki N., Okada A., Matoba K., "Sintering of  $Si_3N_4$  with the Rare-Earth Oxides", J. Am. Ceram. Soc. 71[3] C-144 - C-147 (1988).

[12] Sanders W.A., Gloseclose L.E., "Flexural Stress Rupture and Creep of Selected Commercial Silicon Nitrides", J. Am. Cer. Soc. 76[2] 553-556 (1993).

[13] Cinibulk M.K. y Thomas G., "Strength and Creep Behaviour of Rare Earth Disilicate-Silicon Nitride Ceramics", J. Am. Ceram. Soc. 75[8] 2050-55 (1992).

[14] Kim J.R. y Kim C.H., "Effects of  $ZrO_2$  and  $Y_2O_3$ Dissolved in Zyttrite on the Densification and the  $\alpha/\beta$ Phase Transformation of  $Si_3N_4$  in  $Si_3N_4$ -ZrO<sub>2</sub> Composite". J. Mater. Sci. 25 493-498 (1990).

[15] Falk L.K.L., "Development of Microstructure in  $Si_3N_4$  Ceramics Formed with Additions of  $ZrO_2$ ,  $Y_2O_3$  and  $Al_2O_3$ ". Proceeding of the International Conference on Silicon Nitride-Based Ceramics, Stuttgart, Oct., 489-484, 1993 (Hoffmann M.J., Becher P.F., Petzow G., eds).  $\diamond$ 

## A FRACTURE DYNAMIC EQUIPMENT FOR TESTING POLYCARBONATE AND COMPOSITE MATERIALS UNDER IMPACT LOADING

G Hognestad, F G Benitez

Department of Mechanical Engineering E.S Ingenieros, University of Seville. Avda. Reina Mercedes, Sevilla 41012, Spain

Abstract. An experimental set-up for optical evaluation of the crack propagation speed and the strain field surrounding crack growth under impact loading is described. The use of Split-Hopkinson-Pressure-Bar rig, high-speed camera, flash light and laser equipment is covered, and the specially manufactured interface, trigger and timing electronics are described.

The described set-up can be used with the optical technique of caustics to evaluate the strain field around a dynamically propagating crack. By employing a flash light rather than the laser light source, the crack propagation can be studied visually.

The test-rig is to be used for testing polymers and laminated composites under in-plane impact loads, and some preliminary results are included.

Resumen. Se describe un equipo experimental para evaluar la velocidad de propagación de grietas bajo cargas de impacto. El sistema consta de un equipo de barra partida de Hopkinson, una cámara fotográfica de alta velocidad, iluminación de flash y laser.

El sistema descrito se puede utilizar con la técnica de caustica para cuantificar el campo de deformaciones en las proximidades de una grieta propagante. Diversos ensayos se han realizado con materiales polímeros y compuestos, de las que se presentan resultados preliminares.

#### **1. BACKGROUND**

Various modes of impact damage of laminated composites exist. Low velocity impact normal to laminated panels (as when dropping a tool on an airplane wing) will cause internal resin failure and delamination [1,2]. The damage will cause loss of stiffness and is difficult to detect visually. Tougher matrix material will improve the resistance. High velocity impact normal to the laminate will cause tear-out, with damage to a smaller part of the surrounding material [3]. The damage resistance can be improved through use of woven fabric rather than UD material, and choosing tougher fibres such as Kevlar, where large amounts of micro failures around each filament and energy demanding fibre pull-out will absorb the impact energy, and prevent penetration [4].

In-plane impact, as birds hitting the outer guide wanes of a jet-engine or floating objects hitting the wings of a hydrofoil boat etc., can also cause matrix and/or fibre failure. Low velocity impact can be prevented from initiating damage by ensuring a resin rich leading edge. Damage caused by high velocity impact can be reduced by carefully choosing the fibre type and architecture.

The behaviour of laminated composites is therefore important to characterise, and the impact resistance of these materials is important to find. This report describes a test-rig which can be used for that purpose, and how the individual parts of the apparatus are interfaced to consort.

## 2. EQUIPMENT

## Split-Hopkinson-Pressure-Bar Impact Rig

The test rig is based on a standard Split-Hopkinson-Pressure-Bar (SHPB) setup, where the output bar is replaced by a specimen holder (which is not straingauged). The rig comprises striker bar, input bar, specimen and specimen holder (fig.1). In addition there is a compressed air reservoir for accelerating the striker bar towards the input bar, and measuring equipment for capturing the output variables such as striker bar speed and strain waves in the input bar.

By opening the quick release valve on the reservoir, the striker bar is accelerated down the barrel of the air gun. Immediately before the striker bar hits the input bar it passes through a velocity measuring devise. The velocity is calculated by measuring the time between breaking two light beams of known distance.

The specimen holder and the input bar form a three point bending rig, where the strain wave traveling through the input bar causes an impact action-force on the specimen, and the specimen holder the two reaction-forces. The specimen is held so that the impact load causes a crack to grow from the notch towards the point of impact, and provisions are made so the specimen can be accurately aligned with the striker bar and input bar, to avoid compressionbending coupling and flexural waves in the input bar. The input bar of the SHPB is train gauged, so that the incident and reflected strain waves can be measured. From this the force vs. time plots can be made.

#### Camera

For recording the events a Cordin high speed camera capable of recording 500 frames at a rate of up to 200.000 frames per second was employed. The camera-drum rotates half of one revolution to expose the whole film. For timing purposes etc. the camera gives 10 tacho pulses per revolution. The setup with the camera is illustrated in fig.2.

The shutter time of the camera is adjustable from 1/250 sec to 1 sec. As the maximum time was found to be too short for reliable timing of shutter open and failure event, a shutter time extender (fig.3) was made and fitted in the camera control box. When this is engaged the max. shutter time can be adjusted to a maximum of about 5 sec.

## Laser and Optics

A Innova 300 laser (6 Watt) was used to provide a collimated beam of single wave length, coherent and vertical polarised light. A Bragg cell was used to provide a means of rapid on-off switching of the laser beam, in order to expose the camera-film the correct amount of time. When using the laser with the Braggcell, the half-reflective mirror at the front of the laser was removed, and one of the mirrors in the Braggcell assembly put in front of the laser head to reflect the light away from the laser at an angle of about 40-45° (fig.2). This mirror, M1, has a radius of curvature (ROC) of 750 mm. Down stream from this mirror, about 375 mm. from M1, the Bragg-cell was placed, and a further 150 mm from the Bragg-cell was the next mirror placed, M2 with a ROC of 150 mm. The focal points of M1 and M2 now coincides at the position of the Bragg-cell. When correctly adjusted the light from the laser is reflected back to its rear mirror and amplified. When the Bragg-cell is activated an amount of this light is bled off, via a flat mirror M3 placed near M1. This portion of the laser beam is then expanded to provide the required light source for the illumination of the specimen. Between the collimator and the specimen, a beam splitter is situated so that the reflected light from the specimen can be directed to screen for capturing by the camera.

### **Flash and Laser Timers**

When the high-powered flash was used, an operational amplifier with a latch up circuit (fig.4) was used to trigger the flash gun from the strain wave in the input bar. The capacitor requires a 24 volt trigger voltage, necessitating a 5-24 volt interface. The capacitor bank can be set to expose the specimen for the desired length of time, so as not to double-expose the film.

When the laser was used as a light source, the timingdevice on the capacitor bank could not be used. A pulse counter used in conjunction with the strain gauge trigger (fig.5) was therefore designed and made. As for the flash-light case, the strain-gauges trigger the operational amplifier so that its output latches up. This high level is input to the pulse counter causing its out-put to go high and activate the laser (Bragg-cell). Since the pulse counter starts counting on the first camera pulse *after* the operational amplifier latches up, it is set to count only four pulses before de-activating the laser with a low out-put to the Bragg-cell. This is done to ensure no double exposures of the film.

#### Specimens

The specimen holder is designed to accommodate plate specimens with maximum dimensions of up to 225x125x25 mm.

The specimens which were used for crack speed measurements, were painted matte white for light reflection. A distance grid in a contrasting colour was also applied to the specimen in order to evaluate the crack tip position vs. time.

The specimens which are to be used for stress field evaluations, the exposed surface must be clad with a layer of vapour deposited aluminium, and the other surface matted and painted with matte black paint to avoid secondary reflections and ghost images.

# **3. PROCEDURE**

When aligning the Bragg-cell assembly, the initial steps are done with the half reflective mirror in place. Mirror M1 is adjusted so that the laser beam hits mirror M2 just below its centre. M2 is then temporarily removed, and the Bragg-cell placed in the laser beam at the focal point. The white mark on the Bragg-cell is to face upwards, so it is at an angle of about 45° to the laser beam. There will now be light reflected up- and downwards from the Braggcell. The Brewster angle (rotating the Bragg-cell around and axis normal to the laser and parallel to the table plane) is adjusted till these reflections are minimised. The half reflective mirror is then reinserted and M2 replaced and adjusted so that the laser beam is amplified (becomes bright green). By activating the Bragg-cell one should now see a portion of the laser beam being bled off. By rotating the Bragg-cell around an axis normal to the table surface the Bragg-angle is adjusted till maximum amount of light is bled off. Iterative adjustment of mirror and Bragg-cell must be done to optimise the set-un.

To enable capture of an extended strain field, the laser beam must be expanded. This is obtained by passing the beam through a concave lens of short focal length, L1 to give a diverging beam. The light is then passed through a larger lens of longer focal length, L2. The distance between L1 and L2 is the sum of their focal lengths, giving an expanded and collimated beam. This expanded beam is deflected by a mirror, M4, to illuminate the specimen. Between the specimen and M4 a beam splitter is situated which will deflect the reflected light from the specimen onto the image screen. From the image screen the image is captured by the camera. Alternatively, the image may be projected directly onto the film, without using the additional image plane. In this mode the camera (with its lens removed) must be carefully aligned with the specimen and optics. However, more light will reach the film, and higher camera speeds can be used.

When aligning the specimen in the Hopkinson-bar rig, care must be taken to ensure that the line described by the intersection of the specimen neutral plane and the crack plane is parallel and coincides with the axis of the input bar. This is to ensure a pure mode I crack growth without any flexural loading neither in the specimen nor the input bar.

#### Experiment

After specimen, camera and flash have been set up and adjusted, the pressure reservoir is filled to the chosen level and the flash gun capacitor bank charged and the flash timer set. The balance control on the strain-gauge amplifier is adjusted so the strain gauge trigger (in compression wave mode) gives a trigger signal when the input bar is hit. The strain gauge trigger is then reset. Once the capacitor bank is fully charged the camera is started, and when the set speed is reached, the camera is armed.

When executing the test, the camera shutter is opened immediately before the quick release valve is opened and the shutter timer set to close it shortly after. This is to minimize any unwanted stray light exposing the film.

When doing the experiment with the flash light source, none of the optical equipment is used, and camera and flash are pointed directly at the specimen.

The use of laser as the light source requires a nearly identical procedure to the one outlined above. The Bragg-cell driver must be switched to external repetition generator, external reference oscillator and pulse mode. (The high input on the input gate will ensure a continuous output for the duration of the high input signal). Both strain gauge amplifier and pulse counter must be reset prior to commencing the test. Also the camera must be focused on the image plane rather than the specimen.

Since the trigger electronics are sensitive to electrical noise generated from switches, motors etc., these must not be operated after the camera has been armed.

## **4. PRELIMINARY TEST RESULTS**

The consorted interaction of the test equipment in flash-light mode has been ascertained by preliminary testing of plexi-glass and honey-combed carbon fiber/ epoxy laminate specimens.

The plexi-glass specimen was 225x125x10 mm with a 30 mm deep 1.5 mm wide sharp notch (fig.6). The surface was painted matte white with a contrasting black grid along the expected crack path. Camera speed was set to 100 000 fps, and a low air pressure (about 50 mbar) applied. The resulting impactor speed was 10.9 m/s. The resulting pictures show with reasonable clarity the propagation of the crack, although the exact position is difficult to determine. A sequence of pictures with different time increments is shown in figure 7. By carefully measuring the tip position vs time, a crack speed of about 344 m/s was found (fig.8).

Similarly, a specimen of honey combed carbon fibre/ epoxy was tested using the same procedure. Owing to the high price and fracture energy of fibre composites, smaller dimensions were used. Compared to the plexi-glass specimens, the size is reduced by about 50% to 125x60x3 mm (fig.9). A notch length of 25 mm was needed to ensure a clean failure . The thickness is for each laminate of the honeycomb, and the lay-up is [0<sub>2</sub>,-45,0<sub>2</sub>,90,0<sub>2</sub>,45]<sub>3</sub> of UD Vicotec 914/34%/G829. The air pressure was set to 1.75 bar, giving an impactor speed of 40 m/s. A sequence of pictures with different time increments is shown in figure 10. At a recording rate of 175 000 fps, a crack propagation speed of about 100 m/s was found (fig.11).

## 5. ACKNOWLEDGMENTS

The authors thank the Space Division of CASA for providing the composite material for testing the specimens, the Directorate General for Science Research and Development of EEC for the scholarship awarded to Dr. Hognestad, the support of the Spanish Ministry of Education and Science through grant CICYT MAT91-1014 and the Ramón Areces Foundation for supporting this research further.

## 6. REFERENCES

- [1] H Wang & T Vu-Khanh Damage Extension in Carbon Fiber/PEEK Crossply Laminates under Low Velocity Impact Journal of Composite Materials, Vol. 28, No. 8, 1994, pp 685-707
- Hyung Yun Choi & Fu-Kuo Chang A Model for Predicting Damage in Graphite/Epoxy Laminated Composites Resulting from Low-Velocity Point Impact Journal of Composite Materials, Vol. 26, No. 14, 1992, pp 2134-2169
- [3] Chun-Gon Kim & Eui-Jin Jun Impact Resistance of Composite Laminated Sandwich Plates Journal of Composite Materials, Vol. 26, No. 15, 1992, pp 2247-2261
- [4] L H Strait, M L Karasek and M F Amateau
   Effects of Stacking Sequence on the Impact Resistance of Carbon Fiber
   Reinforced Thermoplastics Toughened
   Epoxy Laminates
   Journal of Composite Materials, Vol. 26, No. 12, 1992, pp 1725-1740



Fig. 1. Schematic View of Lateral Three Point Bending Impact Rig



Fig. 2. Schematic View of Optical Set-Up



The lower change over switch directs the shutter opening signal either directly through to the camera (lower position), or through the circuit. The circuit is connected to power permanently, but the LED is disconnected when in by-pass mode. This to minimise electric noise while switching from one position to the other. Noise absorbing capacitors are not shown.

Fig.3 Shutter Time Extender



The LED's after the op-amps shows the polarity of the input signals, relative to the trigging polarity. Red LED-no trigger action and green LED - trigger action. Both LEDs on, no or very small input voltage difference.

Fig. 4. Strain Gauge Flash/Laser Trigger



Fig. 5. Pulse Counter







Fig. 7. Crack Propagation in Plexy Glass. The time increments between pictures is 160 micro-seconds for a-b-c-d and 400 micro-seconds for d-e-f.



Fig. 8. Crack Growth in Plexy Glass



# Fig. 9. Composite Specimen



Fig. 10. Crack Propagation in Composite Specimen. The time increment between pictures is 57 microseconds for a-b-c-d and 229 micro-seconds for d-e-f.



Fig. 11. Crack Growth in Composite

## INFLUENCIA DE TRATAMIENTOS DE RECOCIDO SOBRE LA TENACIDAD DE MATERIALES MULLITICOS

C. Baudin, M.I. Osendi

Instituto de Cerámica y Vidrio, C.S.I.C. Ctra. Valencia Km.24,300, 28500 Arganda del Rey, Madrid, España.

**Resumen.** Se ha realizado una caracterización mecánica, mediante el parámetro  $K_{IC}$ , de dos materiales densos de mullita con diferente microestructura. Paralelamente, se ha determinado la influencia de tratamientos largos de recocido a la temperatura de sinterización sobre la microestructura y la tenacidad de estos materiales medida a temperatura ambiente y a 1300°C. La observación de las superficies de fractura y la variación del K<sub>IC</sub> con la velocidad de aplicación de la carga permite determinar relaciones entre los parámetros microestructurales y el modo de fractura.

Abstract. Mechanical characterization of two dense mullite materials with different microstructure has been performed in terms of  $K_{IC}$ . Annealing treatments, at the sintering temperatures, have been performed on these mullites to study the influence of grain growth on  $K_{IC}$  as a function of temperature and strain rate. Relations between microstructure and fracture behaviour have been stablished by the observation of fracture surfaces.

# 1. INTRODUCCION

La fractura de los materiales cerámicos es un fenómeno complejo, en el que influyen tanto propiedades del material, tales como composición, tamaño de grano o estructura del borde de grano, como las condiciones del método ensayo. Además, el peso relativo de cada una de estas variables en el comportamiento del material durante la fractura puede variar con la temperatura de ensayo.

En el presente trabajo se ha determinado la influencia de un parámetro propiamente microestructural como es el tamaño de grano, en los valores de la tenacidad y en el comportamiento durante la fractura de materiales cerámicos estructurales.

Para ello se han seleccionado dos temperaturas críticas de ensayo: temperatura ambiente, a la cual los materiales cerámicos estructurales presentan un comportamiento frágil y 1300°C, temperatura a la cual los vidrios, de composición típicamente silicoaluminosa presentes en los materiales, fluyen dando lugar a fenómenos de tipo viscoelástico [1-2].

Como es bien conocido, no existe un método normalizado para la determinación de la tenacidad de los materiales cerámicos. Sin embargo, se ha considerado que el método de flexión de probetas con entalla recta era apropiado para este tipo de estudio dada su amplia aceptación [3]. Por otra parte, las superficies de fractura de las probetas ensayadas utilizando este método, son facilmente observables y ayudan a la interpretación de los resultados.

Este estudio se ha realizado sobre materiales de mullita. La mullita, al igual que la alúmina, es un material ampliamente caracterizado y que puede ser obtenido con un alto grado de pureza y reproducibilidad [4-5]. Por ello, puede ser considerado como material de referencia en cualquier tipo de estudio básico como el aquí planteado.

#### 2. EXPERIMENTAL

Los materiales empleados, MS y MB, han sido obtenidos a partir de polvos comerciales de mullita (MS: Scimareck Ltd., Japón; MB: Baikowski Chimie, Francia). El método de fabricación ha sido descrito en un trabajo previo [6]. Asimismo se han preparado los materiales MST y MBT mediante tratamientos de recocido (24 horas) de los materiales MS y MB a las correspondientes temperaturas de sinterización (1650 y 1630°C respectivamente).

La tenacidad se ha determinado por el método de flexión en cuatro puntos (40-20 mm, distancias interapoyos) de barras prismáticas (4x6x50 mm<sup>3</sup>) con entalla recta ( $\alpha \sim 0.45$ ) utilizando un dispositivo de alúmina totalmente articulado. Este parámetro se ha determinado a temperatura ambiente y a 1300°C, utilizando distintas velocidades de desplazamiento (0.005-5 mm/min). Los ensayos se realizaron en una máquina universal de ensayos INSTRON.

Se ha determinado el módulo de elasticidad dinámico a temperatura ambiente a partir de la frecuencia propia de vibración de barras prismáticas de 3x4x50 mm<sup>3</sup>.

El módulo de elasticidad estático a temperatura ambiente y a 1300°C fue calculado a partir de las curvas tensióndeformación de barras prismáticas de 3x4x50 mm<sup>3</sup> sometidas a flexión en el dispositivo descrito previamente, al que se acopló un LVDT para medir la deflexión de las probetas en el punto medio.

Las superficies de las muestras pulidas y atacadas térmicamente y las superficies de fractura de las probetas ensayadas a las distintas temperaturas y velocidades fueron observadas por microscopía electrónica de barrido (MEB).

# 3. RESULTADOS

La tabla I recoge las características microestructurales y elásticas de los materiales estudiados. No existen diferencias significativas entre los valores de la densidad y de los módulos de elasticidad dinámicos y estáticos de los diferentes materiales.

La microestructura de las probetas sinterizadas (MS, MB) y de las probetas recocidas (MST, MBT) se muestra en la figura 1.

En el material MS se observa crecimiento exagerado de grano y consecuentemente, porosidad intragranular (fig. 1a). El material MB presenta una microestructura más homogénea, con menor tamaño medio de grano (tabla 1) y con la porosidad localizada preferentemente en los puntos triples (fig. 1b). El crecimiento de grano que tiene lugar en el material MS durante los recocidos es homogéneo (fig. 1a, c). Por el contrario, en el material MB tratado (fig. 1d) se observan granos tabulares crecidos exageradamente ( $l > 15\mu$ m) unidos por zonas formadas por granos equiaxiales de tamaño mucho menor ( $d < 1\mu$ m).

La figura 2 muestra la tenacidad a temperatura ambiente en función de la velocidad de desplazamiento. Para velocidades de desplazamiento muy bajas no se observa ninguna diferencia entre los cuatro materiales estudiados. Los valores de la tenacidad aumentan con la velocidad de desplazamiento para los materiales MS y MST siendo este aumento más pronunciado en el material sin tratar. La tenacidad del material MBT es clarámente superior a la del material MB para las velocidades intermedia y alta. En estos dos últimos materiales el valor de la tenacidad permanece constante a partir de una velocidad de desplazamiento de 0.05 mm/min.

MATERIAL	Densidad (g/cm³)	Tamaño de grano (μm)	E dinámico (GPa)	E estático 25°C (GPa)	E estático 1300°C (GPa)
MS	3.03 <u>+</u> 0.01	1.8	201 <u>+</u> 5	180 <u>+</u> 5	143 <u>+</u> 5
MST	3.07 <u>+</u> 0.01	4	210 <u>+</u> 2	186 <u>+</u> 5	136 <u>+</u> 5
MB	3.01 <u>+</u> 0.02	0.7	195 <u>+</u> 5	176 <u>+</u> 7	130 <u>+</u> 3
MBT	3.05 <u>+</u> 0.03	1.5	202 <u>+</u> 4	187 <u>+</u> 5	137 <u>+</u> 5

Tabla I. Características básicas de los materiales estudiados

La figura 3 recoge la dependencia de los valores de la tenacidad a 1300°C con la velocidad de desplazamiento. En el material MS no se observan grandes diferencias entre los valores y las tendencias son idénticas para las muestras tratadas y sin tratar. Por el contrario, el efecto del tratamiento de recocido en el material MB no es sólo el de aumentar los valores de la tenacidad sino el de cambiar la tendencia en la variación de los datos entre las velocidades lenta e intermedia.

En las superficies de fractura de las probetas del material MS ensayado a temperatura ambiente se observaron zonas de crecimiento subcrítico cercanas a

la entalla con fractura preferentemente intergranular. Las probetas fracturadas del material MST no presentaban esta característica.

Las superficies de fractura de las probetas MB y MBT no mostraron ningún rasgo diferencial, siendo la fractura fundamentalmente transgranular a través de toda la probeta.

La figura 4 muestra el aspecto general de las superficies de fractura de probetas MS y MST ensayadas a 1300°C. La característica principal es la existencia de una zona diferenciada próxima a la entalla. En las probetas del



Figura 1. Micrografías (MEB) de superficies pulidas y atacadas térmicamente: a) MS, b) MB, c) MST, d) MBT; donde MS y MB son los materiales sinterizados y T indica un tratamiento de recocido de 24 horas a la temperatura de sinterización



Figura 2. Tenacidad a temperatura ambiente en función de la velocidad de desplazamiento para los materiales indicados.



Figura 3. Tenacidad a 1300°C en función de la velocidad de desplazamiento para los materiales indicados.



Figura 4. Superficies de fractura (MEB) de probetas ensayados a 1300°C utilizando velocidades de desplazamiento lentas: a), b), MS, v=0.05 mm/min; c), d), MST, v=0.005 mm/min

material MS el tamaño de esta zona era de hasta  $200\mu$ m para la velocidad más lenta (fig.4a) y en las del material MST el tamaño era de 500-700 $\mu$ m (fig.4c). En estas zonas se observa fractura intergranular y zonas de deslizamiento entre granos (fig. 4b, d).

La apariencia de las superficies de fractura de las probetas MB y MBT ensayadas a 1300°C se refleja en la figura 5. En las probetas del material sin tratar (fig.5a,b) existen zonas semielípticas cercanas a la entalla en las que observa una falta total de cohesión entre los granos del material. El límite de estas zonas (fig.5b) presenta un cambio brusco al tipo de fractura transgranular. Las probetas ensayadas a velocidades menores presentaban un aspecto similar.

Las superficies de fractura de las probetas tratadas (fig.5c,d) no presentan este comportamiento y su aspecto es similar a las de los materiales MS y MST.

# 4. DISCUSION

En la figura 3 destaca la notable dependencia de los valores de la tenacidad a temperatura ambiente con la velocidad de desplazamiento para las muestras MS y, en menor grado, MST. Este comportamiento es típico de materiales en los que tiene lugar crecimiento subcrítico de grieta previo a la fractura. La zona diferenciada que se observaba en las superficies de fractura de las probetas ensayadas a temperatura ambiente podría ser asociada a este fenómeno. En el caso del material MB este fenómeno no se aprecia ya que K<sub>IC</sub> no varía con la velocidad de desplazamiento. De la observación de esta misma gráfica se deduce que en el material MBT también tiene lugar crecimiento subcrítico.

Debido a la ocurrencia de estos fenómenos subcríticos, la medida de la tenacidad a velocidades muy lentas no



Figura 5. Superficies de fractura (MEB) de probetas ensayadas a 1300°C utilizando una velocidad de desplazamiento de 0.01 mm/min a), b), MB; c), d), MBT

es significativa. De hecho, los cuatro materiales estudiados presentan los mismos valores a pesar de sus importantes diferencias microestructurales (tabla I).

Cuando se utilizan velocidades de desplazamiento altas, se evidencia el efecto de la microestructura de los materiales en los valores de la tenacidad (fig.2). Materiales de microestructura fina y homogénea, como MB (fig.1a), muestran los valores mas bajos de  $K_{IC}$ . Microestructuras de grano grueso, como MS y MST (fig.1c,d), o microestructuras bimodales con granos aciculares formando un esqueleto, como MBT (fig. 1b), generan valores altos de la tenacidad.

En los materiales de grano grueso hay dos fenómenos que contribuyen a aumentar la tenacidad frente a la de los materiales de grano fino:

i) una mayor proporción de fractura transgranular

ii) deflexión de la grieta.

Existe un límite superior en el tamaño de los granos que pueden dar lugar a la deflexión de la grieta. De hecho, el material MST presenta un menor  $K_{IC}$  que el material MS.

En materiales con microestructura bimodal con granos aciculares los fenómenos que contribuyen al aumento de la tenacidad son:

- i) deflexión de la grieta
- ii) puenteo.

Estos mecanismos explican el aumento de la tenacidad en las muestras tratadas MBT frente a las muestras MB.

A alta temperatura, la medida de la tenacidad a velocidades de desplazamiento lentas evidencia la existencia de fenómenos no elásticos. En efecto, en el material MS ensayado a 1300°C las superficies de

fractura (fig. 4a,b) ponen en evidencia la existencia de fase vítrea en los bordes de grano y el deslizamiento de los granos a través de esta fase. El tratamiento de recocido amplifica este comportamiento del material, como se observa en las superficies de fractura de las probetas MST (fig.4b,c). En estas probetas, los tamaños de las zonas de procesos no elásticos previos a la fractura son mayores.

En todos los materiales ensayados a 1300°C utilizando velocidades de carga lenta o intermedia, las superficies de fractura ponen en evidencia deslizamiento de los granos. En el caso de MS, MST y MBT, se observa claramente la existencia de fase vítrea en los bordes de grano y que el deslizamiento de los granos tiene lugar a través de esta fase. Este deslizamiento tiene que ser acomodado por las microestructuras, por lo que requiere mayor absorción de energía cuanto mayor es el tamaño de los granos. En el material MB este fenómeno tiene lugar sin impedimentos debido a su pequeña microestructura y los granos se separan bajo efecto de la tensión, dando lugar a una apertura de la microestructura. Por ello, los valores de la tenacidad de este material determinados utilizando velocidades de carga lentas son inferiores a los otros tres materiales (fig. 3).

## 5. CONCLUSIONES

La forma de fractura de los materiales de mullita densos está determinada por su microestructura. Dependiendo del aspecto y el tamaño de los granos se pueden observar los siguientes fenómenos:

1) A femperatura ambiente: crecimiento subcrítico de grieta, especialmente en las muestras con tamaños de grano elevados.

2) A 1300°C: la existencia de fases vítreas en los bordes de grano produce deslizamiento entre granos. Estos fenómenos generan debilitamiento en el material de granos equiaxiales y de pequeño tamaño, por descohesión entre los granos con apertura de la microestructura. En materiales con granos grandes o estructuras bimodales, el deslizamiento entre granos conlleva un acomodo de la microestructura que implica absorción de energía.

Es posible determinar las relaciones existentes entre la microestructura de los materiales y su forma de fractura utilizando diferentes velocidades de deformación para medir la tenacidad y observando las superficies de fractura de las probetas.

#### Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto de la CICYT MAT 499-91

## 6. REFERENCIAS

[1] Urbain, G., Cambier, F., Deletter, M., Anseau, M.R., "Viscosity of Silicate Melts", Trans. J. Br. Ceram. Soc., 80, 139-141 (1981).

[2] Cheeseman, C.R., Groves, G.W., "The Mechanism of Peak in Strength and Toughness at Elevated Temperatures in Alumina Containing a Glass Phase", J. Mater. Sci., 20, 2614-2622 (1985).

[3] Rief, C., Kromp, K., "Fracture Toughness Testing", pp 209-225 en Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures, Elsevier Applied Sci., 1989.

[4] "Mullite and Mullite Matrix Composites", Ceramic Trans. vol.6, The Am. Ceram. Soc. Inc., 1990.

[5] "Mullite and Mullite Ceramics", John Wiley & Sons, 1994.

[6] Baudín, C., Miranzo, P., Osendi, M.I., "High Temperature Mechanical Behaviour of of  $3Al_2O_32SiO_2$ Mullite based Materials", pp 369-375 en Third Euro-Ceramics vol 3, Faenza Editrice Ibérica S.L., 1993.

# CARACTERIZACION DE LA RESISTENCIA AL CHOQUE TERMICO DE MATERIALES CERAMICOS FRAGILES

C. Baudin, P. Miranzo

Instituto de Cerámica y Vidrio, C.S.I.C. Ctra. Valencia Km.24,300, 28500 Arganda del Rey, Madrid, España.

**Resumen.** En este trabajo se ha realizado un estudio comparativo entre los tres métodos más utilizados para la caracterización de la resistencia al choque térmico de materiales cerámicos densos: variación en el módulo de rotura, variación en el módulo de elasticidad y observación directa de las grietas. Para este estudio se han seleccionado dos materiales cerámicos estructurales de mullita, con propiedades mecánicas y elásticas similares y diferente microestructura.

Abstract. This paper reports a comparative study between three classical methods of thermal shock resistance characterization of ceramics: modulus of rupture and Young's modulus degradation and direct crack observation. Two structural mullites, which present similar mechanical properties and different microstructures, have been selected for this study.

#### **1. INTRODUCCION**

La mayoría de las aplicaciones de los materiales cerámicos implican la existencia de gradientes de temperatura variables en el tiempo. Estos gradientes producen dilataciones diferenciales en las piezas y, consecuentemente, tensiones. El término choque térmico se utiliza para describir situaciones en las que una pieza está sometida a variaciones de temperatura instantáneas. Para una revisión sobre este tema ver referencias [1-3]. Experimentalmente estas condiciones se simulan enfriando bruscamente una pieza en aire o por inmersión en un líquido [4].

La respuesta de un material frente al choque térmico depende tanto de las solicitaciones a las que se ve sometido como de sus propiedades térmicas (conductividad térmica, K, coeficiente de expansión térmica,  $\alpha$ ) y de sus propiedades elásticas y mecánicas (módulo de elasticidad, E, coeficiente de Poisson,  $\nu$ , resistencia a la fractura,  $\sigma_f$ , energía de fractura,  $U_f$ ).

Si las tensiones originadas en un cuerpo sometido a un choque térmico igualan o sobrepasan a la resistencia a la fractura del material, el cuerpo sufre una variación en sus propiedades tanto características (aspecto, pérdida de masa por desconchado, etc.) como de comportamiento (elásticas, mecánicas, etc.). En principio, la variación de cualquiera de estos parámetros puede ser utilizada para caracterizar la resistencia de un material frente al choque térmico. Los métodos cuantitativos más empleados consisten en evaluar la degradación de E o  $\sigma_{\rm f}$  en función de la intensidad del choque térmico ( $\Delta$ T).

En este trabajo se ha realizado un estudio comparativo entre estos dos métodos y se ha correlacionado con la variación de la macroestructura del material a través de la observación directa de las grietas. Para el estudio se han seleccionado dos materiales cerámicos estructurales de mullita, con propiedades mecánicas y elásticas similares y diferente microestructura:

#### 2. EXPERIMENTAL

Los materiales empleados en este estudio, MS y MB, han sido obtenidos a partir de polvos comerciales de mullita (MS: Scimareck Ltd., Japón; MB: Baikowski Chimie, Francia). Las microestructuras y las propiedades mecánicas de estos materiales han sido descritas en un trabajo previo [5].

Se han utilizado barras prismáticas de  $3x4x40 \text{ mm}^3$ , mecanizadas a partir de bloques, biseladas y rectificadas con papel de carburo de silicio (600). El ensayo de choque térmico seleccionado fue el de inmersión en agua a temperatura ambiente. Los tratamientos térmicos (T=125-425°C) se realizaron en un horno eléctrico con una velocidad de calentamiento de 5°C/min y un tiempo de estabilización de 15 min. Después de los ensayos las probetas se dejaron secar en una estufa a 60 °C durante 24 horas. Para cada tratamiento y material se utilizaron 5 probetas.

Para la observación de las grietas debidas al choque térmico, las probetas se sumergierón durante 5 min en un líquido penetrante visible al ultravioleta. La evaluación cuantitativa de las grietas se realizó mediante análisis de imagen sobre fotos obtenidas utilizando un objetivo macro y una lámpara de luz ultravioleta.

El coeficiente de dilatación lineal se determinó, desde temperatura ambiente hasta 1000 °C, utilizando un dilatómetro con varilla de cuarzo.

El módulo de elasticidad fue calculado a partir de la frecuencia propia de vibración de las probetas (Grindosonic).

Para la medida del módulo de rotura se utilizó el método de flexión en cuatro puntos (40-20 mm distancias interapoyos). Los ensayos se realizaron en una máquina universal de ensayos INSTRON.

## 3. RESULTADOS

Las características más significativas de estos materiales en lo que se refiere a choque térmico se recogen en la tabla I.

La microestructura de los materiales estudiados se muestra en la figura 1. En el material MS ha tenido lugar crecimiento exagerado de grano y, por lo tanto, existe porosidad intragranular. El tamaño medio de grano para este material es  $1.2 \pm 0.9 \mu m$ . El material MB presenta una microestructura más homogénea, con menor tamaño medio de grano  $(0.7 \pm 0.5 \mu m)$  y con la porosidad localizada preferentemente en los puntos triples.

En la figura 2 se muestra la macroestructura de las probetas ensayadas. Se observa que, para un  $\Delta T = 200$ °C, sólo aparecen grietas en el material MB. Para  $\Delta T = 300$  y 400°C existe una red de grietas perfectamente desarrollada en ambos materiales.

El daño sufrido por las probetas se cuantificó mediante analisis de imagen considerando dos tipos de parámetros. En primer lugar, se seleccionó la longitud total de grieta sobre las cuatro caras de cada probeta considerada como un continuo. En segundo lugar, se analizó la distancia media entre grietas asimilando la red de grietas a un sistema de celdas en el que las grietas representaban el borde. En este caso, se determinaron el número total de celdas, su área media y su diámetro medio. Este último parámetro se asimiló a la distancia media entre grietas. Los valores de estos parámetros, calculados como el valor medio de los obtenidos para las cinco probetas, se recogen en la Tabla II.

Tabla I. Características de los materiales estudiados

MATERIAL	α 10 <sup>-6</sup> (°C <sup>-1</sup> )	E (GPa)	σ <sub>f</sub> (MPa)	$K_{IC} (MPa.m^{1/2})^{-1}$
MS	9.1 <u>+</u> 0.1	201 <u>+</u> 5	170 <u>+</u> 18	2.3 <u>+</u> 0.1
MB	8.7 <u>+</u> 0.1	189 <u>+</u> 5	225 <u>+</u> 30	2.3 <u>+</u> 0.1



Figura 1. Micrografías (MEB) de superficies pulidas y atacadas térmicamente de los materiales: a) MB, b) MS



Figura 2. Aspecto de las probetas sometidas a choques térmicos de diferente intensidad: (a) 200°C, (b) 300°C y (c) 400°C.

Muestra	ΔT (°C)	Longitud total (mm)	Número total de celdas	Area media (mm <sup>2</sup> )	Distancia media (mm)
	300	729 <u>+</u> 52	186 <u>+</u> 36	3.5 <u>+</u> 0.8	2.4 <u>+</u> 0.2
MB	400	1026 <u>+</u> 40	490 <u>+</u> 33	1.3 <u>+</u> 0.2	1.35 <u>+</u> 0.06
	300	708 <u>+</u> 44	. 213 <u>+</u> 44	3.2 <u>+</u> 0.5	2.2 <u>+</u> 0.2
MS		968 <u>+</u> 57	534 <u>+</u> 50	1.0 <u>+</u> 0.1	1.28 <u>+</u> 0.06 `

Tabla II. Resultados obtenidos mediante analisis de imagen en las probetas ensayadas.

Como se puede obs no es posible diferenciar de forma cuantitativa entre les de grietas presentes en MS y MB, aunque si se aprecian diferencias significativas entre la densidad de grietas superficiales formadas para  $\Delta T = 300$  y 400°C. En efecto, la longitud total de grietas aumenta del orden del 30% en ambos materiales, el número total de celdillas de la red de grietas se incrementa en un 60% y, tanto el área media como la distancia media se ven reducidas a menos de la mitad.

En la figura 3 se muestra la variación del módulo de rotura de ambos materiales en función de la severidad del choque térmico. El valor del módulo de rotura del material MB después de sufrir un choque térmico de intensidad 200°C, se ve reducido en un 50%. El incremento de temperatura crítico ( $\Delta T_c$ ) es superior para el material MS (> 200°C). No se aprecian diferencias entre las degradaciones sufridas por los materiales para  $\Delta T = 300 \text{ y } 400$ °C.

Los valores del módulo de elasticidad en función de  $\Delta T$  se recogen en la figura 4. En ambos materiales este parámetro disminuye unicamente para  $\Delta T \ge 300$  °C. Al igual que en el caso de  $\sigma_{\rm f}$ , no existen diferencias entre las probetas ensayadas con  $\Delta T = 300$  y 400 °C. La reducción observada en este parámetro es muy superior para el material MB.



Figura 3. Módulo de rotura retenido en función de la severidad del choque térmico.



Figura 4. Módulo de elasticidad retenido en función de la severidad del choque térmico.

## 4. **DISCUSION**

En la figura 2 se observa que, para  $\Delta T = 200^{\circ}$ C, las probetas del material MB presentan un número pequeño de grietas largas y aisladas. Para las condiciones de ensayo seleccionadas, este  $\Delta T$  puede definirse como el  $\Delta T_c$  para el material MB. El efecto de estas grietas, en los que se refiere a la resistencia a la fractura de este material, es notable ya que los valores del módulo de rotura se ven reducidos en un 50% (figura 3). Por otra parte, el módulo de elasticidad no es sensible a la aparición de estas grietas singulares y permanece constante para  $\Delta T < 300^{\circ}$ C (figura 4). De estos resultados se desprende que el módulo de elasticidad no es un parámetro adecuado para el estudio del inicio de la degradación por choque térmico y que para la determinación de  $\Delta T_c$  es preciso recurrir a la observación directa de las grietas o a la medida del módulo de rotura.

El material MS sometido a un  $\Delta T = 200^{\circ}C$  no presenta grietas y para  $\Delta T = 300^{\circ}C$  se observa una red de grietas perfectamente desarrollada. La aparición de estas grietas va acompañada de una disminución tanto en el módulo de elasticidad como en el módulo de rotura (figuras 3 y 4). En este material el  $\Delta T_c$  estará comprendido entre 200 y 300°C.

La diferente sensibilidad de  $\sigma_f$  y E ante la degradación por choque térmico es previsible teóricamente teniendo en cuenta las dependencias de estos parámetros con el tamaño de grieta. El módulo de elasticidad de un material homogéneo e isótropo que contiene en su interior N grietas planas y circulares de radio l por unidad de volumen, viene dado por la expresión [5]:

$$E = \frac{E_0}{1 + F(N, I^3)}$$

donde  $E_0$  es el módulo de Young del material sin grietas, N es el número de grietas por unidad de volumen y l su tamaño. Por lo tanto, E depende del daño promedio producido en el material. Por el contrario, la resistencia a la fractura de un material sometido a una tensión uniforme es inversamente proporcional a la raiz cuadrada del tamaño de la grieta de mayor tamaño. De la figura 2 se desprende que, las grietas formadas por choque térmico para  $\Delta T = 200^{\circ}C$ son relativamente grandes, del mismo orden de magnitud que la longitud de la probeta, y por tanto, siempre se encontrarán dentro del volumen de material sometido a máxima tensión. En consecuencia,  $\sigma_f$  es sensible a la presencia de grietas singulares.

Para  $\Delta T = 300$  y 400°C existen redes de grietas perfectamente desarrolladas en ambos materiales (figura 2). La aparición de estas redes va acompañada de una reducción en los valores del módulo de rotura y del módulo de elasticidad (figuras 3 y 4), entre 76-90% y 8-18%, respectivamente. Por lo tanto, el módulo de rotura muestra una sensibilidad mayor que el módulo de elasticidad a las grietas formadas por choque térmico.

Los resultados de la tabla II no permiten diferenciar de forma cuantitativa entre las redes de grietas presentes en MB y MS. Sin embargo, existe una diferencia significativa entre los valores del módulo de elasticidad retenido despues del choque para MB y MS (figura 4), que no es deducible a partir de la caracterización superficial de los materiales ( $\sigma_f$ , observación de grietas). El caracter volumétrico de este parámetro indica que el daño sufrido en el interior de las probetas es mayor para el material MB.

 $\sigma_{\rm f}$  y E no son sensibles a la diferencia entre la densidad de grietas superficiales formadas para  $\Delta T = 300$  y 400°C (tabla II y figura 2) y, por lo tanto, no son adecuados para determinar el daño en la etapa inmediatamente posterior al inicio de la fractura por choque térmico.

El que  $\sigma_f$  se mantenga constante indica que el tamaño de defecto crítico no ha variado. Así pues, aunque aumente el número de grietas, no lo hace su severidad en términos del módulo de rotura (crecimiento hacia el interior, perpendicular a la cara sometida a tensión en el ensayo de módulo de rotura), ni el aumento de la densidad de grietas es suficiente como para permitir su coalescencia.

E es dependiente tanto del número de grietas por unidad de volumen como de su longitud (ec. 1). De los valores de la tabla II se deduce que, cuando la severidad del choque térmico pasa de 300 a 400°C, N aumenta (número total de celdas aumenta y distancia entre grietas disminuye) pero el tamaño de las grietas superficiales disminuye (longitud total/número total de celdas). Esto permite explicar la constancia de los valores de E para muestras sometidas a dichos incrementos de temperatura.

#### 5. CONCLUSIONES

Se ha estudiado la validez de tres métodos de caracterización de la resistencia al choque térmico de materiales cerámicos densos: disminución de los módulos de rotura y elasticidad y observación directa de las grietas formadas.

Para la determinación de  $\Delta T_c$  es preciso recurrir a la observación directa de las grietas o a la medida del módulo de rotura.

El módulo de rotura es el parámetro más sensible a la degradación de los materiales en la etapa inicial del daño pero no es adecuado para determinar la evolución del daño en un mismo material en la etapa inmediatamente posterior al inicio de la fractura por choque térmico.

El caracter volumétrico del modulo de elasticidad suaviza su respuesta a la densidad de grietas superficiales formadas por choque térmico pero permite evaluar el daño sufrido en el volumen del material.

La observación directa de las grietas es un método

adecuado para la evaluación cualitativa del daño. Su cuantificación - en términos de longitud total de grieta, número de celdas formadas por la red de grietas superficiales y distancia entre grietas - permite diferenciar entre estadíos de daño de un mismo material.

#### Agradecimientos

Este trabajo está enmarcado en el proyecto de la CICYT MAT 499-91

## 6. REFERENCIAS

[1] Hasselman, D.P.H., "Thermal Stress Resistance Parameters for Brittle Refractory Ceramics: A Compendium", Am. Ceram. Soc. Bull., 49, (12), 1033-1037 (1970)

[2] Baudín, C., "Resistencia de los refractarios al choque térmico. I: Aproximación termoelástica y criterio de balance energético", Bol. Soc. Esp. Cer. Vidr., 32, (4), 237-244 (1993)

[3] Baudín, C., "Resistencia de los refractarios al choque térmico. II: Teoría unificada de Hasselman", Bol. Soc. Esp. Cer. Vidr., 32, (5), 293-298 (1993)

[4] Lewis III, D., "Thermal Shock Fatigue Testing of Ceramics with the Water Quench Test", pp 487-493 en Fracture Mechanics of Ceramics, vol 6, Plenum Press, N. York-Londres, 1983

[5] Baudín, C., Miranzo, P., Osendi, M.I., "High Temperature Mechanical Behaviour of 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:2SiO<sub>2</sub> Mullite Based Materials", pp. 369-375 en Third Euroceramics vol 3, Faenza Editrice Iberica S.L., Madrid 1993

[6] Walsh, J.B., "Effect of Cracks on the Compressibility of Rock", J. Geophys. Res., 70, (2), 381-389 (1965)

# PROPAGACION DE GRIETAS POR FATIGA EN COMPOSITES BASADOS EN ALEACIONES HIPEREUTECTICAS AI/Si

# J. Valer Goñi, J.M. Rodriguez Ibabe y J.J. Urcola

# Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa (CEIT) y Escuela Superior de Ingenieros Industriales P°. Manuel de Lardizabal, 15, 20009 San Sebastián (País Vasco)

**Resumen.** En este trabajo se analiza el comportamiento a la propagación de grietas por fatiga de un composite Al/25%Si/5%Cu obtenido mediante conformado semisólido. Se comparan los comportamientos de las microestructuras en condiciones de extruido y en condiciones de tixoformado. En ambos casos, la velocidad de propagación es notablemente superior a la correspondiente a aleaciones con 7%Si obtenidas mediante fundición. La fractura de forma estática de las partículas de Si primario en las proximidades de la punta de la grieta explica la diferencia observada en los dos casos.

Abstract. In the present work the rate of propagation of cracks by fatigue in a metal matrix composite, based in a hypereutectic Al-Si alloy of composition: Al/25%Si/5%Cu, and obtained by semisolid near net shape techniques, has been analysed. Specimens in the as-extruded and thixoformed conditions have been tested. Materials obtained by both routes present a propagation rates much faster than those observed in as-cast Al/7%Si alloys. This difference can be rationalised in terms of the static fracture of primary Si particles in front of the crack.

## **1. INTRODUCCION**

El desarrollo de aleaciones hipereutécticas Al/Si con altos contenidos en Si tiene por objetivo lograr unos materiales con una buena respuesta al desgaste. En la industria del automóvil ha sido habitual la utilización del aleaciones con un ~ 12% Si obtenidas mediante procedimientos convencionales. Sin embargo, un aumento considerable del nivel de Si conduce a la necesidad de utilizar temperaturas elevadas de fusión y, en consecuencia, a la formación de partículas de Si primario de gran tamaño (pueden alcanzar hasta las 500 µm). Estas partículas dan lugar a una disminución importante en las propiedades mecánicas de las aleaciones, originando que las mismas carezcan, en general, de interés práctico. Para subsanar dicho problema, en algunas aleaciones se han introducido elementos que impiden el crecimiento de las partículas primarias. Mediante adiciones de P, por ejemplo, se han comercializado aleaciones con hasta un 17% Si [1]. Otros procedimientos tienen por objeto aprovechar las características tixotrópicas de las aleaciones. promoviendo que la solidificación tenga lugar de forma globular en vez de dendrítica. Una vez solidificado, en un posterior calentamiento hasta una temperatura semisólida (con lo cual, al ser la temperatura inferior a la necesaria en una fundición convencional, la microestructura es mucho más fina), el material vuelve a recuperar sus propiedades tixotrópicas [2]. En esas condiciones ese material es apto para ser conformado ("thixoforming") o inyectado a presión ("thixocasting"), pudiendo lograrse piezas con geometrías semiacabadas [2] que reducen notablemente los costes de mecanizado frente a los procedimientos convencionales de mecanizado a partir de barras.

El presente trabajo tiene por objeto continuar el estudio del comportamiento mecánico de una aleación Al/25%Si/5%Cu que ha sido obtenida mediante el sistema Osprey y que posteriormente ha sido tixoformada en estado semisólido. Las propiedades mecánicas convencionales y la tenacidad obtenidas con esa aleación con diferentes microestructuras se han detallado previamente en las ref. [3, 4].

# 2. TECNICAS EXPERIMENTALES

El material estudiado es un composite de matriz metálica de composición Al/25%Si/5%Cu. Con objeto de que el material presentase una microestructura apta para el conformado semisólido, se procedió a su obtención mediante el proceso de spray formado (Osprey, UK). Los elevados contenidos de Si presentes en la aleación facilitan que durante el spray formado se genere un esqueleto continuo de Si primario que ocasiona unas bajas propiedades mecánicas en el composite. A fin de romper dicho esqueleto, el material fue extruido y a continuación tixoformado a 570°C (Universidad de Sheffield, UK). A esa temperatura, el material está constituido aproximadamente por un 60% de líquido.

La microestructura del composite está constituida por partículas de Si primario, glóbulos de Al-a y por eutéctico con CuAl<sub>2</sub>. El tamaño medio de las partículas de Si en condiciones de extrusión es de ~ 4  $\mu$ m. Después del proceso de tixoformado el tamaño medio crece hasta 9 µm. En consecuencia, durante el proceso del tixoformado tiene lugar un crecimiento importante de las partículas de Si. Debido a este comportamiento de las partículas de Si primario, el calientamiento previo al tixoformado debe realizarse de una forma rápida (habitualmente por inducción), con objeto de no degenerar la fina estructura desarrollada durante el spray formado. En la Fig. 1 se muestran dos micrografias correspondientes a las condiciones de extrusión y de extrusión + tixoformado. Una caracterización microestructural más exhaustiva y el análisis de las propiedades mecánicas convencionales y de la tenacidad se realizó en las ref. [3, 4].

Los ensayos de fatiga se realizaron utilizando probetas CT mecanizadas (W = 36 mm y B = 6 mm) a partir del material extruido (barras de 60 mm de diámetro) y del material tixoformado (placas tixoformadas de 12x 120x 120 mm<sup>3</sup>). Los ensayos se llevaron a cabo en una máquina de resonancia Rumul bajo control de carga con una relación de cargas R = 0,1. La propagación de la grieta se estudió en el rango correspondiente al umbral de fatiga y a la ecuación de Paris de acuerdo con las recomendaciones señaladas en la norma ASTM E 647.

Durante el transcurso del ensayo se procedió a realizar un seguimiento de la trayectoria de la grieta en las superficies laterales de la probeta mediante microscopía óptica. Finalizado el ensayo se procedió a realizar un análisis fractográfico mediante microscopía electrónica de barrido.



Fig. 1. Microestructuras analizadas del material Al/25Si/5Cu: a) extruido y b) extruido + tixoformado.

#### **3. RESULTADOS**

La Fig. 2 corresponde a las curvas  $\Delta K$ -da/dN obtenidas con la estructura extruida y en la Fig. 3 se muestran los resultados obtenidos tras el tixoformado. En ambas gráficas se aprecia que la zona de Paris queda claramente definida, no observándose la existencia de la zona C de aceleración de la velocidad de propagación. Por otra parte, la zona del umbral se caracteriza por presentar notables dificultades en la obtención de puntos situados a muy bajas velocidades de propagación: prácticamente la velocidad disminuye un orden de magnitud en un rango de valores de  $\Delta K$  muy estrecho.



Fig. 2. Curvas  $\Delta$ K-da/dN del material Al/25Si/5Cu extruido.



Fig. 3. Curvas  $\Delta K$ -da/dN del material Al/25Si/5Cu tixoformado

Los valores de las constantes C y m de la ecuación de Paris y el umbral de fatiga  $\Delta K_{th}$  se resumen en la Tabla 1. En dicha tabla se señalan también los valores medios para cada estructura.

**Tabla 1.** Ecuaciones de Paris y umbral de fatiga medidos con R = 0, 1.

material	Probeta	C (*)	m	ΔK <sub>th</sub>
				(MPa√m)
extruido	118FG1	7,4.10 <sup>-16</sup>	9,6	6,4
witte as a c	118FG2	2,1.10 <sup>-15</sup>	9,0	4,8
	media	1,5.10 <sup>-15</sup>	9,2	
	137FG1	4,7.10-17	11,4	4,3
tixoform.	137FG2	1,3.10 <sup>-16</sup>	10,8	4,1
	140FG1	2,4.10 <sup>-14</sup>	7,8	4,8
	media	5,5.10 <sup>-15</sup>	8,6	

(\*) da/dN (m/c) =  $C(\Delta K(MPa\sqrt{m}))^m$ 

En el caso de la estructura tixoformada, en dos probetas el plano de propagación de la grieta se desvió del plano de la entalla en la zona de Paris. Como consecuencia de ello, la pendiente de la curva de Paris fue ligeramente superior a la obtenida para el caso en el que no hubo desviación (probeta 140FG1). Esta tendencia de la grieta a desviarse del plano de la entalla no se ha apreciado en las microestructuras sólo extruidas.

El análisis de la propagación de la grieta, mediante detenciones en el transcurso del ensayo, pone de manifiesto la existencia de partículas de Si fracturadas en la zona de material situada delante de la grieta dentro del rango correspondiente a la ecuación de Paris. En el posterior avance de la grieta, ésta se desvía "buscando" las partículas fracturadas. Un ejemplo de este proceso se puede observar en la Fig. 4.

El estudio fractográfico muestra la existencia de varias diferencias entre los comportamientos de las dos microestructuras y entre las zonas del umbral y de Paris. En la zona del umbral, en todos los casos se aprecia la existencia de una importante cantidad de óxidos, con lo cual, si bien no se ha medido, puede afirmarse que hay cierre de grieta.

Dentro de cada microestructura, excepto la presencia de óxidos, no existen diferencias apreciables entre la zona de Paris y el umbral. Sin embargo, comparando el material extruido y el tixoformado, se constata que en este último la fracción volumétrica de partículas de Si presentes en la superficie de fractura es superior, tal y como puede apreciarse al comparar las Figs. 5 y 6.



Fig. 4. Desviación de la grieta dirigiéndose hacia una partícula de Si previamente fracturada.

Para finalizar, en los dos tipos de microestructura, pero fundamentalmente tras el tixoformado, se observan importantes cambios de plano en los que aparecen unos detalles fractográficos, situados sobretodo en planos verticales, que no son comparables con las estrías (éstas aparecen en zonas muy restringidas) y que tampoco se encuentran en las superficies de fractura de ensayos estáticos (Fig. 7).



Fig. 5. Fractografía correspondiente a la zona de Paris del material extruido. La flecha indica la dirección de propagación macroscópica de la grieta.



**Fig. 6.** Fractografía correspondiente a la zona de Paris del material tixoformado. La fracción volumétrica de partículas de Si primario es superior a la existente en la Fig. 5.




Fig. 7. Detalle fractográfico poniendo de manifiesto cambios de plano en la zona de Paris (material tixoformado).

## 4. DISCUSION

Los resultados obtenidos para el umbral de fatiga y la ecuación de Paris ponen de manifiesto que no existen diferencias importantes entre las dos microestructuras analizadas. En consecuencia, desde el punto de vista de propagación por fatiga, la diferencia existente entre los tamaños de las partículas de Si primario no parece tener relevancia. Los valores de los umbrales, entre 4 y 5 MPa $\sqrt{m}$ , son muy similares a los obtenidos con otros tipos de aleaciones de Al reforzadas con partículas [5]. Sin embargo, en cuanto a la ecuación de Paris tanto el exponente m como el coeficiente C son elevados si se comparan con los correspondientes a otros tipos de aleaciones de Al.

En la bibliografía existe una gran dispersión entre los resultados de velocidades de propagación medidos en aleaciones Al/Si obtenidas mediante fundición [6, 7] (con un 7% de Si). Sin embargo, comparando con los resultados obtenidos en el presente trabajo se constata que si bien los exponentes son muy similares [6], los valores del coeficiente de la ecuación de Paris son notablemente más elevados (en la ref. [6], para la aleación A356-T6 m= 8,0 y C = 5,4.10<sup>-17</sup>).

La elevada presencia de partículas de Si en la superficie de fractura y la constatación (Fig. 4) de que las mismas se fracturan (por lo menos en la zona de Paris) de forma estática antes de que llegue la grieta, ponen de manifiesto que en todo el rango de la ecuación de Paris hay un gran predominio de modos estáticos de fractura. Si se considera que todas las partículas están fracturadas antes de que llegue la grieta, la sección efectiva que tendrá que atravesar la grieta será notablemente menor. Tomando la ecuación propuesta por Bompard y François [8]:

 $\frac{da}{dN} = \frac{C(\Delta K)^m}{D^{m+1}}$ 

donde D es la relación entre el área efectiva y el área total (en este caso si todas las partículas están rotas, D  $\approx 0,7$ ), se puede justificar, tomando m = 9, la diferencia existente entre los valores del coeficiente de la ecuación de Paris entre las aleaciones Al/7%Si y la aleación Al/25%Si/5%Cu.

En consecuencia, desde el punto de vista de propagación de grietas, las partículas de Si primarias existentes en la aleación Al/25%Si/5%Cu se fracturan de una forma estática y no proporcionan, tal como sucede en otros tipos de aleciones de Al reforzadas mediante partículas, mejoras en el comportamiento a fatiga [9].

## **5. CONCLUSIONES**

El estudio realizado del comportamiento a fatiga de la aleación Al/25%Si/5%Cu conduce a las siguientes conclusiones:

- la velocidad de propagación en la zona de Paris y el valor del umbral de fatiga es muy similar en las estructuras obtenidas mediante extrusión y mediante tixoformado. En consecuencia, el tamaño de las partículas de Si primario, dentro del rango estudiado, no ejerce efecto alguno.

- comparando con aleaciones Al/7%Si obtenidas mediante fundición, en la aleación Al/25%Si/5%Cu la velocidad de propagación en la zona de Paris es notablemente superior.

- esa diferencia en el comportamiento a fatiga puede explicarse debido a la elevada presencia de partículas de Si en la superficie de fractura y a la constatación de que las mismas se fracturan de forma estática en las proximidades de la punta de la grieta.

#### 6. REFERENCIAS

- [1] Polmear, I.J., Light Alloys. Metallurgy of the light metals", E. Arnold, (1981).
- [2] Flemings, M.C., Metall. Trans., 22A, 957-981 (1991).

- [3] Valer, J., Rodriguez, J.M. y Urcola, J.J., Anales de Mecánica de la Fractura, 11, 370-376 (1994).
- [4] Valer, J., Rodriguez, J.M. y Urcola, ECF 10-Structural Integrity: experiments, models and applications (ed. K.H. Schwalbe y C. Berger), Berlin, 1181-1186 (1994).
- [5] Davidson, D.L., Engng. Fract. Mech., 33, 965-977 (1989).
- [6] Wigant, C.C. y Stephens, R.I., Fatigue 87, (ed. R.O. Ritchie y E.A. Starke), EMAS, vol.1, 165-174 (1987).
- [7] Kumai, S., Hu, J., Higo, Y. y Nunomura, S., 3rd Int. Conf. on Aluminium Alloys, 569-573.
- [8] Bompard, P.H. y François, D., Advances in Fracture Research (ed. S.R. Valluri et al.), vol. 3, 2049-2055 (1984).
- [9] Sugimura, Y. y Suresh, S., Metall. Trans., 23A, 2231-2242 (1992).

# "INFLUENCIA DE DIFERENTES FACTORES SOBRE EL VALOR DE LA ENERGIA DISIPA-DA EN ROTURAS INTERLAMINARES DE MATERIALES COMPUESTOS CARBONO/ EPOXI".

#### J. M. Pintado S.

# Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial, E. T. División de Materiales y Estructuras. Cra. Ajalvir P.K. 4'5, 28850 Torrejón de Ardoz, Madrid

**Resumen.** Durante los últimos años ha ido creciendo de forma considerable la importancia atribuida a las delaminaciones como uno de los procesos dominantes de fallo comúnmente hallados en laminados de material compuesto. Esta breve comunicación presenta algunos resultados experimentales correspondientes al valor de "G" (energía disipada por unidad de superficie de fractura generada) medido en fracturas interlaminares de materiales compuestos carbono/epoxi actualmente empleados en estructuras primarias aeroespaciales. Se pretenden evaluar de forma empírica las posibles diferencias de comportamiento durante la fractura debidas, tanto a la propia estructura del material (secuencia de apilamiento, propiedades de fibras y matriz, etc.), como a la influencia de variables extrínsecas, tales como agua absorbida por el material, velocidad y forma de aplicación de carga (modo-I, modo-II y modo-I+II), temperatura de ensayo, morfología de la delaminación iniciadora, etc..

Abstract. During last years, the attributable importance to delaminations as one of the dominant failure processes that can be ussually found in composite material laminates, has growth in a considerable way. This brief communication presents some experimental results corresponding to "G" value (fracture surface energy release rate) as measured during interlaminar fracture of carbon/epoxy composite materials that are used in actual aerospace primary structures. Possible fracture behaviour differences arising from the whole material structure (stacking sequence, fiber and matrix properties, etc.) and/or influence of extrinsecal variables like material absorbed water, speed and way of load application (mode-I, mode-II and mode-I+II), test temperature, shape of starting notch, etc., are empirically evaluated.

## **1. INTRODUCCION**

La problemática planteada por el crecimiento de grietas interlaminares o delaminaciones es tema fundamental en la evaluación de laminados de material compuesto de cara a la estimación de duración y tolerancia al daño de estas estructuras. La experiencia de los constructores de aeronaves ha llevado a la conclusión de que, cuando se realiza un ensayo para explorar los mecanismos de fallo en estructuras de material compuesto, la delaminación resulta ser el tipo de crecimiento de daño más importante en la limitación de la vida operativa de componentes estructurales realizados con estos nuevos materiales.

Una baja tenacidad a fractura interlaminar es causa fundamental de problemas de suma importancia, tales como una mala resistencia a compresión en el plano, delaminaciones internas y de borde o baja resistencia al impacto, problemas todos ellos que limitan en muchos casos las posibilidades de un empleo más generalizado de estos materiales.

Al plantearse su utilización, el aspecto de cómo se manifiesta el fenómeno de fractura, es decir, de cómo se comporta el material compuesto (punto de vista del utilizador, típico de la ingeniería de diseño y cálculo estructural), debe resolverse, al igual que con cualquier otro material estructural, mediante la cuantificación de diferentes aspectos de su comportamiento mecánico bajo ciertas condiciones de ensayo, tratándose, en principio, de un conocimiento empírico basado en los resultados obtenidos mediante el proceso de caracterización de un material concreto y perfectamente definido.

En el caso concreto que se trata en esta comunicación, la fractura interlaminar suele caracterizarse mediante la determinación del valor de la variación de energía necesaria para generar una unidad de superficie de fractura. El concepto de energía liberada por unidad de superficie de fractura generada, G, utilizado con éxito para caracterizar la "resistencia a fractura" de materiales isótropos, se utiliza asimismo en el caso de la fractura de los materiales compuestos fibrosos, a pesar de la gran diferencia en el comportamiento micromecánico en fractura de ambos tipos de material.

En principio y en términos generales, la aplicación de la mecánica lineal elástica de fractura al crecimiento genérico de grietas en materiales compuestos presenta serias dificultades, debido no sólo al elevado grado de anisotropía que complica el análisis de esfuerzos, sino al problema fundamental de que, por una parte, la grieta no suele propagarse de forma auto-consistente y, por otra, la zona de daño en punta de grieta a menudo se extiende sobre un gran volumen del material, invalidando, por consiguiente, la aplicabilidad del método.

Sin embargo, la delaminación o crecimiento interlaminar de grieta (al menos desde un punto de vista macroscópico) es uno de los pocos casos en que la mecánica de fractura puede aplicarse al estudio macroscópico del fallo en determinados laminados de material compuesto, pues se suele producir un crecimiento de grieta bastante autoconsistente. Cualquier micromecanismo que absorba energía incrementará la "resistencia a fractura" del material y una zona de daño mayor producida en punta de grieta dará como resultado mayor tenacidad y tolerancia al daño.

La iniciación y crecimiento de una grieta interlaminar puede producirse bajo tracción (modo-I), cortadura (modo-II), desgarro (modo-III) y/o una combinación de varios o todos ellos, produciendo una progresiva degradación de la rigidez de la estructura y pudiendo eventualmente conducir al fallo total. Debe tenerse presente que el constituyente "débil" del material compuesto es la matriz y ésta precisamente debe soportar los esfuerzos interlaminares.

## 2. MATERIALES Y PROBETAS.

Con el fin de evaluar la influencia de algunas variables intrínsecas del material sobre su "resistencia a la fractura" interlaminar, se han escogido cuatro diferentes preimpregnados carbono/epoxi (en concreto: AS4/3501-6, UHM/ 3501-6, AS4/8552 e IM7/8552) de amplia utilización en estructuras aeroespaciales, pero que presentan diferencias importantes en las características mecánicas fundamentales de sus constituyentes. Las propiedades básicas de las fibras y matrices utilizadas se presentan en las tablas 1 y 2 respectivamente.

Todos los preimpregnados en forma de cinta unidireccional se laminaron en un área limpia con secuencias  $[0]_{20}; [0]_{24};$  $[90/(0)_g/90]_s; [90/(0)_g/90/090/(0)_g/90/0]$  y  $[\pm 45/(0)_g/-45/$  $45]_s$  y, tras realizar la correspondiente bolsa de vacío (sin sangrado), se curaron en un autoclave mediante un ciclo con un curado isotermo de 70 minutos a 120°C y 6 bares de presión absoluta seguido de otra meseta isoterma de 120 minutos a 180°C y 7 bares de presión absoluta, para construir paneles de 380 x 305 mm y unos 3 mm de espesor. Los contenidos volumétricos en fibra determinados experimentalmente, estuvieron comprendidos entre el 55% y el 60% en todos los casos y los contenidos volumétricos en microvacíos fueron siempre menores del 1%.

FIBRA	AS4	UHM	IM7
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	1'78	1'88	1'78
Diámetro (µ)	7	4'5	5
Sección (forma)	Circular	Circular	Circular
Resist. Tracc. (MPa)	4000	3795	5382
Módulo Tracc. (GPa)	235	449	276
Deform. última (%)	1'6	0'8	1'8

Tabla 1. Algunas propiedades de las fibras utilizadas.

MATRIZ	3501-6	8552
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	1'27	1'30
G <sub>Ic</sub> (J/m <sup>2</sup> )	130	680
Resist. Tracc. (MPa)	68'95	120'7
Módulo Tracc. (GPa)	4'433	4'668
Deform. última (%)	1'7	4

Tabla 2. Propiedades de matrices 3501-6 y 8552. (Datos del fabricante).

Los paneles curados, de los que se cortaron mediante disco diamantado las probetas correspondientes a los ensayos de crecimiento de grieta interlaminar, se prepararon incluyendo en su plano medio una delaminación iniciadora, en forma de una lámina de tejido desmoldeante de espesor de 75  $\mu$ m.

Las probetas de forma rectangular y dimensiones 150 mm x 25 mm se cortaron de cada panel de forma que el eje principal de éste coincidiera con el longitudinal de aquéllas, por lo que las secuencias de apilamiento de las probetas son las que ya se indicaron para los laminados. Todas tienen en su plano medio una delaminación artificial iniciadora con una longitud de 50 mm en el caso de las probetas de tipo "Flexión con Entalla Final" (FEF) (figura 1) y de 60 mm en el de las de tipo "Viga Doble en Voladizo" (VDV) (figura 2) y "Flexión en Modo Mixto" (FMM) (figura 3). Estas últimas presentan, además, un corte en el extremo delaminado y para la semiprobeta inferior de 41 mm medidos desde el citado extremo.



**Figura 1.** Dimensiones de la probeta tipo "Viga Doble en Voladizo" (VDV).

## 3. METODOS DE ENSAYO Y CONDICIONES EX-PERIMENTALES

Las curvas de respuesta carga-desplazamiento de cada probeta se obtuvieron mediante un registro X-Y, empleando para llevar a cabo los ensayos una máquina universal de tipo hidraúlico MTS 810, controlada en modo de desplazamiento con velocidad constante de 0'042 mm/s en todos los casos, excepto en aquellos en que se pretendía evaluar la posible influencia de la velocidad de aplicación de carga, para los que se fijaron velocidades constantes de 1'000 mm/s y 10'00 mm/s. Como medida del desplazamiento se utilizó el del puente de la máquina, previa calibración de la flexibilidad del conjunto máquina de ensayos-utillaje. Una vez medidas las probetas, se marcan en su canto para situarlas en el utillaje de ensayo de forma adecuada y poder realizar la calibración en flexibilidad (C = f(a)) de una probeta de cada muestra.



**Figura 2.** Dimensiones y condición de carga de la probeta para ensayo de "Flexión con Entalla Final" (FEF).

La mayor parte de los ensayos se realizaron a temperatura ambiente sobre probetas "secas" (0% en peso de contenido en agua), aunque el material AS4/3501-6 se ensayó asimismo a temperaturas de -60°C, 160°C y 200°C y, en algunos casos, con probetas "húmedas" (1'6% en peso de contenido en agua), habiéndose previamente secado en estufa a 70°C las probetas "secas" y acondicionado en cámara climática a 70°C y 95% de humedad relativa las "húmedas". Se ensayaron al menos 6 probetas para cada conjunto de condiciones experimentales.

En el ensayo con probeta de tipo "Viga Doble en Voladizo" (VDV), la carga de tracción se introduce perpendicularmente al plano del laminado mediante dos piezas de acero que se fijan a cada semiprobeta en el extremo delaminado y se unen a la máquina de ensayos con sendas articulaciones. Para los ensayos de las probetas de tipo "FEF" y "FMM", se utilizó un utillaje de flexión en tres puntos diseñado y construido al efecto, colocando las probetas cuidadosamente sobre dicho útil de forma que la carga se introduce tal como se indica en las figuras 2 y 3, consiguiendo esfuerzos de cortadura pura en el plano de la delaminación en el primer caso y una combinación de cortadura y tracción en el segundo, con una contribución teórica del 43% correspondiente a cortadura.

En el caso de las probetas de tipo FEF y FMM y salvo para aquéllas utilizadas precisamente a fin de estudiar la influencia sobre el valor experimental de "G" del fondo de la delaminación iniciadora, ésta se prolongó bajo modo-I



**Figura 3.** Dimensiones y condición de carga de la probeta para ensayo de "Flexión Modo Mixto" (FMM).

una pequeña distancia con el fin de lograr un fondo de grieta iniciadora "natural".

En relación con los procedimientos experimentales empleados, hay que considerar que las curvas de calibración de flexibilidad para modo-I se obtienen con probetas en las que está garantizada la ausencia total de efectos de puenteo en la delaminación iniciadora, ya que se determinan sin haber prolongado ésta y antes de hacer crecer la grieta interlaminar. Para el caso de los ensayos bajo modo combinado, la calibración de flexibilidad también se realiza antes de haber hecho crecer la delaminación, pero habiendo prolongado previamente bajo modo-I la delaminación inciadora, lo que en algunos casos y debido a efectos de macropuenteo por bandas de fibras entre las caras de la delaminación, da lugar a una curva de calibración en la que las flexibilidades medidas son menores de las que realmente se obtendrían de no existir el efecto de "macropuenteo". Finalmente y para los ensayos bajo modo-II, la validez de la curva de calibración de la flexibilidad (obtenida después del crecimiento de la delaminación) es muy dudosa en las probetas del tipo 45/45, razonablemente buena en las probetas del grupo 0/0 y discutible para el resto de probetas (90/90 y 90/0).

## 4. RESULTADOS Y DISCUSION

La reducción de los datos experimentales para la obtención de los valores de "G" se realizó a partir de los registros carga-desplazamiento (P- $\delta$ ) obtenidos en cada ensayo, midiendo sobre ellos la carga correspondiente al comienzo de crecimiento de la grieta interlaminar, Pc, la flexibilidad, C, y la energía disipada durante el crecimiento de la delaminación (área bajo la curva P- $\delta$ ), en combinación con las correspondientes medidas de longitudes de grieta inicial y final y superficie delaminada sobre cada probeta ensayada.

Con estos datos se calculó el valor medio de "G" correspondiente a cada muestra, utilizando la teoría lineal elástica de vigas en flexión, el método de la calibración de la flexibilidad de las probetas y el método directo de las áreas, habiéndose resumido los resultados más representativos en las figuras 4 a 11 que pretenden mostrar alguna de las tendencias cualitativas observadas en los ensayos.

Los valores de G calculados en este trabajo mediante teoría de vigas en flexión y calibración de la flexibilidad son valores de "inicio", es decir, correspondientes al momento de comenzar el crecimiento de la grieta interlaminar a partir de la grieta o delaminación "iniciadora". Son válidos en tanto en cuanto se cumplan las hipótesis que permitan utilizar teoría lineal elástica de vigas en flexión, la grieta sea realmente interlaminar y se trate de una sola grieta que comience a crecer de forma autoconsistente y sin efectos de "puenteo". Dependen de cómo sea el fondo de la delaminación iniciadora, de si las caras de la delaminación iniciadora se encuentran "puenteadas" por "bandas" o haces de fibras y en qué cantidad y, muy posiblemente, de la uniformidad, rectitud y perpendicularidad respecto al eje de la probeta del fondo de la grieta iniciadora.

Los valores de G calculados por el método directo de las

áreas, representan un valor medio de energía disipada por unidad de superficie de fractura generada durante toda la propagación de la grieta, desde la longitud inicial hasta la final. Por consiguiente y en principio, cabe esperar que estos valores sean, en términos generales y si se presentan efectos de "puenteo", superiores a los de inicio y, de hecho, cuando se comparan valores realmente correspondientes a grietas interlaminares, tanto en inicio como en crecimiento y cuando realmente sólo se observan efectos de "puenteo" al crecer la grieta, los valores obtenidos por el método de las áreas son superiores a los correspondientes a teoría de vigas en flexión y curva de calibración.

Cuando las hipótesis de partida utilizadas para deducir los métodos teóricos de reducción de datos se cumplen y la delaminación crece de forma autoconsistente y sin efectos de "puenteo", los valores proporcionados por la teoría de vigas en flexión, calibración de la flexibilidad y método directo de las áreas son similares, lo que suele suceder en interláminas 0/0 (figura 4).



**Figura 4.** Valores de G para material AS4/3501-6 "seco" e interlámina 0/0 obtenidos a 23°C y 1'000 mm/s.

La razón de que el valor de  $G_{I+II}$  sea mayor para el método de las áreas que los de teoría de vigas y flexibilidad (figura 4), puede explicarse por el hecho de que en las probetas de tipo FMM (modo-I+II), al crecer la grieta interlaminar se produce un crecimiento intralaminar de grieta, paralelo al plano medio de la probeta y por la lámina orientada a 0°, apareciendo considerable "macropuenteo" paralelo mediante grupos de fibras orientadas a 0° que van contribuyendo a tener que aumentar la energía elástica necesaria para seguir haciendo crecer la delaminación, con lo que el valor medio de G (método de las áreas) aumenta al ir creciendo la delaminación.

Los resultados muestran (figuras 4, 5 y 10) que el valor de G obtenido experimentalmente para el conjunto de ensayos realizado sobre material AS4/3501-6, es siempre considerablemente mayor para modo-II "puro" de crecimiento de grieta interlaminar que para modo-I "puro"; en el caso de modo-I+II o combinado, se obtiene generalmente un valor intermedio entre los dos anteriores, bastante más cercano al correspondiente a modo-I que a modo-II (figuras 4, 5, 10 y 11).

En general (figuras 5, 9 y 11), los valores experimentales de G (calculados por el método de las áreas) para interlámina 45/45 han sido, en todos los casos considerados, bastante mayores que los correspondientes a interlámina 0/0. Esto es consistente con el hecho de que la superficie



Figura 5. Valores de G para material AS4/3501-6 "seco" obtenidos a 23°C y 0'042 mm/s (método de las áreas).

real de fractura generada incluye delaminaciones superpuestas sobre varios planos a la vez y considerables efectos de "macropuenteo" por bandas de fibras a 45°, factores ambos que conducen a incrementar artificialmente el valor de G deducido por el método de las áreas.

A la vista de los resultados mostrados en la figura 6, la velocidad de aplicación de la carga, entre 0'042 mm/s y unos 10'00 mm/s, no parece influir sobre los valores de  $G_{rr}$ obtenidos mediante probetas de tipo FEF y correspondientes a material AS4/3501-6 con secuencia [0], tanto seco como húmedo (figura 11) y ensayado a temperatura ambiente. La aparente tendencia de  $G_n$  a disminuir en algunos casos al aumentar la velocidad de aplicación de carga parece ser artificial, consecuencia de la inercia del registro X-Y utilizado para la adquisición de datos. En efecto, en la figura 6 se puede apreciar la diferencia en el valor de G según la teoría de vigas para una velocidad de 10 mm/s cuando se realiza el cálculo a partir del valor de carga máximo de la curva carga-desplazamiento suministrada por el registro X-Y y cuando se utiliza el valor proporcionado por el sistema electrónico de captura del máximo del equipo de ensayo (valor indicado con un asterisco).



**Figura 6.** Valores de  $G_{n}$  para material AS4/3501-6 "seco" e interlámina 0/0 obtenidos a 23°C.

La figura 7 parece confirmar el hecho intuitivo de que una matriz más tenaz (8552) conduce a mayores valores de G, pero esta afirmación debe hacerse con suma cautela. En efecto, en dicha figura resulta notable la disminución que sufre el valor de  $G_{II}$  por el hecho de haber reforzado la misma matriz 3501-6 con fibras de carbono de alto módulo (UHM) en vez de con fibras de alta resistencia (AS4). Este resultado parece poner de manifiesto que no es únicamente la matriz el constituyente responsable de la tenacidad a fractura interlaminar de un laminado de material compuesto, sino que la interacción de la matriz con las fibras es, asimismo, factor esencial a considerar.

Por otro lado, los resultados que se muestran en la figura 8 para la matriz 3501-6 indican que el fondo de la delaminación iniciadora para los ensayos de crecimiento de grieta interlaminar con probeta de flexión con entalla final (FEF), tiene una gran influencia sobre los resultados obtenidos, al menos para los materiales y condiciones de ensayo considerados en la investigación realizada y de modo que, si no se consigue un fondo "natural" de grieta iniciadora, los valores de G obtenidos de la reducción de los datos experimentales resultan artificialmente elevados, pudien-do llegar a ser del orden de 2 a 3 veces los correspondientes a fondos de grieta "naturales".



**Figura 7.** Valores de  $G_{II}$  para material "seco" e interlámina 0/0 obtenidos a 23°C y 0'042 mm/s.



**Figura 8.** Valores de  $G_{II}$  para material "seco" e interlámina 0/0 obtenidos a 23°Cy 0'042 mm/s.

También resulta ilustrativo el hecho (figuras 7 y 8) de que el valor de  $G_{II}$  correspondiente a los materiales con matriz 8552, sea del mismo orden que el obtenido para material AS4/3501-6 con fondo de grieta iniciadora artificial, pero es que en los ensayos bajo modo-II de los materiales con matriz 8552, no se consiguió prolongar la delaminación iniciadora bajo modo-I y, en alguna probeta en que se logró, el valor de  $G_{II}$  obtenido fué similar al correspondiente a material AS4/3501-6, lo que parece indicar que la matriz modificada es posiblemente mucho más resistente al crecimiento de grieta interlaminar bajo modo-I que la matriz 3501-6 que no está modificada, pero de resistencia parecida en relación con el crecimiento de grieta interlaminar bajo modo-II, poniendo de nuevo este hecho de manifiesto la gran importancia que la interacción fibra-matriz tiene en la respuesta del material frente a este modo de crecimiento de grieta interlaminar. Estos resultados, aunque escasos como para realizar afirmaciones concluyentes, ponen sobre el tapete el tema de si realmente compensa modificar una matriz epoxi para mejorar su tenacidad a costa de perder propiedades (hecho que suele ser usual en los sistemas actuales) de tipo húmedo/caliente, ya que parece existir un umbral por encima del que el valor de  $G_{rr}$ depende poco de la matriz y mucho de la interacción fibra matriz. El problema, sin duda, requiere posteriores investigaciones.

Los valores (figura 9) de G obtenidos para modo-II e interláminas del tipo 0/90 (incluye laminados 90/90 y 90/ 0) son en general menores que los obtenidos para interlámina 0/0, lo que podría explicarse en base a una mayor activación del micromecanismo de fallo por despegado de la interfase fibra-matriz y, al mismo tiempo, una menor incidencia del efecto de "micropuenteo", al presentar la interlámina 0/90 ausencia de interpenetración de fibras. Esta interlámina presenta, asimismo, una menor incidencia del mecanismo de microagrietamiento múltiple de la matriz, es decir, las fibras orientadas a 90° respecto al eje de la probeta parecen facilitar el desarrollo de mayores planos locales de descohesión de la matriz y promover el despegado por la interfase, dando lugar a una superficie de fractura con menor número de "escamas", quizás de mayor desarrollo y con mayor cantidad de roturas de entrecara.

La disminución aun mayor del valor de  $G_{II}$  a temperatura de -60°C, especialmente en las probetas de secuencia [90/ $0_g/90]_s$ , puede explicarse considerando que el efecto recién mencionado en el párrafo anterior se acentúa debido a la "enfragilización" de la matriz a baja temperatura, debiendo además añadirse, en este caso concreto, un posible efecto de borde puesto de manifiesto por la "línea de interacción" observada en las roturas de las probetas y que divide en dos zonas la superficie delaminada (esa "línea" desaparece casi en su totalidad en las fracturas a temperatura ambiente). Es muy posible que en la zona externa a la línea de interación haya existido una componente de modo-I que, al hacer crecer la grieta bajo modo mixto,





En lo referente al elevado valor obtenido a 200°C por el método de las áreas para la muestra de secuencia  $[90/0_g/90/0/90/0_g/$ 

El incremento de  $G_{II}$  con un aumento de la temperatura de ensayo es considerable para los laminados del grupo 45/ 45, especialmente al superar la transición vítrea de la matriz, pudiendo achacarse este hecho a un aumento de los efectos de "macropuenteo" por bandas de fibras de las caras de la fractura, efecto que es considerablemente mayor y más generalizado (mayor cantidad de haces de fibras, más estrechos y con mayor número de planos de despegue) a 200°C que a 160°C.



Figura 10. Valores de G para material AS4/3501-6 "seco" e interlámina 0/0 obtenidos a 0'042 mm/s (Mét. áreas).

En la figura 10 puede apreciarse la aparentemente nula influencia de la temperatura de ensayo sobre el valor de G medio de propagación para modo-II e interlámina 0/0 y la escasa influencia para modo-I+II pudiendo únicamente decirse para este último caso que "G" se eleva algo en el ensayo a 160°C, en que las fracturas muestran un incremento claro (pero en todo caso escaso) de efectos de "micropuenteo" y rotura de fibras, factor que, indudablemente, contribuye a incrementar la energía consumida por unidad de área de fractura generada.

En las probetas "húmedas" del material AS4/3501-6 y según los resultados resumidos en la figura 11 para el caso de propagación (método de las áreas), parece existir una cierta tendencia a un aumento del valor de G respecto a las "secas", al menos a temperatura ambiente, y para interláminas 0/0, pudiendo explicarse tal variación por el hecho de que el agua absorbida por la matriz plastifica ésta y, además, debilita en general el enlace fibra matriz. Ambos efectos podrían contribuir a incrementar la energía disipada durante la fractura interlaminar, el primero de ellos aportando mayor capacidad de deformación plástica a la matriz durante su descohesión, aumentando quizás la superficie ("rugosidad") de fractura generada a nivel mi-



**Figura 11.** Valores de G a 23°C para material AS4/3501-6 obtenidos a 0'042 y 1'00 mm/s por el método de las áreas.

croscópico y el segundo facilitando el despegado fibramatriz, efecto que, además de incrementar la superficie de fractura generada a nivel microscópico, facilita en cierta medida el efecto de "micropuenteo".

Para las interláminas del grupo 0/90, no sólo crece considerablemente el valor de  $G_{II}$  en relación con las mismas probetas "secas", sino que también es algo más elevado que el obtenido para las "húmedas" e interlámina 0/0.

## **5. CONCLUSIONES**

Cuando las hipótesis de partida utilizadas para deducir los métodos teóricos de reducción de datos se cumplen y la delaminación crece de forma autoconsistente y sin efectos de "puenteo", los valores proporcionados por la teoría de vigas en flexión, calibración de la flexibilidad y método directo de las áreas son similares.

Para las delaminaciones a lo largo de la interlámina 0/0 y modo-II puro, puede concluirse que el valor de G obtenido con material AS4/3501-6 (del orden de los 700 J/m<sup>2</sup>), parece depender poco del conjunto de variables considerado en la investigación y para los rangos de sus valores estudiados.

El valor de G obtenido experimentalmente para el conjunto de ensayos realizado sobre material AS4/3501-6, es siempre considerablemente mayor para modo-II "puro" de crecimiento de grieta interlaminar que para modo-I "puro"; en el caso de modo-I+II o combinado, se obtiene generalmente un valor intermedio entre los dos anteriores.

El constituyente responsable de la tenacidad a fractura interlaminar de un laminado de material compuesto no es únicamente la matriz, sino que la interacción de ésta con las fibras es, asimismo, factor esencial a considerar.

El fondo de la delaminación iniciadora para los ensayos de crecimiento de grieta interlaminar con probeta de flexión con entalla final (FEF), tiene una gran influencia sobre los resultados obtenidos, de modo que, si no se consigue un fondo "natural" de grieta iniciadora, los valores de G obtenidos de la reducción de los datos experimentales resultan artificialmente elevados.

## "CARACTERES O RASGOS MICROFRACTOGRAFICOS EN ROTURAS INTERLAMINARES DE MATERIALES COMPUESTOS CARBONO/EPOXI".

## J. M. Pintado S.

## Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial, E. T. División de Materiales y Estructuras. Cra. Ajalvir P.K. 4'5, 28850 Torrejón de Ardoz, Madrid

**Resumen.** En elementos de estructura construidos con materiales compuestos, las delaminaciones son en muchos casos el motivo principal del fallo y, en otros, pueden representar fracturas secundarias formadas durante el proceso global de fallo. La capacidad para identificar el origen, dirección y sentido de crecimiento en tales fracturas interlaminares es crucial para comprender su significado y reconstruir la secuencia de eventos que condujo al fallo. Esta comunicación examina de forma breve y meramente descriptiva algunas particularidades de los caracteres o rasgos microfractográficos asociados a fracturas interlaminares en materiales carbono/epoxi actualmente empleados en estructuras primarias aeroespaciales. La correcta identificación e interpretación de esos caracteres permite fijar el modo de propagación de grieta que operó durante el fallo interlaminar, el micromecanismo de fallo activado, el origen geométrico del fallo, etc., pudiéndose llegar así a conclusiones en relación con las posibles causas del fallo y la efectividad de las medidas investigadas para prevenir o dificultar en cada caso las roturas interlaminares.

Abstract. For structural elements manufactured with composite materials, delaminations are in a big number of cases the main failure cause and, in other cases, can represent secondary fractures originated during global failure process. The capability to identify origin and growth direction in such interlaminar fractures is critical to understand his significance and be able to reconstruct the sequence of events that leadto the failure. This presentation considers in a brief and merely descriptive way some microfractographical features corresponding to interlaminar failures in carbon/epoxy materials that are used in today primary aerospace structures. The rigth identification and interpretation of such features, allows to fix crack propagation mode operating during interlaminar failure, the activated failure micromechanism, failure geometrical origin, etc., that, in turn, gives conclusions regarding probable failure causes and the effectivness of the investigated measures to prevent or avoid in each case the interlaminar fractures.

## **1. INTRODUCCION**

Cuando se pretende la utilización de los materiales en aplicaciones estructurales, resulta indispensable conocer en detalle y con fiabilidad su capacidad para soportar y transmitir cargas satisfactoriamente en condiciones operativas reales, así como la conservación de esta capacidad a lo largo de su vida de servicio, lo que lleva inmediatamente a la necesidad de comprender el fenómeno de fractura de los mismos, ya que el valor de la resistencia a la rotura, en las condiciones mecánico-ambientales en que se produzca o que la hayan precedido, marca el límite último que no debe sobrepasarse.

El fenómeno de fractura debe ser considerado en sus aspectos básicos, abordándolo tanto desde el punto de vista de empleo (comportamiento) de un material avanzado, es decir, de cómo se manifiesta el fenómeno y cuantificación de este comportamiento, como desde el punto de vista de la ciencia básica de los materiales, es decir, de porqué y cómo se produce el fenómeno y su interpretación cualitativa y cuantitativa. Este último problema en los materiales compuestos es realmente complicado. Al ser el material compuesto heterogéneo, los mecanismos de desarrollo de grieta son particularmente complejos, siendo el fallo resultado de varios posibles micromecanismos de rotura, dependiendo fundamentalmente de las propiedades de los elementos microestructurales de dicho material y de su distribución geométrica, el tipo de mecanismo que se da y la extensión en que actúa durante el fallo del material. Las propiedades mecánicas de resistencia y la apariencia de la superficie de fractura, dependerán de cual de esos micromecanismos (deformación y agrietamiento de la matriz, despegado de entrecaras, extracción y rotura de fibras, etc.) dominen el proceso global de fractura.

Para poder entender el "porqué" y "cómo" del fenómeno de fractura en los materiales compuestos y poder llegar a establecer modelos micromecánicos de dicho comportamiento (modelo físico), el primer paso es el de adquirir un conocimiento cualitativo del fenómeno y para ello, la microfractografía se presenta como la más útil, eficaz e importante de las herramientas analíticas básicas que pueden utilizarse para tratar de establecer relaciones entre la estructura del material y su resistencia y comportamiento durante el fallo, contribuyendo de manera fundamental al desarrollo de capacidades interpretativas que permitan identificar y establecer los mecanismos de fallo operantes en los materiales compuestos. Esta "capacidad interpretativa" tiene una aplicación directa e inmediata no sólo al análisis de fallos en servicio, sino también a la selección, optimización y desarrollo de materiales, a la elaboración de modelos micromecánicos de respuesta del material, a la validación y mejora de los "criterios de fallo" utilizados en el diseño y análisis estructural de elementos realizados en material compuesto, etc..

Idealmente, un ensayo mecánico-ambiental de una probeta o muestra debería ir seguido siempre del análisis fractográfico de la rotura para así obtener, además del conocimiento de cómo se comportó (resultado del ensayo mecánico-ambiental), el conocimiento de porqué se comportó de determinada manera (resultado del análisis fractográfico).

El conocimiento cualitativo de los diversos micromecanismos de rotura es posible gracias a la microfractografía, técnica analítica cuyo objeto es el examen e interpretación de las superficies de fractura a escala microscópica, partiendo del hecho de que una rotura es el resultado de la iniciación, propagación (a velocidades muy variables según el tipo de rotura) y, en su caso, coalescencia de una, varias o múltiples grietas o discontinuidades y que los mecanismos por el que éstas se inician y propagan, dejan sobre la superficie de fractura unas huellas cuyas características (forma, relieve, disposición, tamaño, etc.) son precisamente consecuencia de esos mecanismos y, por tanto, permiten relacionarlas con ellos. Naturalmente, esas huenas están influidas también por la estructura interna del material que puede producir variantes en el aspecto de las mismas y, por supuesto, hacer que aparezcan uno u otro tipo de huellas al propiciar la actuación de uno u otro mecanismo de iniciación y propagación.

El objetivo directo del examen de una superficie de fractura es la identificación de los caracteres micromorfológicos presentes en ella, es decir, los aspectos característicos de la forma y relieve de las huellas citadas anteriormente, teniendo presentes los posibles mecanismos que pudieran generar estos caracteres y la influencia que en ellos puedan tener, tanto la estructura del material, es decir, la secuencia de apilamiento, tipo de fibras y matriz, contenido volumétrico en fibras, etc. como las posibles variables extrínsecas (agua absorbida por el material, tipo de carga, velocidad, forma y modo de aplicación de carga, temperatura de servicio y otras condiciones medioambientales, factores geométricos, etc.).

## 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTOS EXPERI-MENTALES

Como material de referencia se ha elegido el preimpregnado AS4/3501-6, constituido por una matriz epoxi sin modificar, de baja tenacidad, reforzada con fibras de carbono del tipo "alta resistencia". Con el fin de evaluar la influencia de algunas variables intrínsecas del material sobre el aspecto de las superficies de fractura interlaminar, se ha escogido la misma matriz, pero reforzada con fibras de "alto módulo" (del orden del doble del de las fibras AS4), con denominación comercial UHM/3501-6 y la misma fibra AS4 reforzando una matriz epoxi modificada para mejorar su tenacidad (valor de G<sub>te</sub> unas cinco veces superior al de la matriz 3501-6), en forma de preimpregnado identificado como AS4/8552, además de la recién citada matriz epoxi modificada, pero reforzada con fibras de carbono de "módulo intermedio", en forma de preimpregnado IM7/8552.

Todos los preimpregnados en forma de cinta unidireccional se laminaron con secuencias  $[0]_n$ ;  $[90/(0)_g/90]_s$ ;  $[90/(0)_g/90/0)_{0}/90/0]$  y  $[\pm 45/(0)_g/45/45]_s$  y, posteriormente, se curaron en un autoclave mediante un ciclo con un curado isotermo de 70 minutos a 120°C y 6 bares de presión absoluta seguido de otra meseta isoterma de 120 minutos a 180°C y 7 bares de presión absoluta, para construir paneles de 380 x 305 mm y unos 3 mm de espesor. Los contenidos volumétricos en fibra determinados experimentalmente, estuvieron comprendidos entre el 55% y el 60% en todos los casos y los contenidos volumétricos en microvacíos fueron siempre menores del 1%.

De los paneles curados se cortaron mediante disco diamantado las probetas correspondientes a los ensayos de crecimiento de grieta interlaminar, todas ellas de forma rectangular y dimensiones 150 mm x 25 mm, con secuencias de apilamiento como las que ya se indicaron para los laminados y una delaminación artificial iniciadora en su plano medio, de forma que se pretendía estudiar las diferencias correspondientes al hecho de que la delaminación progresara a lo largo de interláminas 0/0, 90/90, 90/0 y 45/45.



Figura 1. Esquema de la probeta tipoVDV.

Para provocar crecimientos interlaminares de grieta bajo modo-I "puro" se emplearon probetas de tipo "Viga Doble en Voladizo" (VDV), en las que la carga de tracción se introduce perpendicularmente al plano medio de la probeta (figura 1) mediante dos piezas de acero que se fijan a cada semiprobeta en el extremo delaminado y se unen a la máquina de ensayos con sendas articulaciones.

Los rasgos o caracteres microfractográficos propios de un modo-II "puro" de crecimiento de grieta interlaminar se investigaron mediante probetas (figura 2) del tipo "Flexión con Entalla Final" (FEF) y los correspondientes a un modo combinado (I+II) lo fueron empleando probetas de tipo "Flexión en Modo Mixto" (FMM, figura 3). En estos dos últimos casos se utilizó un utillaje de flexión en tres puntos diseñado y construido al efecto, consiguiendo esfuerzos de cortadura pura en el plano de la delaminación en el primer caso y una combinación de cortadura y



Figura 2. Esquema de la probeta tipoFEF.



Figura 3. Esquema de la probeta tipoFMM.

tracción en el segundo, con una contribución teórica del 43% correspondiente a cortadura.

Las probetas se cargaron utilizando una máquina universal de ensayos de tipo hidraúlico MTS 810, controlada en modo de desplazamiento con velocidad constante de 0'042 mm/s en todos los casos. Se realizaron ensayos a temperaturas de -60°C, ambiente, 160°C y 200°C, sobre probetas "secas" (0% en peso de contenido en agua) y "húmedas" (1'6% en peso de contenido en agua) de material AS4/ 3501-6, tras garantizar que todas las probetas alcanzaban la temperatura deseada antes de comenzar a aplicar carga, habiéndose previamente secado en estufa a 70°C las probetas "secas" y acondicionado en cámara climática a 70°C y 95% de humedad relativa las "húmedas".

Todas las superficies de rotura se recubrieron de oro mediante deposición de vapor en vacío y posteriormente se estudiaron con microscopio electrónico de barrido, trabajando entre 20 y 25000 aumentos y montando las muestras sobre soportes de aluminio utilizando un adhesivo conductor cargado con carbono. Se empleó un filamento de wolframio, trabajándose con voltajes aceleradores de entre 5 y 30 KeV y habiéndose elegido como modo de detección el de electrones secundarios.

## **3. RESULTADOS: RASGOS O CARACTERES MICROFRACTOGRAFICOS.**

Los principales rasgos o caracteres microfractográficos asociados a roturas interlaminares o delaminaciones en materiales compuestos carbono/epoxi, identificados en la presente investigación, pueden resumirse en:

- Zonas planas de rotura descohesiva de matriz. Típicas de un modo-I de crecimiento de la grieta interlaminar y muy



Figura 4. Fractura bajo modo-I (AS4/3501-6).

desarrolladas en el material AS4/3501-6 y para interláminas 0/0 y 0/90 (figura 4); con secuencia  $[\pm 45/0_g/-45/45]_s$  se encuentran sólo esporádicamente. Estas regiones no aparecen en las fracturas interlaminares provocadas bajo modo-II y tampoco en las correspondientes a modo-I+II aquí consideradas. Cuando se sustituye la fibra AS4 por la UHM (sin variar la matriz), el desarrollo de estas zonas bajo modo-I y en interláminas 0/0 desaparece. En el caso del material IM7/8552 (matriz epoxi modificada) e interlámina 0/0, las zonas planas de fractura descohesiva de matriz son similares , con la salvedad de que se hallan cubiertas de "esferoides".

- *Esferoides*. Rasgo típico de matrices epoxi modificadas y que tiene el aspecto (figura 5) de una aglomeración compacta de microesferas más o menos regulares.



Figura 5. Esferoides (rotura descohes. de matriz 8552).

- Ríos. Normalmente situados sobre las superficies de fractura descohesiva de la matriz epoxi (figuras 5 y 7) y formados por la unión, al ir progresando la grieta, de planos microscópicos de fractura adyacentes, por lo que la dirección y sentido de coalescencia de los ríos, indica precisamente la dirección y sentido de crecimiento local de la grieta. En ensayos bajo modo-I sobre material AS4/ 3501-6 e interlámina 0/0, cuando la temperatura de ensayo es próxima a la de transición vítrea, el número de "riachuelos" parece incrementarse y, además, los ríos parecen más "suaves", pareciendo que la matriz presenta cierta "plasticidad". Por otro lado, parece aumentar la tendencia de los ríos a formar ribetes de mucho desarrollo. Al superar la temperatura de ensayo a la de transición vítrea, los sistemas de ríos empiezan a parecerse a sistemas de "tubos", como si fueran "venas" y la tendencia a la formación de ribetes parece aumentar.

En ensayos bajo modo-I e interlámina 0/0 sobre material IM7/8552, la presencia y características de los ríos son, en general, similares al caso de material AS4/3501-6, pero se hallan "enmascarados" y ligeramente deformados por la presencia de los esferoides típicos de matrices epoxi modificadas.

- *Ribetes*. Formados cuando dos microplanos de rotura descohesiva se superponen antes de coalescer, de modo que, al hacerlo, dejan entre ellos una "tira" o "tubo" de matriz que permanece anclado sobre la superficie de fractura (figura 6). En roturas bajo modo-I a lo largo de la interlámina 0/0 de material AS4/3501-6"seco", se produce un considerable aumento del número de ribetes al incrementarse la temperatura de ensayo. En ensayos sobre material IM7/8552, también se encuentran e identifican los ribetes, pero se hallan "enmascarados" y ligeramente deformados por la presencia de los esferoides.



Figura 6. Microflujo de matriz y ribetes (AS4/3501-6).



Figura 7. Detalle de ríos y microflujo de matriz.

-*Microflujo de la matriz o textura longitudinal básica*. Este rasgo corresponde a la textura peculiar (figuras 6 y 7) presentada por las zonas planas de fractura descohesiva de la matriz epoxi sin modificar, en forma de un "microflujo" que fluye precisamente hacia los ríos cuando éstos se encuentran presentes (figura 7). Este "microflujo" indica la dirección y sentido de crecimiento local de la grieta en cada punto de la superficie de fractura. En el material AS4/ 3501-6 "útil" y seco, para interlámina 0/0 y roto bajo modo-I a temperatura ambiente, el aspecto del microflujo parece hacerse más exagerado, marcado y redondeado al incrementarse la temperatura de ensayo hasta valores cercanos y superiores al de la transición vítrea. En las zonas en que se aprecia fractura descohesiva de la matriz en el material UHM/3501-6, el microflujo de la matriz es idéntico al observado en la fractura de la misma matriz reforzada con fibras AS4, pero, en el caso del material IM7/8552, no es posible identificar el microflujo de matriz en las zonas planas de fractura provocada bajo modo-I, posiblemente debido a la presencia de los "esferoides". Sin embargo y cuando la misma matriz se reforzó con fibras AS4, aunque el microflujo estuviera "desdibujado" por la presencia de esferoides, sí era posible identificarlo.

- Fibras semienterradas. Pueden estar más o menos "vestidas" o "desnudas" de matriz en la parte desenterrada o que aflora a la superficie. Se encuentran en todos los materiales ensayados (parte derecha figura 9). En fracturas interlaminares bajo modo-II, son rasgo dominante de una de las caras de fractura, habiendo dejado sus improntas sobre la cara opuesta de la rotura.

- Fibras puente. (Parte derecha de la figura 8). Su abundancia relativa puede indicar efectos modificativos de la resistencia del enlace fibra-matriz. Es superior en el caso de modo-I y muy superior para el material UHM/3501-6. En términos generales, su número disminuye en grietas creciendo bajo modo-I y modo-I+II a lo largo de interláminas 0/90 en relación con el caso de interlámina 0/ 0, debido, posiblemente, a diferencias de "anidamiento" de fibras, menor en el caso 0/90 que en el caso 0/0.

- Alas de matriz. Encastradas lateralmente en fibras puente desenterradas, más o menos desarrolladas y paralelas al plano local de fractura interlaminar (figura 8). Su presencia está ligada esencialmente a fracturas bajo modo-I.

- Extremos rotos de fibras. En fracturas interlaminares suelen corresponder a fibras "puente" (figura 8) que han acabado por romper. Su abundancia crece con el aumento de los efectos de "micropuenteo", efectos que son mayores en los casos de un enlace fibra-matriz débil "per-se", como en el material UHM/3501-6, o debilitado por causas tales como factores medioambientales, caso del material AS4/ 3501-6 "húmedo".



Figura 8. Fibra puente desenterrada con alas de matriz.

-*Improntas defibras*. Pueden presentar asimismo las marcas del acabado superficial de la fibra (separación adhesiva) o presentar una separación fibra/matriz de tipo cohesivo por la matriz. Son las "huellas" dejadas, bien por las fibras semienterradas que han quedado sobre la cara complementaria de fractura, bien por fibras puente desenterradas en el caso de componentes de esfuerzos de modo-I. En fracturas interlaminares bajo modo-II las improntas son rasgo dominante de una de las caras de fractura y son la "contraimagen" de las fibras semienterradas que dominan la cara opuesta de la rotura. Para material AS4/3501-6 e interlámina 0/0, al alcanzar la temperatura de ensayo valores cercanos a la transición vítrea de la matriz epoxi, aparecen en algunas zonas grupos de improntas haciendo suaves "eses" (figura 9), con una aparente deformación "plástica" de la matriz. Ese mismo efecto, aunque algo menos evidente, se aprecia en el caso del mismo material pero en condición "húmedo".



Figura 9. Improntas de fibras y deformación plástica.

- Fibras desalineadas. Aparecen a veces en la superficie de fractura a lo largo de la interlámina 0/0 (figura 13) y provocan, cuando la grieta se propaga interlaminarmente bajo modo-I, una más o menos fuerte interferencia con el plano de rotura (intrusión de fibras en el plano de rotura), siendo mayor la interferencia cuanto mayor es el ángulo formado entre la fibra y la dirección de crecimiento de la delaminación. En interláminas 0/90 y, especialmente, 45/ -45, el efecto de intrusión llega a ser muy acusado.

- Líneas de detención. Coinciden con las identificadas macrográficamente y suelen ser más difíciles de situar al ir incrementando el número de aumentos. No parece existir discontinuidad apreciable en el microflujo de la matriz al atravesar una línea de detención, sin embargo sí parece que en la línea de detención se inicien nuevos microplanos de fractura, dado que, a lo largo de ella, nacen pequeños ríos que, en la mayor parte de las ocasiones, parecen hacerlo a partir de pequeños microdefectos del material aunque, a veces, el nacimiento del riachuelo no parece estar en absoluto ligado a discontinuidad observable del material, dándose, en estos casos, un efecto de "viraje" del microflujo de la matriz hacia el punto de nacimiento del "riachuelo".

- Despegado de la unión fibra-matriz. En líneas generales muy abundante en el caso del material UHM/3501-6 y muy escaso en el del material IM7/8552, siendo variable, pero en todo caso muy inferior al encontrado en material UHM/ 3501-6, en el material AS4/3501-6. Al separarse las fibras de la matriz, debe distinguirse la rotura "adhesiva" (a la que aquí nos referimos), que deja "desnudas" las fibras y que indica un fallo de la unión fibra-matriz en sí, de la rotura de tipo "cohesivo" de la matriz justo junto a la interfase fibra-matriz, que deja la fibra "vestida" o cubierta de una más o menos fina película de matriz y que no se considera fallo de la unión entre fibra y matriz.



Figura 10. Improntas de fibras y escamas.

- *Escamas*. Rasgo típico de una grieta interlaminar creciendo bajo modo-II. Consiste en unas como "plaquitas" de matriz levantadas más o menos de la superficie media de fractura (figura 10), encontrándose, generalmente, entre improntas de fibras. Se hallan alineadas paralelamente entre sí, formando hileras y superpuestas como las tejas de un tejado. Su encastre a la superficie de fractura suele ser perpendicular a la dirección local de propagación de grieta y su tamaño parece estar ligado, esencialmente, a la distancia entre fibras existente en el plano medio de la fractura local.

Las escamas aparecen menos desarrolladas y son mucho menos abundantes en el material UHM/3501-6 que en el AS4/3501-6, son esencialmente iguales a las identificadas en este último, aunque cubiertas de "esferoides", en el caso de material AS4/8552 (epoxi modificada) y, para el caso del material IM7/8552, son más "rugosas" (mayor desarrollo de los esferoides), están menos desarrolladas y son más irregulares y angulosas, con los bordes más vivos.

En fallos interlaminares (interlámina 0/0) bajo modo-I+II provocados sobre material AS4/3501-6, las escamas que aparecen son de poco desarrollo, más o menos irregulares y más difíciles de identificar a unos aumentos a los que, en grietas bajo modo-II "puro", ya serían perfectamente discernibles. Están menos levantadas sobre el plano medio de fractura que para modo-II y no es normal que formen hileras largas de escamas regulares.

- Veneras ("conchas de peregrino"). Son la contraimagen o "negativo" de las escamas y presentan un aspecto concoideo, como de "conchas", semejando a las marcas dejadas sobre la madera al trabajarla con gubia. Suelen hallarse entre las fibras semienterradas que han dejado sus improntas en la cara opuesta de la rotura.



Figura 11. Veneras entre fibras semienterradas.

- "Guijarros" o resíduos sobre la superficie de fractura. Pueden provenir de suciedad, polvo o restos del material originados durante los cortes para separar las zonas de fractura a observar en el microscopio electrónico, aunque un caso particular de "resíduos" sobre las superficies de fractura son los "guijarros" y "cantos rodados" típicos de fatiga y crecimiento interlaminar de grieta bajo modo-II. Estos últimos provienen de los trozos de escamas arrancados por el constante roce de las caras de rotura debido a la aplicación cíclica de la carga de cortadura.

- "Estriaciones". Son indicativas de fallo interlaminar por fatiga, al menos bajo modo-II y material AS4/3501-6. Se hallan, esencialmente, sobre las improntas de las fibras (figura 12) aunque también pueden encontrarse sus contraimágenes sobre la superficie de fibras semienterradas. En todos los casos estudiados las estriaciones de fatiga, de forma más o menos parabólica, presentan su lado cóncavo apuntando hacia el origen de la delaminación



Figura 12. "Estriaciones" de fatiga.

- Agrietamientos intralaminares. En las superficies de fractura bajo modo-I y bajo modo-I+II y a lo largo de interláminas 0/90, se observa un agrietamiento perpendicular al plano de la delaminación, en forma de grietas que aparecen periódicamente, pero sólo sobre una de las dos caras de la fractura y que se originan o interfieren con el plano de la delaminación, con posterioridad a haberse formado ésta. En muchos casos, y en base a la simple observación microscópica de las superficies de rotura interlaminar, la existencia o no de estas grietas transversa-les es el único detalle que permite diferenciar si la fractura interlaminar se dió a lo largo de una interlámina 0/0 ó 0/90.

- "Filigranas". Rasgo típicamente hallado sobre superficies de fractura provocadas bajo modo-I+II, a lo largo de interlámina 0/0 y sobre material AS4/3501-6. Su complejidad es variable y se encuentran en "altorrelieve" sobre la superficie de fibras semienterradas, distribuyéndose de forma periódica y repetitiva.



Figura 13. Línea frontera modo-I/modo-II.

- *Líneas frontera*. Coinciden con las mismas líneas identificadas macrográficamente y separan zonas de fractura generadas bajo diferente modo de crecimiento de la grieta interlaminar (figura 13).

(1995)

## 4. CONCLUSIONES

Las grandes posibilidades de utilización de los materiales compuestos, no podrán explotarse plenamente hasta tanto no se comprenda, al menos a un nivel cualitativo, la interacción existente entre los constituyentes a nivel microscópico y cómo esa interacción da lugar a lo que realmente se "mide" experimentalmente a nivel macroscópico.

Los caracteres micromorfológicos son suficientes para determinar el mecanismo de iniciación, propagación y consumación de una rotura y proporcionan datos sobre la modalidad de carga (aplicación lenta, efecto de impacto, aplicación repetida, etc.) y tipo de solicitación (flexión, torsión, tracción, desgarro, etc.).

En líneas generales, la presencia de "escamas" sobre la superficie de fractura de un material compuesto carbono/ epoxi, suele indicar matriz frágil y rotura bajo esfuerzos con una determinada componente de modo-II, mayor cuanto mayor es el ángulo de inclinación de las "escamas" respecto al plano medio de la superficie de fractura.

En la inmensa mayoría de los casos investigados en este trabajo, las escamas halladas sobre la superficie de fractura de la semiprobeta inferior apuntan (se inclinan hacia) en el sentido de crecimiento de la delaminación y las escamas ancladas sobre la superficie de fractura de la semiprobeta superior, apuntan hacia el origen de la delaminación. Como consecuencia de esto y dado que la delaminación sólo crece en un sentido, se corrobora el hecho apuntado por otros autores de que la mera inclinación de las escamas observadas sobre una superficie de fractura, no indica el sentido de crecimiento local de la delaminación bajo modo-II. Sin embargo, la dirección (dirección, no sentido) de crecimiento local de la grieta interlaminar sí viene indicada por la inclinación de las escamas.

En líneas generales, la fractura interlaminar provocada bajo modo mixto se diferencia de la correspondiente a modo-I "puro", en que aquélla no presenta las grandes zonas planas de rotura descohesiva de matriz típicas de ésta, estando las caras de rotura bajo modo-I+II dominadas por una considerable interacción entre las fibras y el plano medio de fractura, con abundancia de rasgos topográficos cíclicos o repetitivos de fractura de la matriz tanto entre improntas de fibras como sobre las películas de matriz existentes sobre fibras semienterradas. Lo anterior se debe a un contínuo "redireccionado" (menos exagerado que en el caso de un modo-II "puro" de crecimiento de grieta interlaminar) del plano de fractura hacia las fibras adyacentes a la interlámina, consecuencia del esfuerzo local máximo de tracción que forma un cierto ángulo con la perpendicular al plano medio de la probeta utilizada, debido, precisamente, a la componente de cortadura introducida.

## INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN EL DETERIORO POR FRICCION DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METALICA

A. Martín<sup>(1)</sup>, M. A. Martínez<sup>(2)</sup> y J. LLorca<sup>(2)</sup>.

(1) Departamento de Ingeniería Civil : Construcción.
 (2) Departamento de Ciencia de Materiales.
 E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos; Universidad Politécnica de Madrid, Ciudad Universitaria; 28040-Madrid.

**Resumen.** El principal objetivo de esta investigación fue estudiar la influencia de la temperatura (en el intervalo de 25 a 200 °C) en el desgaste de la aleación Al-20Si y el material compuesto Al-2618 + 15% vol SiC. Los estudios de desgaste se realizaron en una máquina de ensayos oscilante equipada con un sistema de calefacción capaz de conseguir altas temperaturas. Los resultados de los ensayos de desgaste en estos materiales. Se observa una transición de desgaste suave a severo en ambos materiales bajo una temperatura crítica. El desgaste severo va acompañado de un aumento del daño en la matriz en forma de grandes fisuras.

Abstract. The main aim of this research was to investigate the influence of temperature (in the range 25 to 200 °C) on the wear propierties of Al-20Si alloy and Al-2618 + 15% vol SiC composite. Wear test were carried out in an oscillating friction test machine equipped with a high temperature furnace. The result of the wear test, together with metallografic observation were used to study the friction and wear mechanisms in these materials. A transition from mild to severe wear was observed in both materials beyond a critical temperature. Severe wear accompanied by a marked increase of damage in the matrix in the form of extensive cracking.

# **1. INTRODUCCION**

En aquellas aplicaciones donde se producen procesos de desgaste y fricción y al tiempo se precisan materiales ligeros, es recomendable el empleo de aleaciones de base aluminio. Tal es el caso de ciertas partes de los motores de coche o diversas piezas de aviones.

Desde los años 60 se vienen utilizando aleaciones de Al-Si, que se caracterizan por sus excelentes propiedades de moldeo, elevada resistencia a la corrosión, características mecánicas adecuadas y baja densidad. Las aleaciones hipereutécticas presentan además bajo coeficiente de dilatación y elevada resistencia al desgaste, lo que les ha hecho muy apropiadas para su utilización en la industria aeronáutica y aeroespacial.. Las aleaciones Al-Si están formadas por estructuras bifásicas: una solución sólida  $\alpha$  de Si en Al y cristales de Si elemental con estructura acicular. En aleaciones con mas de un 15 % de Si, aparecen grandes cristales de Si primario con formas angulosas, lo que proporciona al material su alta resistencia al desgaste (1-5).

Otra forma de aumentar la resistencia al desgaste de ciertas aleaciones con base de aluminio, es añadir

partículas de SiC (6-11). La adición de estas partículas cerámicas aumenta la resistencia y la tensión a altas temperaturas, así como la resistencia al desgaste a temperatura ambiente (12).

La aplicación de estos materiales en camisas de pistones y otras partes móviles de las máquinas sometidas a fricción y a temperaturas elevadas, hace necesario conocer su comportamiento en estas circunstancias de forma que sea posible optimizar su utilización. A pesar de ello, su comportamiento frente al desgaste y fricción a altas temperaturas (hasta 200 °C), no esta estudiado con el detalle necesario. En el presente trabajo se dan a conocer algunos de los resultados obtenidos en este campo.

# 2. MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES.

La aleación A1-20Si fue fabricada por medio de técnicas estandard de moldeo. Muestra dos tipos de cristales de Si, el primario de estructura alargada y tamaño grande, alrededor de 50 x 12  $\mu$ m, mientras que el segundo es acicular y un tamaño mas pequeño, entre 2 a 5  $\mu$ m de anchura y de 2 a 20  $\mu$ m en longitud.

El material compuesto Al-2618 + 15% vol SiC fue suministrado por Cospray (U.K) en forma de barras rectangulares extruidas. Estas barras fueron tratadas en una solución caliente a 530 °C durante una hora, templadas en agua y estiradas en frio alrededor de un 2 % para aliviar las tensiones residuales introducidas por el templado. Después fue envejecido artificialmente a 190 °C durante 10 horas para alcanzar la condición de envejecimiento con máxima resistencia (T-651).

Los ensayos se realizaron en una máquina de fricción Cameron-Plint modelo TE-77. Las muestras utilizadas son rectangulares de 20 x 10 x 5 mm, lo que representa una gran ventaja sobre otros equipos de ensayo por la facilidad para su mecanizado. La superficie a ensayar se desbastó con papel hasta grano 600 en la misma dirección en que se realizará el ensayo. Los contracuerpos utilizados son esferas de acero templado DIN-5041 y dureza 797 Hv, de 6 mm de diámetro. Se sujetan con una mordaza para impedir su rodadura (figura 1) Todos los experimentos se realizaron sin lubricantes, con una fuerza normal de 25 N, velocidad 0.3 m/s y temperaturas entre 20 y 200 °C.

Acabado el ensayo y pesadas las muestras, estas son cortadas longitudinalmente según la dirección del deslizamiento para poder estudiar la microestructura bajo la zona de rozamiento (figura 2).



Fig. 1. Esquema de los ensayos "pin on flat" en una máquina Cameron-Plint TE-77



Fig. 2. Huella causada por el contracuerpo sobre la probeta y estado en que éste queda después de un ensayo de 2000 m a 20 °C (arriba) y 200°C (abajo)



Fig. 3. Desgaste especifico frente al recorrido en ensayos realizados a temperatura ambiente. En todos los materiales se observa inicialmente un desgaste muy brusco, estabilizándose posteriormente.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION.

El desgaste especifico (entendiéndose como la pérdida de volumen dividido por la fuerza normal y la distancia recorrida) a temperatura ambiente frente al recorrido, se muestra en la figura 3, donde también se han introducido los datos referentes a la aleación Al-2618 sin reforzar, utilizada como matriz del material compuesto para comparar los resultados. Como era de esperar, el desgaste es mayor en la matriz sola que cuando esta reforzada.

Se observa claramente en la figura 3, la superior resistencia al desgaste del material compuesto, desde que comienza el ensayo. Se puede considerar que a partir de un recorrido de 2000 m, se obtiene un valor constante para el desgaste específico. Estos resultados están de acuerdo con los aportados por la bibliografía (6-11), donde se demuestra que la adición de partículas de SiC mejoran la resistencia al desgaste de aleaciones con base de aluminio, siempre y cuando estas partículas están bien unidas a la matriz.

Las esferas de acero pierden peso cuando se realizan ensayos con ambos materiales a temperatura ambiente,



Fig. 4. Sección de una probeta de Al-20Si ensayada a 20 °C con un recorrido de 2000 m. La flecha indica la superficie de fricción. En ella se observa como los cristales de Si eutéctico están fracturados y la matriz de aluminio deformada.



**Fig. 5.** Sección de una probeta de Al-2618 + 15% vol SiC ensayada a 20 °C con un recorrido de 2000 m. La flecha indica la superficie de fricción. En ella se observa como la matriz de aluminio esta deformada.

y en su superficie aparecen rasguños producidos por contacto con el Si o las partículas de SiC. Estudios realizados anteriormente (13), parecen indicarnos que a temperaturas entre 20 y 50 °C, el mecanismo de desgaste tanto en el material compuesto como en las aleaciones debe tener unas características similares

La figuras 4 y 5 muestran las micrografías de las secciones del material compuesto y de la aleación Al-20Si después de un recorrido de 2000 m a 20 °C.

Los cristales de Si eutéctico se fragmentan solamente en la zona próxima a la superficie de fricción y tienden a ser orientados paralelamente a la dirección de deslizamiento, como puede verse en la figura 4.

Esta rotación de los cristales implica que la matriz ha sufrido también una deformación plástica muy fuerte durante el ensayo, y de este modo el gradiente de tensión de la superficie es muy alto. Esto lleva a la formación de alguna fisura en la matriz, por debajo de la superficie de desgaste, lo que debilita más aún el material.

Similares efectos se observaron en el material compuesto. Las partículas de SiC fueron rotas solo en la zona muy próxima a la superficie de desgaste como puede verse en la figura 5; La rotación de este refuerzo se debe también a la gran deformación plástica que se origina en la matriz.

Este tipo de desgaste ha sido simulado por Lortz (14), para herramientas de corte de extremo semiesférico, actuando sobre acero perlítico. El resultado obtenido, desde el punto de vista macroscópico, permite obtener una geometría bastante próxima a la observada en los ensayos realizados, obteniéndose una rebaba desplazada hasta el extremo de la huella, y una zona, en el fondo de la huella, que ha sufrido una cierta degradación, como se observa en la figura 6.

Mas problemático parece la simulación de procesos de fricción a altas temperaturas, donde la zona degradada alcanza una profundidad mucho mayor y las variables a tener en cuenta se multiplican.



**Fig. 6.** Imagen de la simulación obtenida por Lortz. (Ilustración tomada de Wear, 53,1979, 115-128).



Fig. 7. Variación del desgaste específico en función de la temperatura. Se observa como ésta aumenta enormemente por encima de los 150 °C en todos los materiales.

En la figura 7 se muestra el desgaste especifico, en función de la temperatura para el Al-20Si y el material reforzado con SiC. Como en la gráfica anterior, se han incluido los resultados de la aleación utilizada como matriz.

Mientras que en el Al-20Si hay un aumento constante del desgaste con el aumento de la temperatura, tanto el Al-2618 sin reforzar como el Al-2618 + 15 % vol SiC mantienen una mejor resistencia hasta los 100 °C. Por encima de esta temperatura la matriz sin refuerzo se degrada rápidamente, mientras que el material compuesto mantiene unos niveles bajos de desgaste hasta los 150 °C.

En las figuras 8 y 9 se muestran las micrografías de los dos materiales con partículas después de un recorrido de 2000 m a 200  $^{\circ}$ C.

En la figura 8 la aleación Al-20Si muestra tres regiones diferentes; Lejos de la superficie de desgaste algunos cristales de Si aparecen rotos. Mas cerca de la superficie, los cristales de Si desaparecen completamente y solo se observan pequeños fragmentos incrustados en la matriz de aluminio. La superficie de contacto está formada por una capa de material altamente degradado, en la cual se aprecian pequeñas partículas de Si.



Fig. 8. Sección de una probeta de Al-20Si ensayada a 200 °C con un recorrido de 2000 m. La flecha indica la superficie de fricción. Se observa como los cristales de Si eutéctico están triturados, la matriz de aluminio deformada y aparecen grandes grietas.



Fig. 9. Sección de una probeta de Al-2618 + 15% vol SiC ensayada a 200 °C con un recorrido de 2000 m. La flecha indica la superficie de fricción. En ella se observa como las partículas de SiC están trituradas, la matriz de aluminio deformada y con grandes grietas.

El material compuesto muestra unas características similares, como se muestra en la figura 9. Cerca de la superficie de desgaste las partículas de SiC se encuentran trituradas entre la capa de matriz altamente deformada. A una profundidad mayor, las partículas se han orientado paralelamente a la dirección del deslizamiento, indicando la gran deformación plástica que sufre la matriz durante el desgaste. Cuando esta deformación es excesivamente grande, se producen fisuras debajo de la superficie de desgaste y el material se separa por delaminación.

La principal diferencia observada en los estudios de las secciones perpendiculares a la superficie entre las muestras sometidas a ensayos a temperatura ambiente y a 200 °C fue que el espesor de la capa de material degrada a altas temperaturas es unas cuatro veces más ancha a la que aparece a temperatura ambiente. Esta observación microscópica indica que la transición de un desgaste suave a otro severo con la temperatura, esta acompañada por un aumento del daño en la matriz en forma de grandes fisuras.

La formación de fisuras y su abertura está producida por la alta deformación inducida en la matriz, a causa de la presión del contracuerpo (bola de acero). La deformación aumenta cuando la matriz se vuelve mas blanda a altas temperaturas y al mismo tiempo, se producen fuerzas adhesivas entre los dos cuerpos en contacto. Estas fuerzas adhesivas son responsables de la presencia de trozos de material pegado a las bolas de acero después de ensayos a altas temperaturas. Este proceso ocurre tanto para la aleación Al-20Si, como para el material compuesto.

## 4. CONCLUSIONES.

Los materiàles estudiados presentan una transición de desgaste suave a severo cuando aumenta la temperatura.

A altas temperaturas, en ambos materiales las partículas de Si y de SiC son trituradas bajo la superficie de desgaste, mientras que por la zona inmediatamente inferior la deformación de la matriz orienta las partículas paralelamente a la dirección de deslizamiento. La deformación de la matriz llega a ser tan grande que se producen fisuras que se unen, y en estas condiciones, el mecanismo de desgaste por delaminación es muy severo, con adhesión de fragmentos de matriz al contracuerpo.

Para estos materiales se ha de trabajar a temperaturas inferiores a 150 °C. Por debajo de esta temperatura, el daño ocasionado por fricción es limitado.

## **5. REFERENCIAS**

(1)Sarkar, A. D. Wear of aluminium-silicon alloys. Wear. 31, 331-343. (1975).

(2) Sarkar, A. D y Clake, J. Friction and wear of aluminium-silicon alloys. Wear. 61, 157-167. (1980).

(3) Mohammed Jasim, K. y Dwarakadasa, E. S. Wear in Al-Si alloys under dry sliding conditions. Wear. 119, 119-130 (1987).

(4) Pramila Bai, B. N. y Biswas, S. K. Characterization of dry sliding wear of Al-Si alloys. Wear. 120, 61-74 (1987).

(5) Antoniou, R y Borland, D. W. Mild wear of Al-Si Binary Alloys during Unlubricated Sliding. Materials Science and Engineering. 93, 57-72, (1987).

(6) Yan, J. y L. Chung, D. D. Wear of bauxite-particlereinforced aluminum alloys. Wear. 135, 53-65 (1989).

(7) Chawla, K. K. Composite materials. Ed. Springer Verlag. New York. (1987).

(8) Prasad, S. V. y Rohatgi, P. K. Tribological Properties of Al alloy particle composites. Journal of Metals. 26. 22-26, (1987).

(9) Hosking, F. M., Folgar Portillo, F. Wunderlin, R. y Mehrabian, R. Composites of aluminium alloys: fabrication and wear behaviour. Journal of Materials Science . 17. 477-498, (1987).

(10) Alpas, A. T. y Zhang, J. Wear rate transition in cast aluminum-silicon alloys reinforced with SiC particles. Scripta Metallurgica et Materialia. 26, 505-509, (1992).

(11) Alpas, A. T. y Zhang, J. Effect of SiC particulate reinforcement on the dry sliding wear of alumimunsilicon alloys (A356). Wear, 155. 83-104, (1992).

(12) Taya, M. y Arsenault, R. J. Metal Matrix Composites:Thermomechanical Behaviour. pp 156-175. Pergamon Press. New York, (1989).

(13) Martinez, M. A., Martin, A. y LLorca, J. Wear of Al-Si alloys and Al-Si / SiC composites at ambient and elevated temperatures. Scripta Metallurgica et Materialia. 28, 207-212, (1993).

(14) Lortz, W. A model of the cutting mechanism in grinding. Wear. 53, 115-128, (1979).

#### PROPIEDADES MECANICAS A ALTA TEMPERATURA DE MATERIALES COMPUESTOS SiC/SiC

## J. A. Celemín<sup>1</sup>, A. Martín<sup>1</sup>, J. Y. Pastor<sup>1</sup>, J. LLorca<sup>1</sup>, M. Elices<sup>1</sup> E. Erauzkin<sup>2</sup> y M. Gutierrez<sup>3</sup>

## <sup>1</sup>Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid E. T. S. de Ingenieros de Caminos. 28040 - Madrid

<sup>2</sup>Industria de Turbo Propulsores, S. A., Zamudio, 48016 - Vizcaya <sup>3</sup>INASMET, Camino de Portuetxe, 12. 20009 - San Sebastián

**Resumen.** Se presenta un estudio de la influencia de la temperatura  $(1200^{\circ}C)$  y del tiempo de exposición  $(1 \ y \ 100 \ horas)$  sobre las propiedades mecánicas de un material compuesto de matriz cerámica. El material estaba formado por una matriz de SiC reforzada bidireccionalmente con un 40% en volumen con fibras de SiC. La resistencia a flexión y la tenacidad de fractura se midieron, respectivamente, mediante ensayos de flexión en tres puntos sobre probetas lisas y entalladas. Los resultados de los ensayos, junto con el análisis de los mecanismos de rotura por microscopía electrónica de barrido, señalaron que la degradación de comportamiento mecánico a  $1200^{\circ}C$  fue debido fundamentalmente a la oxidación a alta temperatura de la intercara matriz/fibra.

Abstract. The influence of the temperature  $(1200^{0}C)$  and exposure time (1 and 100 hours) on the mechanical behaviour was studied on a ceramic-matrix composite. The material was made up of a SiC matrix bidirectionally reinforced with 40 vol. % SiC fibers. Flexure strength and fracture toughness were determined by the three-point bend tests on smooth and notched specimens, respectively. The test results, together with the analysis of the fracture surfaces by scanning electron microscopy, led to the conclusion that the degradation of the mechanical properties at  $1200^{\circ}C$  was mainly due to oxidation of the fiber/matrix interface at elevated temperature.

#### 1. INTRODUCCION

El refuerzo de materiales cerámicos con fibras cerámicas de alta resistencia pretende obtener materiales estructurales que combinan las excelentes propiedades de la matriz (baja densidad, estabilidad química, resistencia al desgaste y al choque térmico, etc.) con un comportamiento dúctil. Diseñando adecuadamente la intercara matriz/fibra es posible fabricar materiales compuestos en los que las fisuras se propagan a través de la matriz sin romper las fibras. Las fibras situadas detrás de la punta de la fisura deslizan respecto de la matriz, y la energía elástica almacenada en ellas, junto con la energía disipada por fricción para extraer las fibras que se van fracturando dentro de la matriz, contribuyen a reducir la energía disponible para propagar la fisura. Este mecanismos pueden aumentar la tenacidad del material en mas de un orden de magnitud con respecto a la matriz sin reforzar [1-4].

Los materiales compuestos de matriz cerámica (MCMC) no pueden competir, por razones obvias, con las aleaciones metálicas tradicionales en aplicaciones estructurales a temperatura ambiente. Su futuro se encuentra en elementos sometidos a temperaturas muy altas (>  $1000^{\circ}$ C) donde los materiales metálicos son inadecuados por su bajo punto de fusión y su limitada resistencia al ataque químico. Sin embargo, algunos estudios experimentales han señalado que las propiedades mecánicas de los MCMC se degradan rápidamente por encima de  $1000^{\circ}$ C [5-7]. El diseño de nuevos MCMC que conserven sus propiedades mecánicas a alta temperatura requiere un análisis detallado del efecto de la temperatura en los micromecanismos de fractura en estas condiciones. Sin embargo, no se conocen con precisión las propiedades mecánicas de los MCMC por encima de  $1000^{\circ}$ C ni los parámetros microestructurales que controlan su comportamiento en situaciones tan adversas.

El presente trabajo presenta un estudio preliminar de la influencia de la temperatura en las propiedades mecánicas y los micromecanismos de fractura de un MCMC, y forma parte de un proyecto de investigación mas amplio financiado por Industria de Turbo Propulsores S. A. sobre el comportamiento de MCMC para usos estructurales avanzados. Las propiedades mecánicas de material a temperatura ambiente y 1200°C se midieron mediante ensayos de flexión sobre probetas lisas y entalladas. El análisis de los resultados de los ensayos mecánicos se completó con la observación de los mecanismos de rotura por microscopía electrónica de barrido.

## 2. MATERIALES Y TECNICAS EXPERI-MENTALES

El material compuesto utilizado en esta investigación se encontraba constituido por una matriz de SiC depositada por CVI sobre una preforma bidireccional  $(0^0-90^0)$  equilibrada de fibras de SiC (Nicalón). El contenido en fibras era del 40 % y éstas fueron recubiertas mediante CVD con una capa muy delgada ( $\approx$  $0.1 \,\mu$ m) de carbón pirolítico antes de depositar la matriz con objeto de obtener una intercara matriz/fibra débil. Las fibras estaban agrupadas en haces, cada uno compuesto por varios centenares de fibras, que a su vez estaban protegidos por un recubrimiento de SiC de unas 100  $\mu$ m de espesor. La porosidad del material estaba comprendida entre el 10 y el 15%.

El fabricante suministró el material en forma de probetas paralelepipédicas con dimensiones nominales  $65 \ge 10 \ge 3.5 \text{ mm}^3$ . Las fibras estaban orientadas en la dirección de las dos dimensiones mayores de las probetas. Los ensayos mecánicos se realizaron mediante un dispositivo de flexión en tres puntos sobre probetas de 10 mm de canto con una longitud libre entre apoyos de 50 mm. Todos los ensayos se re-alizaron por duplicado o triplicado, en función del número de probetas disponible, y en control de desplazamiento, con una velocidad de desplazamiento del actuador comprendida entre 50 y 100  $\mu$ m por minuto. Para los ensayos de fractura, se introdujo una entalla de 150  $\mu$ m de espesor y unos 2 mm de longitud con un hilo de diamante en la sección central de las probetas. Los ensayos a 1200°C se llevaron a cabo dentro de un horno acoplado a la máquina de ensayos, y las probetas se calentaron a una velocidad de 12°C por minuto hasta alcanzar la temperatura de ensayo. No se observaron variaciones superiores a  $\pm 10^{\circ}$ C entre los dos termopares en contacto con la probeta y el termopar de control del horno cuando se alcanzó el régimen estacionario de temperaturas.

Los ensayos de flexión se instrumentaron para medir de modo continuo durante el ensayo la carga aplicada, P, el desplazamiento del actuador, v (mediante un transductor LVDT), y la flecha en el centro de la probeta,  $\delta$ , usando un sistema de metrología láser que permite realizar medidas hasta temperaturas cercanas a 1900<sup>o</sup>C [8]. En los ensayos de fractura, el extensómetro láser se utilizó para medir la apertura de la boca de la entalla (CMOD).

Se realizaron ensayos de flexión (sobre probetas lisas) y de fractura (sobre probetas entalladas) a temperatura ambiente y a 1200°C. En los ensayos a alta temperatura, las probetas se mantuvieron a la temperatura de ensayo durante 1 y 100 horas, respectivamente, con objeto de estudiar la influencia del tiempo de exposición sobre las propiedades mecánicas. Finalmente, las superficies de fractura se examinaron en un microscopio electrónico de barrido para buscar la relación entre los micromecanismos de fractura y las propiedades macroscópicas.

## 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

#### 3.1 Ensayos Mecánicos

En la Fig. 1 se han representado tres curvas carga-

flecha en el centro la probeta  $(P-\delta)$ , representativas del comportamiento en flexión a temperatura ambiente y a  $1200^{\circ}$ C después de 1 y 100 horas de exposición. Las curvas carga-apertura de la boca de la entalla (P-CMOD) obtenidas en los ensayos de fractura en condiciones semejantes se encuentran dibujadas en la Fig. 2.



Fig. 1. Resultados de los ensayos de flexión.

Los resultados de los ensayos a temperatura ambiente fueron típicos de un material dúctil y con buena resistencia a la propagación de fisuras: la curva P- $\delta$ presentó una zona no lineal antes de alcanzarse la carga máxima, y después de este punto la carga se redujo de modo paulatino al irse rompiendo dentro de la matriz y ser extraídas las fibras que atravesaban la fisura. Para llegar a la rotura completa de la probeta en los ensayos de flexión fue necesario alcanzar una flecha cercana a los 4 mm. Por el contrario, las probetas ensayadas a 1200<sup>o</sup>C mostraron un comportamiento bastante lineal hasta cerca de la carga máxima, y la rotura completa de la probeta se produjo para flechas del orden de 400  $\mu$ m.



**Fig. 2.** Resultados de los ensayos de fractura. El módulo de elasticidad E se calculó a parti

El módulo de elasticidad, E, se calculó a partir de la pendiente inicial de la curva  $P - \delta$  en los ensayos

de flexión mediante las expresiones de Resistencia de Materiales para una viga elástica sometida a flexión en tres puntos. De modo análogo se obtuvo la tensión de rotura en flexión,  $\sigma_u$ , a partir de la carga máxima del ensayo. La tenacidad de fractura nominal,  $K_c$ , se calculó a partir de la carga máxima en los ensayos de fractura,  $P_u$  y de la longitud de la entalla inicial,  $a_0$ , mediante la expresión [9]

$$K_{c} = \frac{6 P_{u} L \sqrt{\alpha}}{B W^{3/2} (1 - \alpha)^{3/2}} F(\alpha)$$
(1)

siendo

$$F(\alpha) = 1.9179 + 1.2795\alpha + 3.3532\alpha^2 - -3.2260\alpha^3 + 1.2235\alpha^4 \quad (2)$$



Fig. 3. Influencia de la temperatura y del tiempo de exposición en el módulo de elasticidad y la resistencia a flexión.



Fig. 4. Influencia de la temperatura y del tiempo de exposición en la tenacidad y la energía específica de fractura.

y donde L es la longitud de la viga, W el canto,  $\alpha = a_0/W$ , y B el espesor. Esta expresión es válida en el intervalo  $0 < \alpha < 1$  para vigas con una relación L/W = 5. También se calculó la energía específica de fractura,  $G_F$ , como el trabajo suministrado para romper completamente la probeta (el area bajo la curva P - v en los ensayos de fractura) dividido entre la sección del ligamento de la probeta, expresada por  $(W - a_0)B$ .

Los valores de estas cuatro magnitudes para todos los ensayos realizados se han representado en las Figs. 3 y 4. A pesar de la dispersión de los resultados experimentales, normal en este tipo de materiales, se puede apreciar que las excelentes propiedades del material compuesto a temperatura ambiente se degradaron completamente a 1200°C. En particular, la tensión de rotura pasó de 450 MPa a temperatura ambiente a menos de 200 MPa a 1200°C, y la tenacidad de fractura se redujo de 25 MPa $\sqrt{m}$  hasta 6 MPa $\sqrt{m}$ . La pérdida mas importante se produjo en la energía específica de fractura, que cayó de unos 40 kJ/m<sup>2</sup> hasta 2 kJ/m<sup>2</sup>. También es conveniente señalar, que la exposición del material a 1200ºC durante 100 horas no dió lugar a una mayor degradación de las propiedades mecánicas. Teniendo en cuenta la dispersión experimental, no se puede distinguir entre las probetas ensayadas a 1200°C después de 1 y 100 horas de exposición a esta temperatura.



Fig. 5. Aspecto parcial de las superficies de fractura tras los ensayos a  $20^{\circ}$ C (arriba) y  $1200^{\circ}$ C (abajo).

Finalmente se realizaron dos ensayos mas a temperatura ambiente sobre una probeta lisa y otra entallada que se habían mantenido a  $1200^{\circ}$ C durante 100 horas. La tensión de rotura en flexión fue 294 MPa y la tenacidad de fractura nominal alcanzó 14.6 MPa $\sqrt{m}$ . Ambos valores se encuentran entre los medidos a  $20^{\circ}$ C y  $1200^{\circ}$ C sobre probetas que no habían sido sometidas a ningún tratamiento térmico previo. Por el contrario, la energía específica de fractura medida sobre la probeta entallada alcanzó 61.7 kJ/m<sup>2</sup>, y no se pudo romper completamente la probeta a pesar de alcanzarse una flecha de 9 mm.





Las superficies de fractura obtenidas a temperatura ambiente y a  $1200^{\circ}$ C mostraron un aspecto completamente diferente (Fig. 5). Las fibras sobresalían de la superficie de fractura en las primeras, mientras que la fractura de las fibras se produjo habitualmente en el plano de la fisura (o muy cerca) en las probetas ensayadas a alta temperatura. Una observación mas detallada de estas probetas indicó que la rotura de las fibras se produjo siempre en el plano de la grieta en las fibras situadas cerca de los bordes de la probeta, mientras que algunas fibras situadas en el centro sobresalían ligeramente (< 10 $\mu$ m) de la superficie de fractura. No se pudieron apreciar diferencias importantes entre las probetas ensayadas a 1200°C tras permanecer a esta temperatura durante 1 y 100 horas.

También se observó un cambio en los mecanismos de rotura dominantes en las fibras en función de la temperatura. A temperatura ambiente, las fibras presentaron una superficie de fractura escalonada e irregular (Fig. 6a), y se pudo observar la decohesión entre la matriz y las fibras. Un examen mas detallado de los mecanismos de rotura en estas fibras mostró que la rotura de las fibras se había originado en poros superficiales, algunos de los cuales llegaban a tener varias micras de profundidad (Fig. 6b). Por el contrario, las fibras de las probetas ensayadas a alta temperatura presentaron superficies de fractura lisas. En ocasiones la superficie de fractura de la fibra era complementemente especular (Fig.7), mientras que en otros casos se observó la presencia de varias zonas diferenciadas (mirror-mist-hackle) que permitió identificar el origen de la rotura en la superficie de la fibra en defectos de tamaño inferior a una micra (Fig. 7). Es conveniente señalar que, en general, las fibras se encontraban unidas a la matriz, y que se detectó las presencia de fases vitreas en la superfice de fractura de algunas fibras.



Fig. 7. Rotura de las fibras de SiC a  $1200^{\circ}$ C.

Finalmente, la superfice de fractura de una probeta envejecida a  $1200^{\circ}$ C durante 100 horas y ensayada a temperatura ambiente se puede observar en la Fig. 8. La superficie de fractura estaba oculta por las fibras, que llegaban a sobresalir varios milímetros por encima de la superficie de fractura. La longitud de *pull-out* fue muy superior a la observada en la probetas ensayadas a  $20^{\circ}$ C sin ningún tratamiento térmico previo.



**Fig. 8.** Aspecto general de la superficie de fractura de una probeta ensayada a temperatura ambiente tras 100 horas de exposición a 1200<sup>o</sup>C. Junto a ella se encuentra una probeta ensayada a 1200<sup>o</sup>C después de 100 horas de exposición.

## 4. DISCUSION

Los resultados de los ensayos mecánicos mostraron que la tolerancia al daño a temperatura ambiente desapareció a 1200°C. Desde el punto de vista de los mecanismos de rotura, las fibras de las probetas ensayadas a 20°C sobresalían de las superficies de fractura, mientras que las superficies de fractura a 1200°C fueron lisas. Por lo tanto, la desaparición del fenómeno de pull-out fue responsable de la degradación de las propiedades mecánicas con la temperatura. La condición necesaria para que la grieta se propague a través de la matriz sin romper las fibras viene dada por una intercara matriz/fibra débil, cuya energía específica de fractura no sea superior al 25% de la energía específica de fractura de las fibras [10]. En estas condiciones, la concentración de tensiones generada en el extremo de la fisura produce la decohesión entre la matriz y la fibras antes que la rotura de éstas últimas, y la grieta se propaga dejando detrás fibras que atraviesan la fisura. Al propagarse la fisura, estas fibras deslizan con respecto a la

matriz, disipándose energía por rozamiento. Cuando la tensión en la fibra alcanza un valor crítico, se produce la rotura, y las fibras rotas deben ser extraidas de la matriz, con la consiguiente disipación de energía por fricción. El análisis de los micromecanismos de rotura en estos materiales ha señalado que la longitud media de *pull-out*,  $\overline{h}$ , puede expresarse como [2, 4],

$$\overline{h} = \lambda(m) \left[ \sigma_0^m L_0 \right]^{\frac{1}{m+1}} \left[ \frac{R}{\tau} \right]^{\frac{m}{m+1}}$$
(3)

donde R es el radio de las fibras,  $\tau$  la tensión de fricción entre las fibras y la matriz durante el *pull-out*, y  $\lambda(m)$  es una función adimensional del módulo de Weibull de las fibras, m.  $\sigma_0$  y  $L_0$  son dos parámetros, con dimensiones de tensión y longitud, respectivamente, que caracterizan la resistencia mecánica de las fibras, de modo que la probabilidad de que se produzca la rotura dentro de una longitud  $L_0$  de la fibra cuando actúa una tensión  $\sigma_0$  es del 63%. Esta expresión señala que  $\overline{h}$  disminuye al aumentar la tensión en la intercara matriz/fibra,  $\tau$ , o al disminuir la resistencia mecánica de las fibras, representada por  $\sigma_0$ .

Es importante intentar determinar cual de las dos causas (degradación de las fibras o de la intercara) fue responsable del comportamiento mecánico a alta temperatura. La influencia de la temperatura en la tensión de rotura de las fibras de Nicalon en aire ha sido objeto de varios estudios [7, 11], y todos ellos indican que las propiedades se degradan rapidamente por encima de 1000°C. Aunque la dispersión experimental es importante, la tensión de rotura a 1200°C suele encontrarse entre el 50 y el 60% de la medida a temperatura ambiente. Por el contrario, el módulo de Weibull de las fibras, m (que caracteriza la población de defectos en las fibras) no experimentó grandes variaciones, y se mantiene entre 2 y 3 entre  $25^{\circ}$ C y 1300°C [11]. Si la degradación de las propiedades mecánicas del material compuesto se debiera solamente a la disminución de las propiedades de las fibras a 1200°C, la longitud media de pull-out a esta temperatura debería haber sido aproximadamente la mitad que a temperatura ambiente. Sin embargo, una primera evaluación cualitativa de los resultados fractográficos indicó que las diferencias eran muy superiores. En realidad, las probetas ensayadas a 1200°C presentaron superficies de fractura practicamente lisas, mientras que las fibras sobresalian claramente de la superficie de fractura en los ensayos realizados a  $20^{\circ}$ C (Figs. 5 y 8).

Las observaciones precedentes parecen indicar que el comportamiento frágil a  $1200^{\circ}$ C fue debido a la degradación de la intercara. En este sentido, es conocido que la capa de C pirolítico que recubre las fibras (y que proporciona una intercara con baja energía de fractura) puede desaparecer por oxidación a alta temperatura [5]. Al mismo tiempo, las fibras de Nicalon son susceptibles de oxidarse a esta temperatura formando una fase vitrea (cristobalita) que da lugar a la adhesión entre las fibras y la matriz, e impide la decohesión entre ambas al aproximarse el frente de la fisura [12]. La desaparición del *pullout* en las probetas ensayadas a alta temperatura parece estar mas acorde con esta hipótesis (ausencia de decohesión) que con un aumento de la tensión de fricción en la intercara porque en este caso sería de esperar una disminución de  $\overline{h}$  a 1200<sup>0</sup>C, de acuerdo con la expresión (3), pero no su eliminación practicamente completa. Además, es conveniente señalar que las fibras se encontraban adheridas a la matriz en las superfices de fractura ensayadas a 1200<sup>0</sup>C (Fig. 7).

Finalmente, es necesario comentar el comportamiento de las probetas envejecidas a 1200°C y ensayadas a temperatura ambiente. Suponiendo que la degradación de las fibras durante la exposición a 1200°C fue moderada, la única explicación del alto valor de  $\overline{h}$  (y, en consecuencia, de  $G_F$ ) se encuentra en una redución muy importante de la tensión de fricción a consecuencia del tratamiento térmico. Además, los modelos de propagación de fisuras en MCMC indican que una reducción de  $\tau$ , manteniendo constante el resto de las propiedades de la matriz y de las fibras, origina un aumento en la energía de fractura y una reducción en  $\sigma_u$  [2, 13], de acuerdo con los resultados experimentales. Las causas de la reducción del coeficiente de fricción entre la matriz y la fibras no se conocen, aunque podría deberse al agrietamiento al bajar la temperatura de la fase vitrea formada en la intercara a 1200°C. Estas hipótesis deberán confirmarse en le futuro mediante el estudio de la intercara matriz/fibra mediante microscopía electrónica de transmisión.

#### 5. CONCLUSIONES

La resistencia a flexión y la tenacidad de fractura de un material compuesto SiC/SiC se determinaron a temperatura ambiente y a 1200°C. Los resultados de los ensayos a temperatura ambiente fueron típicos de un material dúctil y con buena resistencia a la propagación de fisuras: la curva P- $\delta$  presentó una zona no lineal antes de alcanzarse la carga máxima, y después de este punto la carga se redujo de modo paulatino. Por el contrario, las probetas ensayadas a 1200°C mostraron un comportamiento frágil, y la tenacidad de fractura se redujo de 25 MPa $\sqrt{m}$  a temperatura ambiente a 6 MPa $\sqrt{m}$  a 1200°C. No se observaron diferencias entre las probetas que habían sido envejecidas durante 1 y 100 horas a 1200°C antes de ser ensayadas a esta temperatura.

Desde el punto de vista de los mecanismos de rotura, las fibras de las probetas ensayadas a 20<sup>o</sup>C sobresalían de las superficies de fractura, mientras que las superficies de fractura a 1200°C fueron lisas. Por lo tanto, la desaparición del fenómeno de pull-out fue responsable de la degradación de las propiedades mecánicas con la temperatura. El análisis de los ensayos mecánicos y de las superficies de fractura apuntó que la degradación de las propiedades mecánicas con la temperatura fue ocasionada por la degradación de la intercara matriz/fibra. Esta degradación pudo deberse a la desaparición por oxidación de la capa de C pirolítico que recubre las fibras (y que proporciona una intercara débil) a alta temperatura, y a la formación de una fase vítrea en la superficie de las fibras que produce la adhesión entre las fibras y la matriz, e impide la decohesión entre ambas al aproximarse el frente de la fisura. La oxidación del recubrimiento de C y la formación de fases vitreas en la superficie de las fibras se estudiará en el futuro por microscopía electrónica de transmisión con objeto de alcanzar resultados definitivos.

Debe también indicarse que la degradación de propiedades observada en este MCMC es un caso extremo. Estudios paralelos realizados dentro del marco de este proyecto de investigación sobre otros MCMC (SiC/SiC y SiC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) han señalado que las propiedades mecánicas se reducen a 1200<sup>0</sup>C, pero en mucha menor medida que en el material analizado en esta investigación.

#### 6. Agradecimientos

Este trabajo de investigación ha sido financiado por Industria de Turbo Propulsores, S. A. Los autores desean hacer constar su agradecimiento a J. Estevas y A. Odriozola por las ideas sugeridas a lo largo de esta investigación.

#### 7. REFERENCIAS

[1] Hillig, W. B., "Strength and toughness of ceramic matrix composites", Ann. Rev. Mater. Sci. 17, 341-383 (1987).

[2] Curtin, W. A., "Theory of mechanical properties of ceramic-matrix composites", J. Am. Ceram. Soc. 74, 2837-2845 (1991).

[3] Llorca, J., y Singh, R. N., "Influence of fiber and interfacial properties on fracture of fiber-reinforced ceramic composites", J. Am. Ceram. Soc. 74, 2882-2890 (1991).

[4] Evans, A. G., Domergue, J.-M., y Vagaggini, E., "Methodology for relating the tensile constitutive behaviour of ceramic-matrix composites to constituent properties", J. Am. Ceram. Soc. 77, 1425-1435 (1994).

[5] Frety, N., y Boussuge, M., "Relationship between high-temperature development of fiber-matrix interfaces and the mechanical behaviour of SiC-SiC composites", Comp. Sci. Techno. **37**, 177-189 (1990).

[6] Singh, R. N., "Interfacial properties and high temperature mechanical behaviour of fiber-reinforced ceramic composites", Mater. Sci. Engng. A166, 185-198 (1993).

[7] Raj, R., "Fundamental research in structural ceramics for service near 2000<sup>0</sup>C", J. Am. Ceram. Soc. **76**, 2147-2174 (1993).

[8] Pastor, J. Y., LLorca, J., Planas, J., y Elices, M., "Stable crack growth in ceramics at ambient and elevated temperatures", J. Engng. Mater. Techno. 115, 281-285 (1993).

[9] Pastor, J. Y., Guinea, G. V., Planas, J., y Elices, M., "Stress intensity factor and compliance for three point bend specimens". (1995). Para publicar.

[10] Davis, J. B., Löfvander, J. P. A., Evans, A. G., Bischoff, E., y Emiliani, M. L., "Fiber coating concepts for brittle-matrix composites", J. Am. Ceram. Soc. 76, 1249-1257 (1993).

[11] Simon, G, y Bunsell, A. R., "Mechanical and structural characterization of the Nicalon SiC fiber", J. Mater. Sci. **19**, 3649-3657 (1984).

[12] Clark, T. J., Jaffe, M., Rabe, J., y Langley, N. R., "Thermal stability of SiC ceramics fibers: mechanical property and chemical structure effects", Cer. Engng. Sci. Proc. 7, 901-913 (1986).

[13] LLorca, J., y Elices, M., "A cohesive crack model to study the fracture behaviour of fiber-reinforced brittle-matrix composites", Int. J. Fracture 54, 251-267 (1992).

## INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN LOS MECANISMOS DE ROTURA DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ DE ALUMINIO.

#### P. Poza y J. LLorca.

# Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid. E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos. Ciudad Universitaria, E - 28040 - Madrid.

**Resumen.** En esta comunicación se presenta un estudio sobre la influencia de la temperatura entre -150 °C y 300 °C en la tenacidad de fractura de dos materiales compuestos de matriz metálica (MCMM): las aleaciones de aluminio Al 2014 y Al 6061 reforzadas al 15% en volumen con partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. El trabajo se completa con el análisis cuantitativo de los mecanismos de rotura mediante microscopía electrónica de barrido.

La tenacidad de fractura disminuyó significativamente al aumentar la temperatura por encima de 200 °C. Los estudios de metalografía cuantitativa y el análisis fractográfico de las probetas ensayadas mostraron que el mecanismo de rotura dominante por debajo de 100 °C fue la fractura frágil del refuerzo cerámico, mientras que a 300 °C la decohesión de la intercara matriz-refuerzo controló el proceso de rotura.

Abstract. A study of the influence of the temperature on the fracture toughness of two metal matrix composites is presented. The materials used in this investigation were two aluminium alloys (2014 and 6061) reinforced with 15 vol. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particulates. The investigation was completed with a quantitative analysis of the fracture mechanisms using scanning electron microscopy.

Fracture toughness decreased sharply as the temperature increased above 200  $^{\circ}$ C. The quantitative metallography studies and the fractographic examination of the samples indicated that reinforcement fracture was the dominant failure mechanism below 100  $^{\circ}$ C, whereas interfacial failure was prevalent at 300  $^{\circ}$ C.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los MCMM presentan importantes ventajas frente a las correspondientes aleaciones metálicas convencionales [1], permitiendo la producción de materiales ligeros capaces de soportar temperaturas elevadas. Sin embargo los principales inconvenientes que presentan son su reducida ductilidad y tenacidad de fractura. Por esta razón, los mecanismos de rotura a temperatura ambiente de MCMM, y en particular de las aleaciones de aluminio reforzadas con partículas cerámicas, han sido estudiados con interés en los últimos años [2-7]. Los resultados de estas investigaciones muestran que el proceso de rotura de estos materiales puede iniciarse por la rotura dúctil de la matriz, por la rotura frágil del refuerzo cerámico, o por la decohesión de la intercara matriz-refuerzo.

Sin embargo son muy pocos los estudios realizados sobre la influencia de la temperatura en el proceso de fractura de los MCMM [6-8]. Por otra parte las mejoras observadas en el módulo de Young, límite elástico, resistencia al desgaste y máxima temperatura de trabajo les convierten en candidatos potenciales como materiales estructurales en la industria automovilística y la aeronáutica, donde con frecuencia habrán de soportar temperaturas elevadas [1].

El presente trabajo estudia la evolución de la tenacidad de fractura y de los mecanismos de rotura con la temperatura de dos MCMM formados por las aleaciones de aluminio Al 2014 y Al 6061 reforzadas al 15% en volumen con partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

# 2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Las aleaciones de aluminio Al 2014 y Al 6061 reforzadas al 15% en volumen con partículas de  $Al_2O_3$ fueron suministradas por Duralcan (Estados Unidos) en forma de barras extruidas de 50 mm de diámetro. Ambos materiales se recibieron en la condición T6, que les confiere la máxima resistencia. Para el material basado en la aleación Al 2014 esta condición se obtuvo tratando el material a 502 °C durante 2 horas, templándolo en agua y realizando un madurado artificial durante 16 horas a 160 °C. El tratamiento para el material compuesto basado en la aleación Al 6061 fue análogo, con una temperatura de solubilización de 560 °C.

A partir de las barras se mecanizaron probetas compactas (CT) de 18 mm de espesor orientadas en la dirección L-T, de acuerdo con las recomendaciones de la norma ASTM E 399. La fisuración previa se realizó a temperatura ambiente en todos los casos, calculando el crecimiento de la fisura a partir de la variación de la flexibilidad, medida con un extensómetro de COD de 50 mm de base de medida acoplado a unas cuchillas pegadas en la cara frontal de las probetas. El calentamiento o enfriamiento de las probetas se realizó a una velocidad inferior a 5 °C por minuto, que se comprobó mediante un termopar introducido en un orificio de unos 2 mm de profundidad mecanizado en la probeta. Una vez alcanzada la temperatura del ensayo, se mantuvo la probeta a dicha temperatura (± 2 °C) durante 20 minutos antes de realizar el ensayo de fractura.

Todos los ensayos de fractura se realizaron en control de desplazamiento con una velocidad de desplazamiento del actuador de 0.9 mm por minuto, que correspondió a un crecimiento del factor de intensidad de tensiones de 0.6 MPa√m por segundo. La apertura de la boca de la entalla se midió mediante un extensómetro de COD capaz de trabajar entre -200 °C y 200 °C. Para los ensayos realizados a 300 °C, la medida de los desplazamientos se llevó a cabo mediante un sistema de extensometría láser [10]. Los valores de la carga, el COD y la temperatura en la cámara y en la probeta durante el ensayo y durante el proceso de calentamiento o enfriamiento se registraron empleando un sistema de adquisición de datos controlado por ordenador.

Las superficies de fractura de las probetas ensayadas se examinaron utilizando un microscopio electrónico de barrido JEOL-JSM 6300. Posteriormente algunas probetas se seccionaron por un plano transversal a la superficie de fractura y fueron embutidas en resina para su estudio metalográfico. Las probetas embutidas se devastaron con lijas de SiC de grano decreciente hasta 600 grit, y a continuación se pulieron con pasta de diamante de 9, 3 y 1  $\mu$ m y finalmente con MgO. Las probetas pulidas se estudiaron utilizando técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido, para investigar los mecanismos de rotura a distintas temperaturas.

# 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

## 3.1 Ensayos mecánicos

Los valores de la tenacidad de fractura medidos para cada material en función de la temperatura aparecen en la figura 1. Estos resultados muestran que la tenacidad de fractura de los dos MCMM se mantuvo prácticamente constante en el intervalo de temperaturas comprendido entre -150 °C y 200 °C. Sin embargo, al elevar la temperatura por encima de 200 °C se observó una reducción significativa de la tenacidad de fractura de ambos materiales.



Fig. 1. Variación de la tenacidad de fractura de los dos materiales estudiados con la temperatura.

Otros autores [6] han estudiado la influencia de la temperatura sobre el comportamiento en tracción del material compuesto basado en la aleación Al 2014. La figura 2 muestra la evolución del límite elástico y de la resistencia a tracción con la temperatura para este material compuesto, mostrando que estas propiedades mecánicas también disminuyen al aumentar la temperatura.

## 3.2 Fractografía

El aspecto de las superficies de fractura fue característico del proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos [11]. Para temperaturas inferiores a 200 °C, el material basado en la aleación Al 2014 presentó dos poblaciones de huecos: una de ellas formada por cavidades de tamaño superior a 10  $\mu$ m nucleadas en torno a partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fracturadas durante el ensayo, y otra formada por huecos de tamaño inferior generados en torno a inclusiones constituidas por Al, Cu y Mn que aparecen dispersas en la matriz. El material basado en la aleación Al 6061 también presentó una población mayoritaria de huecos nucleados en torno a partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fracturadas. La conexión entre estos huecos principales se produjo a través de microhuecos con bordes afilados, producidos por estricción de la matriz.

Las probetas ensayadas a 300 °C presentaron una superficie de fractura también típica de un proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos. Sin embargo, la presencia de microhuecos es más importante que en los materiales ensayados a temperaturas inferiores. Por otra parte, el aspecto de los huecos nucleados en torno a partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fue diferente: aparecieron cavidades de tamaño superior a 10 µm, donde se dibuja la forma de las partículas recubiertas por microhuecos de tamaño inferior a 1 µm nucleados por estricción de la matriz. La figura 3 muestra las

superficies de fractura de los materiales ensayados a 300 °C.

mientras que en las probetas ensayadas a temperaturas más bajas el mecanismo de rotura dominante fue la rotura frágil del refuerzo cerámico.

Estas observaciones parecen indicar que a temperaturas elevadas se produjo decohesión de las partículas,



Fig. 2. Variación del límite elástico (a) y de la resistecia a tracción (b) con la temperatura. Resultados obtenidos por Lloyd [2] para una aleación de aluminio Al 2014 reforzada al 15% en volumen con partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



Fig. 3. a) Micrografía electrónica, realizada en contraste de electrones secundarios, de la superficie de fractura del material compuesto basado en la aleación Al 2014 ensayado a 300 °C. b) Idem para el material basado en la aleación Al 6061.

## 3.3 Mecanismos de rotura

Al estudiar la sección transversal de las probetas ensayadas se observaron dos mecanismos de rotura: fractura frágil del refuerzo cerámico por una o varias grietas perpendiculares a la dirección de carga y decohesión de la intercara mariz-refuerzo. La figura 4 muestra ambos mecanismos en el material basado en la aleación Al 2014 ensayado a 190 °C y la figura 5 muestra los mecanismos de rotura encontrados a -150 °C y 300 °C. Para analizar los mecanismos de rotura dominantes se estudiaron más de 1000 partículas realizando medidas de la fracción de refuerzos fracturados y decohesionados que aparecían a una distancia de la superficie de fractura inferior a 150 µm. Este estudio se realizó en los materiales ensayados a -150 °C, 190 °C y 300 °C.

En los materiales ensayados a -150 °C la fractura de las partículas cerámicas fue el mecanismo de rotura dominante, siendo despreciable el número de refuerzos que presentan decohesión de la intercara. Al elevar la tempeatura el número de partículas decohesionadas comenzó a ser importante, de tal modo que en los materiales ensayados a 190 °C la fracción de partículas rotas fue comparable al porcentaje de partículas decohesionadas. Finalmente, el mecanismo de rotura dominante en las probetas ensayadas a 300 °C fue la decohesión de la intercara matriz-refuerzo. La tabla 1 presenta la fracción de refuerzos fracturados y de

partículas decohesionadas que se encontraron en cada uno de los materiales estudiados a las diferentes temperaturas de ensayo.



Fig.4. Micrografía electrónica, realizada en contraste de electrones retrodispersados, de la sección transversal a la superficie de fractura del material basado en la aleación Al 2014 ensayado a 190 °C.



Fig. 5. a) Micrografía electrónica, realizada en contraste de electrones retrodispersados, de la sección transversal a la superficie de fractura del material basado en la aleación Al 6061 ensayado a -150 °C. En la región próxima a la superficie de fractura se observan partículas rotas. b) Micrografía electrónica, realizada en contraste de electrones secundarios, de la sección transversal a la superficie de fractura del mismo material ensayado a 300 °C. En la región próxima a la superficie de fractura se observan partículas decohesionadas.

Al 2014 + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Temperatura (°C)	% Partículas rotas	% Partículas decohesionadas	% Partículas dañadas
-150	9.93 %	2.13 %	12.06 %
190	9.38 %	9.38 %	18.75 %
300	4.37 %	12.50 %	16.87 %

Tabla 1. Porcentaje de refuerzos fracturados y decohesionados en los materiales estudiados.

## 4. DISCUSIÓN

La tenacidad de fractura de los MCMM estudiados se mantuvo prácticamente constante en el intervalo de temperaturas comprendido entre -150 °C y 200 °C. Para temperaturas cercanas a los 300 ºC apareció una reducción significativa del valor de la tenacidad de fractura. Este cambio de propiedades macroscópicas fue acompañado por una modificación en los mecanismos de rotura.

El mecanismo de rotura dominante en los materiales ensayados a temperaturas inferiores a 100 °C fue la rotura frágil del refuerzo cerámico, produciéndose la rotura por un proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos nucleados en torno a las partículas cerámicas fracturadas. A 300 ºC el proceso de rotura se produjo también por nucleación crecimiento y coalescencia de huecos, nucleados en esta ocasión en torno a partículas decohesionadas de la matriz metálica.

La transición paulatina entre la fractura del refuerzo y la decohesión de la intercara puede deberse a varias causas. En primer lugar, la carga transferida a las partículas por la matriz depende de las propiedades mecánicas de esta. El estudio de los micromecanismos de rotura en tracción en ambos materiales a temperatura ambiente [4] ha demostrado que las tensiones generadas en los refuerzos cerámicos son suficientes para producir la fractura de las partículas, y este fenómeno continúa siendo dominante mientras las propiedades de la matriz se mantienen (hasta 100 °C). A partir de esta temperatura, las propiedades mecánicas de la matriz comienzan a degradarse, y las tensiones generadas en los refuerzos no alcanzan el nivel requerido para producir la fractura. La ductilidad del material aumenta, con la consiguiente acumulación de deformaciones plásticas en la matriz cerca de la intercara matriz-refuerzo, hasta que se produce la rotura dúctil de la matriz junto a las partículas (figura 3). En los ensayos realizados a 300 °C, este mecanismo es dominante porque las tensiones transmitidas a las partículas cerámicas son muy pequeñas. Además, es muy posible que se produzca una fragilizacón de la intercara matriz-refuerzo por precipitación de los elementos aleantes a temperaturas superiores a 160 °C.

Al 6061 + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Temperatura (°C)	% Partículas rotas	% Partículas decohesionadas	% Partículas dañadas
-150	13.51 %	2.03 %	15.54 %
190	9.46 %	12.16 %	21.62 %
300	3.27 %	15.03 %	18.30 %

# en la intercara puede limitar su capacidad para acomodar las fuertes deformaciones plásticas que se generan en esa zona, y dar lugar a la formación de grietas por decohesión.

La aparición de una fracción importante de precipitados

Es evidente que hace falta realizar un análisis más detallado, a nivel cuantitativo, de la relacción entre los mecanismos de rotura observados experimentalmente y las propiedades macroscópicas, esta tarea será abordada en el futuro.

# 5. CONCLUSIONES

En esta investigación se estudió la influencia de la temperatura sobre la tenacidad de fractura de dos MCMM reforzados con partículas cerámicas en el intervalo de temperaturas comprendido entre -150 °C y 300 °C.

La tenacidad de fractura se mantuvo prácticamente constante hasta temperaturas cercanas a los 200 ºC. A partir de esta temperatura la tenacidad de fractura se redujo significativamente. El aspecto de las superficies de fractura fue característico del proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos, con una mayor presencia de microhuecos nucleados en la matriz en aquellas probetas ensayadas a temperaíuras elevadas.

El estudio metalográfico de las secciones transversales a la superficie de fractura mostró que el mecanismo de rotura dominante en las probetas ensayadas a bajas temperaturas fue la fractura frágil del refuerzo cerámico, mientras que en aquellas ensayadas a temperaturas elevadas el proceso de fractura se produjo por decohesión de la intercara matriz-refuerzo.

# 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agrdecer a J. M. Martínez su colaboración en la realización de los ensayos mecánicos. Esta investigación fue parcialmente financiada por TGI, S.A. a través del contrato 910-117.

- Lloyd D. J., "Particulate reinforced aluminum and magnesium matrix composites", Int. Mater. Rev., 39, 1-23 (1994).
- [2] Lloyd D. J., "Aspects of fracture in particulate reinforced metal matrix composites", Acta Metall. Mater., 39, 59-71 (1991).
- [3] LLorca J., Martín A., Ruiz J. y Elices M., "Particulate fracture during deformation of a spray formed metal matrix composite", Metall. Trans., 24 A, 1575-1588 (1993).
- [4] Llorca J. y Poza P., "Influence of matrix strength on reinforcement fracture and ductility in Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites", Mater. Sci. Engng., 185 A, 25-37 (1994).
- [5] Poza P. y LLorca J., "Mecanismos de rotura en materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas cerámicas", Anales de Mecánica de la Fractura 11, 346-353 (1993).
- [6] Zhao D., Tuler F. R. y Lloyd D. J., "Fracture at elevated temperatures in a reinforced composite", Acta Metall. Mater., 42, 2525-2533 (1994).
- [7] LLorca J. y Poza P., "Fracture toughness of Al/SiC composite in the temperature range -130°C to 190°C", Scripta Metall. Mater., 41, 261-266 (1993).
- [8] Somerday B. P., "Elevated temperature fracture toughness of a SiC particulate-reinforced 2009 aluminum composite", Master of Science Thesis, School of Engineering and Applied Science, University of Virginia (1993).
- [9] Mingler B. y Karnthaler H.-P., "T.E.M. investigations of Al 6061 and of composites reinforced with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles", Z. Metallkd., 84 , 313-319 (1993).
- [10] Pastor J. Y., LLorca J., Planas J. y Elices M., "Stable crack growth in ceramics at ambient and elevated temperatures", Journal of Engineering Materials and Technology, 115, 281-285 (1993).
- [11] Van Stone R. H., Cox T. B., Low J. R. y Psioda J. A., "Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture", Inter. Metals. Rev., 30, 157-179 (1985).

# INFLUÊNCIA DA DENSIDADE DA ESPUMA DE POLIURETANO NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE PAÍNEIS SANDWICH DE COMPÓSITO

## C. M. BRANCO

## Instituto Superior Técnico (IST) Departamento de Engenharia Mecânica Av. Rovisco Pais, 1096 Lisboa Codex, Portugal

**Resumo.** Nesta comunicação apresentam-se as propriedades mecânicas de um novo tipo de compósito laminado com estrutura "sandwich". Dois laminados de compósito de fibra de vidro são separados por uma espuma polimérica; através da espuma passa um casquilho de fibra de vidro que liga os dois laminados. Com este sistema a deformação ao corte do painel sandwich é substancialmente reduzida.

Os paineis foram ensaiados à flexão e ao corte na zona elástica e plástica com o objectivo de qualificar a resiliência e a capacidade de absorção de energia. Apresenta-se uma análise de modelação da estrutura celular das espumas de poliuretano para explicar o comportamento mecânico da estrutura e a influência da densidade e flexibilidade da espuma nos mecanismos de rotura detectados.

**Abstract.** The mechanical properties of a new laminate composite structure are presented. Two composite laminates are separated by a polymer foam, through the foam is a tube of braided glass fibre which connects the two laminates. With this system the shear deformation of the sandwich panels is greatly reduced.

The panels were tested in bending and shear in the elastic and plastic range with the objective to qualify the resilience and energy absorption capacity of the panels. Particular attention was given to the description and modelling of the cell structure of the polyurethane foams in order to explain the mechanical behaviour of the structure and also the influence of the foam density and flexibility on the failure mechanisms.

# 1. INTRODUÇÃO

Esta comunicação trata da influência no comportamento mecânico de paineis laminados de dois tipos de espuma de poliuretano; uma rigida de alta densidade (HDPUR) e outra flexível de baixa densidade (LDPUR). As propriedades mecânicas são grandemente influenciadas pela densidade da espuma. As camadas de topo do laminado sandwich são constituidas por placas (uma superior e outra inferior) de um compósito de matriz de resina de poliester não saturado (UP) reforçada com uma manta multi-direccional de fibra de vidro.

Na literatura encontram-se vários trabalhos publicados na àrea do comportamento mecânico de estruturas de compósitos laminados sandwich com núcleos de espuma (1-8). Os trabalhos realizados na àrea das propriedades de absorção ao choque neste tipo de polimeros celulares revelaram uma grande influência dos constituintes e das propriedades físicas da espuma (6-8). Revelaram também que estas propriedades podem ser relacionadas com as propriedades mecânicas obtidas em ensaios estáticos de flexão, tracção, corte e compressão. A resina de poliester utilizada nestes compósitos e no âmbito deste trabalho, foi uma resina pré-acelerada, tixotrópica para moldação de contacto (Ref<sup>a</sup>. Apolit VUP 9740 BET). Os resultados que se apresentam nesta comunicação são apenas os valores obtidos no estudo preliminar recentemente concluido. Este trabalho faz parte dum projecto mais amplo cujo objectivo principal é a caracterização do comportamento mecânico deste tipo de laminado sujeito a solicitações estáticas, de fluência e de choque.

#### 2. EXPERIMENTAL

A resina das placas superior e inferior do compósito já foi acima referenciada. O reforço de fibra de vidro nas placas foi o do tipo E glass Qx2326 de multi-camadas (ver Fig. 1). As principais propriedades dos dois tipos de espumas que foram utilizadas neste trabalho estão indicados na Tabela 1 a seguir.

**Tabela 1.** Propriedades físicas das espumas (da Ref<sup>a</sup>. 9)

	Densidade	σ <sub>c</sub> (KN/m <sup>2</sup> )	σ <sub>p</sub> (KN/m <sup>2</sup> )	T <sub>max</sub> (°C)	τ (KN/m <sup>2</sup> )	α/ <sup>o</sup> C
LDPUR	30Kg/m <sup>3</sup>	172	290	110	138	40-80
HDPUR	80Kg/m <sup>3</sup>	840	950	110	410	40-80

 $\sigma_{c}$ - resistência à compressão;  $\sigma_{p}$ - resistência à tracção;  $\tau$ - resistência ao corte.

## Processo de fabrico

A Fig. 1 apresenta um esquema da constituição dos paíneis. O processo de fabrico está dividido em três fases detalhadas em (9); preparação, moldação e cura. Cada placa de compósito do painel (duas em cada, uma superior e outra inferior) é constituida por duas camadas alternadas de manta de fibra de vidro (QUAD) e CSM), Fig.1, impregnadas com a resina poliester aplicada manualmente. No centro do painel fica uma placa de espuma. O casquilho (tie) oco que tem a espessura do painel e um diâmetro exterior de 28 mm, é introduzido por um furo aberto na espuma. A moldação é manual com molde e contra-molde.

## <u>Ensaios</u>

Foram realizados ensaios estáticos até à rotura aplicando carregamentos de flexão em quatro pontos e de corte. Os esquemas dos dispositivos de ensaio estão representados na Fig. 2a), b).

Os resultados obtidos foram os do módulo à flexão e tensões limite de proporcionalidade e de rotura.

No ensaio de flexão em quatro pontos a distância entre apoios foi de 260 mm e a distância entre rolos de carregamento de 100 mm. No ensaio de corte a distância entre os rolos de carregamento foi de 1.5 vezes a espessura (cerca de 45 mm). Os ensaios foram realizados



Fig.1. Constituição dos paíneis de compósito.

Depois de extraidos dos moldes de madeira segue-se o processo de cura dos paíneis, 24 horas à temperatura ambiente acabando com um estágio de pós-cura de três horas a 80°C.

As dimensões dos paíneis são de 300x300 mm com uma espessura nominal entre 26 e 30 mm.

numa máquina electromecânica com controlo por PC e com uma velocidade de deslocamento do travessão constante e igual a 2 mm /minuto.

Antes da realização dos ensaios nos paíneis determinaram-se as deformações do sistema de ensaio usando provetes de calibração de aço com geometria análoga à dos paíneis.

Realizaram-se também ensaios em provetes retirados das placas dos paíneis (Fig. 1) para determinação dos módulos à tracção e flexão das placas de compósito reforçado com fibra de vidro dos paíneis. As dimensões destes provetes eram 100x30x5.5 mm (comprimento x largura x espessura da placa). Foram ensaiados em média oito provetes para cada tipo de ensaio.

Na teoria das vigas-sandwich as tensões são suportadas fundamentalmente pelas placas do laminado e a distribuição das tensões de corte é constante no núcleo de espuma. Esta conclusão verifica-se quando as placas são finas (relação entre a espessura da espuma e da placa superior a quatro o que acontece neste caso). Então a resistência e rigidez ao corte dos paineis é ditada pelas



Fig.2. Carregamentos utilizados nos ensaios mecânicos nos paíneis. a) Flexão em quatro pontos. b) Corte.

Como complemento do programa de ensaios fizeram-se ensaios extensométricos em que se determinou o coeficiente de Poisson das placas de compósito. Os valores obtidos para v variaram entre 0.39 e 0.45.

# 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O valor obtido para o módulo à flexão das placas de compósito do paínel foi de 10.95 GPa.

O cálculo do módulo à flexão e das tensões nos paíneis foi feito por um método aproximado usando as equações da teoria das vigas de materiais sandwich (10). Está em curso uma modelação mais rigorosa para a determinação destes parâmetros usando dois métodos que irão ser comparados; a teoria das placas sandwich e o método dos elementos finitos aplicado a materiais celulares com o código ABAQUS ou IDEAS. resistências ao corte da espuma enquanto que a resistência e rigidez à flexão dos paineis dependêm fundamentalmente da resistência e rigidez à flexão das placas-laminado. O módulo de elasticidade dos provetes (flexão em quatro pontos) foi obtido com a equação

$$E = \frac{\Delta F}{\Delta \delta} (a^2 (4a - 3l)) / (6I_p)$$
(1)

em que  $(\Delta F/\Delta \delta)$  é o declive da zona elástica do registo carga-flecha obtido no ensaio, **a** é a distância entre os rolos de carregamento, **l** o vão e I<sub>p</sub> o momento de inércia equivalente calculado com as equações existentes em (10).

O módulo de rigidez ao corte, G, foi calculado com a equação (2) retirada da Ref<sup>a</sup>. 10.

$$G=1.861 (\Delta F/\Delta \delta)$$
(2)

em que 1.861 é o factor geométrico correspondente à geometria dos paineis e ao carregamento da Fig. 2b), e  $\Delta F/\Delta \delta$  é o declive da zona elástica do registo carga flecha.

Notar que na determinação do momento de inércia equivalente dos paineis,  $I_p$ , entra-se com o módulo das placas préviamente determinado (10.95 GPa) e com o módulo das espumas obtido num estudo anterior (9).

A Tabela 2 apresenta os resultados obtidos.

 Tabela 2. Resultados obtidos nos ensaios (Fig.2) nos paineis.

Parâmetro	Unidades	LDPUR	HDPUR
Módulo à flexão, E <sub>f</sub>	GPa	0.709	1.331
Resistência à flexão,	MPa	23.59	22.71
σRf			
Tensão limite de proporcionalidade à	MPa	6.11	11.05
flexão, $\sigma_{\rm pf}$			
Módulo de corte, G	GPa	0.44	0.69

Os paineis de LDPUR deram os valores mais baixos do módulo à flexão (Tabela 2). A capacidade de absorção de energia também é a mais baixa como se pode verificar comparando os registos gráficos tensão e extensão obtidos nos ensaios de flexão em quatro pontos (Fig.3).

Em todos os ensaios verificou-se que a tensão aumenta inicialmente de maneira linear com a extensão (Fig. 3).

Nos ensaios de corte (Fig.4) esta região inicial é seguida por uma região em que se verifica um incremento muito rápido da extensão acompanhado de um aumento muito pequeno da extensão (Fig.4). Nesta região os tubos de espuma deformam-se numa direcção transversal à direcção da carga.

Os valores de resistência à flexão são muito próximos para os dois tipos de espuma (Tabela 2) o que se deve ao facto de que na zona de grandes deformações plásticas as espumas ficam fortemente comprimidas pelas placas e a resistência do painel passa a depender quase em exclusivo da resistência das placas que é idêntica em ambos os tipos de paineis.

Os provetes da espuma HDPUR apresentam um valor do módulo de rigidez à flexão 85% mais elevado que o valor para a espuma LDPUR. O módulo de corte é 57% mais elevado. Estes resultados mostram a grande influência das propriedades da espuma que se reflectem no comportamento mecânico do compósito.

As dimensões celulares da espuma de HDPUR são as mesmas que as da espuma LDPUR. A mais alta densidade da espuma HDPUR resulta das paredes mais espessas. Este efeito tem mais influência na resistÊncia à compressão do que ao corte. Durante a deformação



Fig. 3. Registos tensão-extensão obtidos nos ensaios de flexão em quatro pontos.

Esta diferença de comportamento é devida à mais baixa densidade e flexibilidade da espuma de poliuretano de baixa densidade (LDPUR).

plástica a estrutura celular é destruida, a resiliência que se obtém é muito pequena e é causada pela elasticidade das faces da espuma.


Fig. 4. Registo gráfico tensão-extensão obtido num ensaio de corte.

A primeira ruina dos paineis ocorre quando se excede a resistência à compressão ou ao corte da espuma. Como os valores destes dois parâmetros são muito mais elevados na espuma de alta densidade (HDPUR) (ver Tabela 1), as tensões de inicio de cedência serão mais elevadas para a espuma de alta densidade o que se confirma pela Tabela 2 e Figs. 3 e 4.

No instante de inicio de cedência a extensão elástica excede a plástica e o módulo é mais baixo numa curva

contínua (Figs. 3 e 4), embora o comportamento seja quai-linear. Nesta zona (inicio de cedência) não se dá uma rotura súbita da estrutura celular mas verifica-se uma distribuição de tensões para todas as células que suportam a carga, que se vão deformando lentamente na direcção transversal à direcção da carga. A tensão de flexão deixa de se transmitir à placa de compósito inferior do painel que está na posição oposta à da placa que é directamente carregada pelos rolos (Fig. 2). A maior percentagem de extensão concentra-se na placa superior do compósito e também na espuma. Verifica-se então, a partir desse ponto, uma redução muito acentuada da resistência das placas (Figs. 3 e 4).

A maior densidade da espuma HDPUR concede-lhe uma elasticidade mais reduzida que é responsável pela ruina inicial devida à descoesão local entre as placas e a espuma. A descoesão é iniciada com a encurvadura das faces do painel que aparece marcada nos diagramas das Figs. 3 e 4, pelos picos de tensão assinalados no final da extensão elástica. Estas primeiras ruinas ocorrem para um nivel de tensão que na espuma HDPUR é de cerca do dobro que na espuma LDPUR mas com uma velocidade de extensão mais baixa (Fig.5).

A maior elasticidade da espuma LDPUR provoca uma recuperação elástica muito mais acentuada neste tipo de espuma, que é visível por uma deformação elástica residual praticamente nula na curva tensão-extensão (Fig. 3). Esta recuperação elástica verificada ao longo do tempo e depois do ensaio, está evidenciada na Fig. 6 em que se observa que 1 dia após a conclusão do ensaio, grande parte da deformação atingida no ensaio foi recuperada.



Fig. 5. Compressibilidade da Espuma



Fig. 6. Efeito de recuperação elástica após o ensaio na espuma LDPUR.

## 4. CONCLUSÕES

1. As propriedades dos paineis sandwich do compósito são muito sensíveis ao tipo de espuma polimérica utilizada. O reforço de fibra de vidro nas placas do painel não é exclusivamente responsável pelos valores de rigidez e resistência que foram obtidos nos ensaios.

2. A espuma flexível de baixa densidade (LDPUR) garante uma melhor adesão às placas de compósito sem haver descoesão com as placas. Devido aos valores mais elevados de rigidez, a espuma rígida de alta densidade (HDPUR), concede uma melhor transmissão da deformação plástica para a placa inferior de compósito dos paineis mesmo depois das primeiras ruinas por descoesão terem ocorrido.

3. O sistema de estrutura destes paineis sandwich com um casquilho de ligação entre as placas e a espuma central concede uma boa rigidez ao corte e evita o desvio das placas do compósito depois da descoesão entre as placas e a espuma ter ocorrido. Está em curso um trabalho de investigação em paineis deste tipo com mais que um casquilho.

### AGRADECIMENTOS

Estes resultados foram obtidos na fase inicial dum projecto de investigação financiado pela CEE no âmbito do programa EUREKA (LRV EU717).

O autor deseja agradecer a colaboração prestada pelo Dr. Melvin Richardson do IPTME da Universidade de Loughborough, Inglaterra. Os provetes para os ensaios foram produzidos em Portugal pela Firma APM Lda, em Lagos.

Os ensaios e tratamento dos dados foram realizados pelo aluno bolseiro do CEMUL/IST, Knut Eichler.

## 5. REFERÊNCIAS

- Richardson, M.O.W., Nandra, D.S., "Shock mitigating foams- the basic parameters", Cel. Polym. 4, (1985), 279-287
- [2] Menges, G., Knipschild, F., "stiffness and strengthrigid plastic foams in Mechanisms of cellular plastics", Ed. Applied Science Publishers, UK, 1989, pp.27-72
- [3] Hilyard, N.C., "Stiffness and strength of flexible polymer foams", Mechanisms of Cellular Plastics, Ed. Applied Science Publishers, UK, pp. 73-97, 1982
- [4] Murri, G.B., Guyun, E.G., "Analysis of delamination growth from matrix cracks in laminates subjected to bending loads", in Composite Materials: Testing and Design (8th Conf.), ASTM STP972, eds. J.D. Whitcomb, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA, pp.322-339, 1988
- [5] Richardson, M.O.W., Nandra, D.S., "Shock mitigating foams- structure/property relationships", Cell. Pol, 6, 3, 1-15, 1987
- [6] Richardson, M.O.W., Nandra, D.S., "Shock mitigating foams-static/ dynamic characteristics", Cellular Polimers, 6, 4, 39-61, 1987
- [7] Richardson, M.O.W., "The Mechanical Behaviour of Shock mitigating foams", Material Forum Journal (Special Australian Bicentenary Issue), 11, pp. 85-90, March 88
- [8] Watson, J.D., eds. "Engineering materials 200", Trans. Tech. Pub, Zurich, Switzerland, pp.85-90, 1989
- [9] Branco, C.M., 1º relatório de progresso do contrato EUREKA EU717, CEMUL, Instituto Superior Técnico, Lisboa, Portugal, Junho 94.
- [10] NPL Publication, "Design Procedures for Flat Plastic Panels", National Physical Laboratory, Teddington, Middlesex, UK, 1989.

### MECHANICAL CHARACTERISATION OF THE INTERFACE IN CERAMIC MATRIX COMPOSITES USING NANOINDENTATION TECHNIQUES

## M.R. Elizalde\*, A.M. Daniel\*, J.M. Sánchez\*, I. Puente\*, A. Martín\*, J.M. Martínez\*, M. Fuentes\*, C.P. Beesley+

\*Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT) Dpto. Materiales Paseo Manuel de Lardizábal, 15, 20009 San Sebastián and Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Universidad de Navarra Apartado 1674, 20080 San Sebastián +Rolls-Royce plc, Composites and Ceramics Group P.O. BOX 31, Derby, DE24 8BJ, U.K.

**Resumen.** Los materiales compuestos de matriz cerámica reforzados con fibras largas presentan un conjunto de propiedades termo-mecánicas especialmente adecuadas para su uso como partes estructurales en aplicaciones aerospaciales: baja densidad, buena resistencia mecánica a elevadas temperaturas, resistencia a la corrosión y alta tenacidad en comparación con las cerámicas monolíticas. Sin embargo, estas propiedades mecánicas dependen críticamente del comportamiento de la intercara. Este trabajo presenta una caracterización del comportamiento mecánico de la región interfacial para un material compuesto de matriz vítrea de calcio-aluminosilicato (CAS) reforzado con fibras largas de Nicalon<sup>®</sup> y laminado con arquitectura 'cross-ply'. Las propiedades mecánicas se han medido mediante técnicas de nanoindentación, a partir de las curvas fuerza frente a desplazamiento obtenidas cargando sobre la superficie libre de las fibras. Con estos datos, y aplicando los modelos adecuados, se ha calculado la resistencia al deslizamiento ( $\tau$ ) y la energía de descohesión entre la fibra y la matriz (2 $\Gamma$ ).

Abstract. Ceramic matrix composites reinforced with long fibres have several thermo-mechanical properties appropriate for structural applications in aerospace engines: low density, good strength at high temperatures, corrosion resistance and high toughness compared to monolithic ceramics. The mechanical properties depend strongly on the properties of the fibre-matrix interface. This paper presents a characterisation of the mechanical behaviour of the interface for a cross-ply composite of Calcium Alumino-Silicate (CAS) glass ceramic matrix reinforced with Nicalon<sup>®</sup> fibres. The mechanical properties have been measured using a nanoindentation system to push-down individual fibres within the matrix whilst continually recording the interfacial shear resistance to sliding ( $\tau$ ) and the debonding fracture surface energy of the interface (2 $\Gamma$ ) have been calculated.

#### **1. INTRODUCTION**

Ceramic matrix composites (CMCs) reinforced with long fibres are characterised by their strength and toughness at high temperatures, as well as by their low density. Due to these properties, CMCs are particularly interesting for applications in engines and as thermal structural protections, increasing the performance of components.

Toughness of CMCs is higher than that of monolithic ceramics because of their ability to redistribute stresses around the stress concentration zones [1]. There are two mechanisms of stress redistribution: matrix cracking and fibre pullout. But these phenomena are observed only when the fibre-matrix interface is sufficiently weak, allowing debonding and sliding to occur. For example, some CMCs exhibit brittle behaviour at high temperatures above the matrix cracking stress. In these cases, oxidation reactions bond the fibre to the matrix (considerably strengthening the interface), and the stress redistribution mechanisms disappear [2].

Because of the strong dependence of CMC properties on the mechanical properties of the interface, experimental techniques are required to evaluate these properties. The fibre push-down test is used in this work to measure the interfacial properties of a crossply CAS/SiC composite [3].

The experiments were performed using the high precision NanoIndenter<sup>®</sup> II (Nano Instruments, Inc. Knoxville, Tennessee). Indenter load-displacement curves have been recorded and subsequently fitted to theoretical models [4,5] in order to calculate the interfacial shear resistance to sliding ( $\tau$ ), the debonding fracture surface energy of the interface ( $\Gamma$ ), and the residual stresses in the fibre ( $F_R$ ).

#### 2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

#### 2.1. Instrumentation

The NanoIndenter<sup>®</sup> II is a computer-controlled indentation system [6] capable of sensing both load and displacement continuously as an indentation is made in a specimen. The instrument consists of three major components: the indenter, an optical microscope to image the specimen, and a precision table to move the specimen between the microscope and the indenter.



**Fig.1.** Schematic drawing of the indenter head showing the three plates displacement sensing capacitor and the force coil and magnet at the top of the indenter shaft. Note that only the left half of the capacitor is shown [6].

The critical components of the indenter include a small metal rod that passes through the centre of a three-plate capacitor and is attached to the middle plate. A threesided pyramidal diamond (Berkovich geometry) is brazed to the bottom of the rod, and a small force coil and magnet are positioned at the top. The rod is supported by flexible leaf springs as shown in figure 1. Load is determined by the current in the force coil, and the voltage changes associated with the movement of the middle plate of the capacitor allow the displacement of the indenter to be assessed.

The instrument is designed as a load-control device, but either load control or displacement control experiments can be performed through the use of feedback techniques. The computer can be instructed to load or unload at a specified rate and to apply a fixed load and hold it for a specified period of time.

The maximum load resolution is  $\pm$  75 nN and the displacement resolution of the system is approximately  $\pm$  0.04 nm.

#### 2.2. Experimental details

The procedure used to measure the interfacial mechanical properties relies on a series of indentations, programmed to apply two loading cycles on each fibre that is pushed. The maximum load reached in both cycles must be high enough to cause sliding between the fibre and the matrix. Preliminary tests indicated 300 mN to be an appropriate value for the maximum load for fibres with radius of approximately 8  $\mu$ m.

In a fibre pushing experiment, the total displacement of the indenter  $u_T$ , is the sum of the sliding distance, u, and the elastic-plastic penetration of the indenter into the fibre,  $u_p$ . To obtain u, the elastic-plastic response of the fibre must be measured prior to fibre pushing experiments. Subtraction of  $u_p$  from  $u_T$  for the corresponding applied load, then gives u. This procedure is described in section 3.

#### 2.3. Modelling of indentation testing

Once the load versus fibre sliding distance curves were obtained, the models proposed by Marshall and Oliver [4,5] were applied to calculate the interfacial properties of the composite,  $\tau$  and  $2\Gamma$ . The assumptions of the models are:

- Interfacial sliding is controlled only by a constant frictional sliding resistance  $\tau$ , so that sliding between matrix and fibres occurs wherever the shear stress parallel to the interface exceeds  $\tau$ .
- The axial strains in the fibre can be obtained from a shear lag model in which only axial stress  $\sigma_R$  exists in the fibre.
- The sliding length, l, is sufficiently large compared with the fibre radius, R, so that the indentation forces can be taken as uniformly

distributed across the end of the fibre and the elastic strains beyond the end of the slip length can be neglected.

- The frictional stress  $\tau$  is not significantly altered by Poisson's expansion of the fibre resulting from axial stresses.

These approximations may not be valid for composites with strongly bonded interfaces or a higher resistance to interfacial sliding.

CAS glass ceramic has a greater coefficient of thermal expansion ( $\alpha_{CAS} = 4.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) than that of Nicalon fibre ( $\alpha_{SiC} = 3.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) and as such the fibres should be held in a state of residual axial compression, and the matrix in tension. The relations for compressive residual stress in the fibre have therefore been applied [5].

Assuming that  $F>2F_R$  (F, applied load and  $F_R$  the force corresponding to the residual axial stress), the magnitude of the interfacial sliding resistance,  $\tau$ , is evaluated from the force-displacement measurements. For the majority of work reported here,  $F_R$  is assumed to be zero, but the model that includes residual stresses is described below as a single attempt to apply this model is made later.

Interfacial shear stress  $\tau$  is determined most conveniently from absolute displacements during unloading and reloading, since they are not affected by the residual axial stresses. The magnitude of  $\tau$  is obtained directly from the slope of the reloading curve in a plot F<sup>2</sup> versus u, where  $\Delta u = u - u_{res}$  being the residual displacement after unloading:

$$\tau = \frac{F^2 \Delta u}{8\pi^2 R^3 E_f}$$
(1)

For a stable debonding, the sliding distance on loading is given by:

$$\mathbf{u} = \boldsymbol{\beta} \cdot (\mathbf{F}^2 + 2\mathbf{F}\mathbf{F}_{\mathbf{R}}) + \boldsymbol{\gamma}$$

$$\gamma = \beta F_{R}^{2} - \frac{2\Gamma}{\tau}$$
(3)

(2)

Evaluation of  $F_R$ , and hence residual stress,  $\sigma_R$ , by curve fitting to experimental data is facilitated by noting that the curves  $F^2$  versus u are approximately

linear at high loads and that the slope of the initial loading curves at  $F = F_m$ , obtained by differentiating the previous equation [5] is:

$$\frac{dF^2}{du} = \frac{1}{\beta(1+F_{Rm})} \tag{4}$$

where

$$F_{Rm} = \frac{F_R}{F_m} \tag{5}$$

Finally, the magnitude of the fracture surface energy of the fibre-matrix interface,  $2\Gamma$ , can be evaluated from the positive intercept of the force axis in the initial loading curves.

#### 3. RESULTS

The interfacial micromechanical properties of interface fracture surface energy  $2\Gamma$  and frictional shear stress  $\tau$ have been determined using the original model of Marshall and Oliver [4], (that is equivalent to the model described above with the condition of zero residual axial stress), for Nicalon reinforced CAS glass ceramic matrix material.

To apply this model, a reference indentation into a Nicalon fibre (that did not move) was required to obtain the elastic-plastic response of the material under indentation loads of the same magnitude as used in fibre pushing experiments. This was achieved by choosing a number of large diameter, transversely aligned fibres in the composite, and indenting them in the centre. A typical response is shown in figure 2.

Sixth order polynomial curves were fitted to each of the loading and unloading segments of the curve in figure 2. To determine  $\tau$  from the initial loading segment only, the corresponding sixth order polynomial was used to determine the actual fibre displacement beneath the specimen surface by subtracting the displacement given by the polynomial fit, at every load point on the fibre push data, from the corresponding tip displacement of the fibre push.

A total of ten fibres were pushed and then studied in a Scanning Electron Microscope to accurately measure their radii. Figure 3 is a secondary electron image of a fibre after it had been pushed. Note that the fibre surface lies below that of the matrix, even after the indentor has been totally withdrawn.



**Fig. 2.** Applied load vs. tip displacement for an indentation into transversely oriented Nicalon fibre in CAS matrix.



**Fig. 3.** Scanning Electron Microscope secondary electron image of a Nicalon fibre in CAS matrix after it has been pushed using nanoindentation.

A typical set of load/displacement data is shown in figure 4. The load vs. tip displacement trace is shown in figure 4(a). With subtraction of the reference "elastic-plastic response" of Nicalon under the same indentation cycle, load vs. fibre displacement is obtained, see figure 4(b). The load required to initiate debond is clearly seen to be the intercept on the applied load axis. Fibre slip against the interface follows, until the maximum applied load of 300 mN is reached. On unloading, the fibre relaxes and moves upwards, resisted by the interfacial friction. Reloading of the fibre results in a lower load required to introduce onset of fibre slipping (as the interface has already been de-bonded) and subsequent unloading produces a hysteresis loop caused by the work done against the frictional shear stress  $\tau$  of the interface.



**Fig. 4.** a) Load vs. tip displacement for a typical Nicalon fibre push in a CAS matrix, b) Load vs. Fibre displacement obtained after subtraction of the Nicalon reference plot, and c) Load2 vs. Fibre displacement for the initial loading segment of the cycle, from which  $2\Gamma$  and  $\tau$  are determined from the intercept and gradient respectively.

For the initial loading segment of the indentation cycle Marshall and Oliver [4] state that, on a plot of Load<sup>2</sup> vs. Fibre displacement,  $\Gamma$  can be calculated from the y-axis intercept and  $\tau$  from the gradient of the linear response during fibre slip;

Intercept =  $4 \pi^2 R^3 E_f 2\Gamma$ gradient =  $4 \pi^2 R^3 E_f \tau$  where R is the fibre radius and  $E_f$  is the elastic modulus of the fibre ( $E_f = 190$  GPa for Nicalon). This behaviour is observed in figure 4(c), where the linear relationship is followed. For this particular test, the determined values were  $2\Gamma = 8.7$  Jm<sup>-2</sup> and  $\tau = 26$  MPa, (fibre radius was 8.05 µm).

Table 1 summarises the results of the ten experiments that were performed. Mean  $2\Gamma$  and  $\tau$  were determined to be ;

$$2\Gamma = 8.4 \pm 1.9 \text{ Jm}^{-2}$$

 $\tau = 26.8 \pm 2.6 \text{ MPa}$ 

These values are very similar to those for CAS/Nicalon reported in other work [7,8]. The small standard deviation in  $\tau$  (± 10%) is typical of the CAS/Nicalon material in its as-fabricated state.

Table 1. Results of fibre push down tests to determine  $2\Gamma$  and  $\tau$ .

Fibre number	Radius R (µm)	2Γ (Jm <sup>-2</sup> )	τ (MPa)
1	7.95	6.1	27.2
2	8.23	7.9	31.2
3	8.15	6.2	24.5
4	8.05	8.7	26.0
5	8.1	6.4	28.4
6	· 7.9	8.7	24.4
7	8.28	11.3	24.0
8	8.55	10.4	30.7
9	8.48	7.8	27.2
10	8.85	10.9	24.6

To initially determine the effect that axial residual stress in the fibre may have on these values, the model development of Marshall and Oliver [5] (described in section 2.3) was applied to the example data set of figure 4(b). The following interfacial and residual stress properties were measured;

$$2\Gamma = 5.8 \text{ J.m}^{-2}$$
  
$$\tau = 23 \text{ MPa}$$
  
$$\sigma_{R} = -193 \text{ MPa}$$

where  $\sigma_R$  is the axial residual stress in the fibre (negative as fibre is in compression).

#### 4. CONCLUSIONS

The Nanoindenter, an extremely sophisticated instrument capable of performing indentations at lower than nanometre scale, has been successfully used to measure the fibre-matrix interfacial micromechanics, via the fibre push down test, of a commercially available ceramic matrix composite.

The original model of Marshall and Oliver [4], that does not include the effects of residual stresses on the fibres, has been applied and good agreement achieved. Results were consistent with those for the same material measured in other work. The relatively small standard deviation in  $\tau$  is normal for CAS/Nicalon [8].

An initial application of the model incorporating residual axial fibre stresses to typical push-down data has been made. It indicates that the Nicalon fibres are compressed within the matrix by a stress of approximately 200 MPa. This produces slightly lower  $\tau$  and  $2\Gamma$  values than for the case where this stress is neglected.

Further investigations of CMC interface mechanical behaviour will be performed using the Nanoindenter. Verification and development of suitable models describing the push-down test will be made and the measured interfacial properties applied to macroscopic models describing CMC fracture.

## ACKNOWLEDGEMENTS

We acknowledge Rolls-Royce plc for supplying the materials. The funding received from the Spanish 'Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología' (CICYT) and from the "Viceconsejería de Educación, Universidades e Investigación" of the Basque Government made possible the purchase of the equipment.

M.R.E., A.M.D. and I.P. are grateful to the Spanish Ministry of Education and Science, the Commission of the European Communities Directorate-General XII for Science, Research and Development, and to the Department of Education, Universities and Research of the Basque Government, respectively, for the grants received.

#### REFERENCES

- [1] Evans A.G., Domergue J.M. and Vagaggini E., 'A Methodology for Relating the Tensile Constitutive Behavior of Ceramic Matrix Composites to Constituent Properties', in High Temperature Ceramic Matrix Composites, Naslain R., Lamon J., and Doumeingts D., (Edts), Proc. 6th European Conference on Composites Materials, EACM, Bordeaux, pp. 1-29, 1993.
- [2] Pluvinage P., Parvizi-Majidi A. and Chou T.W., 'High Temperature Behavior of 2D-Woven and 3D Braided SiC/SiC Composites', in High Temperature Ceramic Matrix Composites, Naslain R. Lamon J. and Doumeingts D., (Edts.), Proc. 6th European Conference on Composites Materials, EACM, Bordeaux, pp. 675-683, 1993.
- [3] Puente I., Sánchez J.M., García-Alonso S., Martín A., Fuentes M. and Beesley C.P. 'Mecanismos de fallo en CAS/SiC en función de la velocidad de deformación'. Anales de Mecánica de la Fractura, Vol. 11, pp. 354-359, 1994.
- [4] Marshall D.B. and Oliver W.C. 'Measurement of Interfacial Mechanical Properties in Fiber Reinforced Ceramic Composites', J. Am. Ceram. Soc., Vol. 70, N° 8, pp. 542-548, 1987.
- [5] Marshall D.B. and Oliver W.C. 'An Indentation Method for Measuring Residual Stresses in Fiber Reinforced Ceramics', Mat. Sci. and Eng., Vol. A126, pp. 95-103, 1990.
- [6] Nano Indenter<sup>®</sup>. Operating Instructions. Nano Instruments, Inc. Knoxville, Tennessee.
- [7] Daniel A.M. and Lewis M.H. 'Measurement of the Interfacial Micromechanics of Fibre Reinforced Ceramic Matrix Composites.' Ceram. Eng. Sci. Proc. Vol. 14, No. 7-8, pp. 131-138, 1993.
- [8] Daniel A.M. 'Interfacial Properties of Fibre Reinforced Ceramic Matrix Composites', PhD Thesis, Centre for Advanced Materials Technology, Physics Department, University of Warwick, Coventry CV4 7AL, UK. 1994

## VARIABILIDAD DEL CAS/SIC EN ENSAYOS DE TRACCIÓN

## I. Puente\*, J.M. Sánchez\*, M.R. Elizalde\*, A. Martín\*, J.M. Martínez\*, M. Fuentes\*, C.P. Beesley+

\*Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT) Dpto. Materiales Paseo Manuel de Lardizábal, 15, 20009 San Sebastián y Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Universidad de Navarra Apartado 1674, 20080 San Sebastián +Rolls-Royce plc, Composites and Ceramics Group P.O. BOX 31, Derby, DE24 8BJ, Reino Unido

**Resumen.** Los materiales compuestos de matriz cerámica presentan un comportamiento variable que es importante caracterizar. El presente trabajo presenta un estudio de la variabilidad de un "composite" de matriz cerámica realizado a partir de una serie de ensayos de tracción. Se analizan y discuten los valores obtenidos para diversos parámetros de la deformación y el fallo, como la densidad de grietas en la matriz, la longitud del "pullout", carga y deformación de rotura del compuesto y de la matriz, la energía absorbida en el ensayo, etc. Así mismo se calculan los parámetros correspondientes a un modelo de Weibull y se comparan los resultados obtenidos con diversos modelos de comportamiento propuestos para estos materiales.

Abstract. The characterisation of the tensile behaviour variability of a laminated ceramic matrix composite has been undertaken. A set of low strain rate tensile tests have been carried out at room temperature to characterise the variation in magnitude of the most relevant tensile parameters of the  $[(0/90)_3]_s$  cross-ply CAS/SiC: elastic modulus, matrix cracking stress, UTS, pullout length, matrix cracking density, strain to fracture and strain energy density. Weibull's normal and log-normal statistical distributions have been fitted to these experimental data to explain the main reasons that lead to the spread in the values of these characteristic tensile parameters.

# 1. INTRODUCCIÓN

Las cerámicas reforzadas con fibras cerámicas largas son materiales que resultan sumamente interesantes para su utilización en motores a reacción y en protecciones térmicas estructurales [1].

Este tipo de materiales presenta características que justifican sobradamente su utilización, pero ésta se ve limitada por el desconocimiento de su comportamiento mecánico, su intrínseca variabilidad, precio, potencial enfragilización, etc. En consecuencia, resulta necesario estudiar en profundidad su comportamiento y su fiabilidad.

### 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material utilizado en este estudio es un compuesto de matriz cerámica (CMC), disponible

comercialmente. Está compuesto por una matriz de CAS (Calcio Alúmino-Silicato), reforzado con fibras de Nicalon<sup>TM</sup> ( $\beta$ -SiC), con arquitectura laminada [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Su mesoestructura consiste en doce láminas orientadas alternativamente a 0 y 90°, con las dos capas centrales a 90° unidas entre sí [2].

Las condiciones de alineamiento bajo las cuales se han realizado los ensayos de tracción responden a las de trabajos anteriormente realizados por los autores [2]. Las probetas han sido instrumentadas mediante bandas extensométricas para obtener las medidas de deformación.

Los ensayos han sido realizados a temperatura ambiente y en condiciones cuasi-estáticas de aplicación de carga ( $\dot{\epsilon}$  =0.0005 s<sup>-1</sup>) en una máquina servohidráulica de tracción MTS.

Los datos obtenidos de los ensayos se procesaron utilizando  $\beta$ -splines cúbicos, para la obtención del

módulo elástico, E; la tensión de rotura de la matriz,  $\sigma_{mc}$ , y la densidad de energía absorbida en el momento de la rotura, "Strain Energy Density" (S.E.D.) calculada a partir del área bajo la curva tensión-deformación [3] (Fig. 1).



**Fig. 1.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Curva tensióndeformación para un ensayo de tracción cuasiestático. El área representativa de la energía elástica en la fractura se muestra rayada.

#### **3. RESULTADOS**

#### 3.1. Ensayos de tracción

Los resultados obtenidos en los 21 ensayos de tracción realizados se resumen en la Tabla 1, en la que se relacionan las medias, desviaciones típicas y valores máximos y mínimos obtenidos para el módulo elástico, la tensión de rotura de la matriz y última de rotura, así como la deformación a fractura y la densidad de energía absorbida (S.E.D.). Así mismo, se recogen los módulos de Weibull, los intervalos de confianza al 95% para dichos módulos y los coeficientes de correlación obtenidos.

**Tabla 1.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Resultados obtenidos en 21 ensayos de tracción a temperatura ambiente.

	E	σ <sub>mc</sub>	ours	Efallo	S.E.D.
	(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)	(MJ/m <sup>3</sup> )
Media	119	62,2	246,0	0.92	1.51
Desv. típica	7	9	28.3	0.14	0.31
Minimo	102	49	192.0	0.64	0.90
Máximo	129	82	296.1	1.18	2.06
Mód. Weibull	21,9	8,25	10.4	7.52	5,42
Coef. correlac.	0.988	0.935	0.987	0.970	0.976
Mód. mín. 95%	20.3	6.75	9.62	6.62	4.83
Mód. máx. 95%	23.5	9.75	11.23	8.42	6.00

En las Figs. 2 y 3 se presenta, en forma de diagramas de acumulación, el conjunto de los resultados obtenidos para el módulo elástico y la densidad de energía absorbida, por ser las magnitudes en las que se han encontrado mayores diferencias en la disposición de los resultados experimentales.



**Fig. 2.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Resumen de los valores obtenidos para el módulo elástico en 21 ensayos de tracción.



**Fig. 3.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Resumen de los valores obtenidos para la densidad de energía absorbida en 21 ensayos de tracción.

Como puede observarse, dentro del rango elástico, todas las probetas ensayadas presentan un comportamiento muy similar, mientras que a partir de la aparición de grietas en la matriz, la respuesta del material presenta un carácter más aleatorio. Se han realizado cálculos para ajustar los resultados obtenidos mediante tres tipos de distribuciones: normal, logarítmico-normal y de Weibull. Los coeficientes de correlación obtenidos para cada uno de los parámetros medidos, con cada una de las distribuciones estudiadas, Tabla 2. Coeficientes de correlación para los ajustes dediversas · distribuciones estadísticas a los valoresobtenidos.

	DISTRIBUCIONES				
	Normal	Log-normal	Weibull		
E	0.9574	0.9477	0.9883		
σ <sub>mc</sub>	0.9711	0.9800	0.9350		
συτς	0.9908	0.9885	0.9874		
ε <sub>r</sub>	0.9751	0.9602	0.9705		
S.E.D.	0.9788	0.9602	0.9758		



**Fig. 4.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Ajuste de un modelo de Weibull a la distribución de valores del módulo elástico.



**Fig. 5.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_3$ . Ajuste de una población normal a la distribución de valores de la carga de rotura.

se resumen en la Tabla 2. Puede observarse que los parámetros relacionados con la rotura final del

compuesto tienen mejores correlaciones con una distribución normal, el módulo elástico con una de Weibull y la tensión de rotura de la matriz se ajusta mejor a una distribución logarítmico-normal, sin que las diferencias sean, en ningún caso, significativas. Las Figs. 4 y 5 muestran el ajuste de un modelo de Weibull y de una población normal al caso del módulo elástico y a la carga de rotura, respectivamente.

## 3.2. Fractografía

Los aspectos fractográficos más relevantes de estos materiales son la densidad de grietas en la matriz,  $\rho$  (o su inversa, el espaciado medio entre grietas); así como la longitud media de fibras extraídas durante la fractura (Mean Pullout Length) [4-7]. En la Fig. 6 puede observarse el aspecto típico de la fractura de estos materiales. La Tabla 3 relaciona los valores medidos para el espaciado medio entre grietas y la longitud media de fibra extraída para cuatro probetas, en función de la densidad de energía absorbida en el momento de la fractura. Las probetas se eligieron utilizando como criterio la energía absorbida, escogiendo los dos extremos y dos casos intermedios.



**Fig. 6.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Micrografía electrónica de barrido de la superficie de rotura de una probeta.

 Tabla 3. Valores de espaciado de grietas y longitud

 media de fibras extraídas frente a energía absorbida.

Densidad de energia absorbida (MJ/m <sup>3</sup> )	Espaciado medio de grietas . (µm)	Longitud media de la extracción de fibras (µm)
0.90	217.9	403
1.43	200.3	349
1.54	218.9	495
2.02	173.4	467

Las Figs. 7 y 8 muestran la distribución de los valores del espaciado entre grietas en las capas a  $0^{\circ}$  (paralelas a la dirección de carga), con sus intervalos de confianza al 95%, y de la longitud de la extracción de fibras para una probeta que absorbió 1.43 MJ/m<sup>3</sup> de energía a lo largo del ensayo de tracción a temperatura ambiente. La densidad de grietas observada es de aproximadamente 5 grietas/mm.



Fig. 7. CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Distribución de espaciados entre grietas para una probeta representativa de la población.



**Fig. 8.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Distribución de longitudes de fibras extraídas para una probeta representativa de la población.

La composición de la fase matriz en la superficie de fractura se determinó con ayuda del analizador de dispersión de energía de rayos X del microscopio electrónico de barrido.

Se observa que la composición de la matriz varía de forma notable de una probeta a otra, e incluso en una misma probeta, habiéndose observado rangos de variación en peso del 4,8% al 23,5% en el porcentaje de Al; del 41,3% al 69,6% en el porcentaje de Si o del 23,0% al 32,1% en el porcentaje de Ca. También se observa que la longitud de las fibras extraídas es menor en las zonas en las que el silicio aparece en menor cantidad. Las Figs. 9 y 10 permiten observar estas variaciones entre dos puntos de la misma probeta, mostrando los casos extremos observados. También se han observado diferencias en la fractura de las fibras, en las cuales aparecen con frecuencia dos zonas diferenciadas: una zona de inicio de la rotura, originada en un defecto (denominada "fracture mirror") y otra zona estriada, que corresponde a la propagación frágil de la grieta a partir del defecto.



**Fig. 9.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Espectroscopía de rayos X de una zona de la probeta que muestra un gran predominio del silicio frente a los demás componentes de la fase matriz.



**Fig. 10.** CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ . Espectroscopía de rayos X de una zona de la probeta que muestra un escaso , predominio del silicio frente a los demás componentes de la fase matriz.

## 4. DISCUSIÓN

A lo largo de este estudio se ha pretendido encontrar una relación entre el comportamiento mecánico del "composite" y los parámetros fractográficos observados. En primer lugar, se han buscado relaciones entre los valores de las tensiones y deformaciones de fractura, módulo elástico y densidad de energía absorbida. La Tabla 4 muestra los valores de sus correlaciones.

Como se observa, no parecen existir acoplamientos entre las variables, salvo en el caso de la  $\sigma_{\text{UTS}}$  y la  $\varepsilon_f$  con la densidad de energía absorbida, relación previsible, ya que la densidad de energía coincide con el área bajo la curva tensión-deformación.

Tabla 4. Coeficientes de correlación entre valoresobtenidos en 21 ensayos de tracción.

	Е	σ <sub>mc</sub>	συτε	13	S.E.D.
E	1	0.361	0.394	0.277	0.316
σ <sub>mc</sub>	0.361	1	0.004	0.041	0.020
σ <sub>υτs</sub>	0.394	0.004	1	0.629	0.803
٤ſ	0.277	0.041	0.629	1	0.959
S.E.D.	0.316	0.020	0.803	0.959	1

Habitualmente se considera que la extracción de fibras es un mecanismo fundamental en la tenacidad de los compuestos de matriz cerámica, sin embargo se ha observado que la energía absorbida en la extracción de las fibras es inferior a la energía elástica en la rotura de la probeta (Fig. 1). En ensayos realizados por los autores en otras condiciones [8], en los que se han producido mayores longitudes en las fibras extraídas, se ha podido cuantificar la energía necesaria para la extracción en un máximo de 0.3 MJ/m<sup>3</sup>, mientras que la energía elástica absorbida hasta la rotura de las probetas en estas condiciones es del orden de 0.5 MJ/m<sup>3</sup> (Fig. 1). Por tanto, la energía elástica en el momento de la rotura de las fibras es superior a la nécesaria para extraerlas. Este es el motivo de que en ninguno de los ensayos se haya observado una caída gradual de resistencia, asociada al "pullout", como se observa en los ensayos de plegado.

Se puede también observar que existe una cierta correlación entre la densidad de grietas en la matriz y la absorción de energía (Tabla 3). Esta relación parece lógica, ya que cuanto más se daña el material en el ensayo más energía se precisa para ello. En todo caso, se ha observado una relación clara entre la densidad de grietas y la deformación a fractura. Así mismo, la deformación permanente que se observa en el material después de la rotura (del orden del 0,5%) está directamente relacionada con el espaciado entre las grietas de la matriz.

Desde el punto de vista de los ajustes de modelos estadísticos al comportamiento del material, la zona elástica parece más cercana a un modelo del tipo "eslabón más débil", que se ajusta mediante una distribución de Weibull. Sin embargo, los parámetros relacionados con la fractura, tanto de la matriz como del conjunto, se ajustan mejor a una distribución normal; este comportamiento podría ser debido a que en estos valores influyen gran número de factores, por lo cual su comportamiento es más aleatorio, y por tanto más cercano a una distribución gaussiana.

En el instante anterior a la rotura, las fibras están soportando la carga en todas las secciones en las que la matriz se ha roto. Se puede estimar la tensión "in-situ" de rotura de las fibras a partir del tamaño característico del defecto que origina la fractura ("fracture mirror") [9,10]. Se ha observado variación en los tamaños de estas zonas, pero de momento no se puede concluir que la responsabilidad de la variabilidad sea achacable en exclusiva a las mismas.

Las características de la matriz son muy importantes, ya que de la relación entre ciertas propiedades de fibra y matriz depende el tipo de intercara, y ésta condiciona en gran medida las propiedades del conjunto. Como ya se ha comentado, se han observado grandes variaciones en la composición de la matriz, por lo tanto, existen diferencias en su coeficiente de dilatación térmica ( $\alpha$ ); lo cual provoca variaciones en el valor de las tensiones residuales y en la tensión de deslizamiento de la intercara [11,12].

Esta variación en el carácter (tractivo o compresivo) de la intercara puede explicar, hasta cierto punto, la variabilidad del material; por lo tanto, se debería realizar un estudio en profundidad de la variación de las características de la matriz. Así mismo, se justifica la necesidad del estudio de la intercara, mediante técnicas de nanoindentación que permitan caracterizar en profundidad su comportamiento.

## **5. CONCLUSIONES**

El material analizado, un compuesto de matriz cerámica con arquitectura laminada CAS/SiC  $[(0/90)_3]_s$ , es un material variable en su comportamiento a fractura, presentando valores del módulo de Weibull entre 5 y 8, en función del parámetro considerado. Sin embargo, el módulo elástico presenta una repetitividad elevada, con valores en torno a 22 en su módulo de Weibull.

.

El modelo estadístico que mejor se adapta al comportamiento del material en la zona elástica es una distribución de Weibull. El material presenta en esta zona un comportamiento del tipo "eslabón más débil". Sin embargo, a partir de la rotura de la matriz, el comportamiento es más aleatorio, y podría ajustarse mejor a una distribución normal.

Los motivos fundamentales a los que se puede achacar el comportamiento del material parecen ser variaciones en la composición de la matriz, que a través de diferencias en el valor del coeficiente de dilatación térmica, influyen en las características de la intercara. La confirmación de estas hipótesis requiere un estudio detallado del comportamiento mecánico de la intercara mediante técnicas de nanoindentación.

#### 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo, quieren expresar su agradecimiento a Rolls Royce plc; al Departamento de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco (EC9206 y PGV 92/17); a la Dirección General de Electrónica y Nuevas Tecnologías del Ministerio de Industria, Comercio y Turismo y a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT Mat93-0348) por la colaboración prestada en la financiación y el equipamiento.

Dos de los autores (I.P. y M.R.E.) quieren agradecer al Departamento de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco y a la CICYT, respectivamente, las becas concedidas.

## 7. REFERENCIAS

- Chermant, J.L. et Fantozzi, G., "Microestructure, comportements thermomécaniques et modélisation des composites céramique-céramique à fibres". Ed. Hermès, París 1993.
- [2] Puente, I. et al., "Mecanismos de fallo en CAS/SiC en función de la velocidad de deformación". Anales de Mecánica de la Fractura Vol. 11, 1994, pp.354-359.

- [3] Sánchez, J.M. et al., "Tensión de agrietamiento de la matriz en CMC's". Proc. IV Cong. Nac. de propiedades mecánicas, Vitoria 1994.
- [4] Beyerle, D.S.; Spearing, S.M. and Evans, A.G., "Damage Mechanisms and the Mechanical Properties of a Laminated 0/90 Ceramic Matrix Composite". J. Am. Ceram. Soc., 75(12) pp. 3321-3330, (1992).
- [5] Beyerle, D.S.; Spearing, S.M.; Zok, F.W. and Evans, A.G., "Damage and Failure in Unidirectional Ceramic-Matrix Composites". J. Am. Ceram. Soc., 75(10) pp. 2719-2725, (1992).
- [6] Kim, R.Y., "Experimental Observation of Progressive Damage in SiC/Glass-ceramic Composites". Cerammic Eng. & Sci. Proc., July-August, 1992.
- [7] Pryce, A.W. and Smith, P.A., "Behaviour of Unidirectional and Crossply Ceramic Matrix Composites Under Cuasi-static Tensile Loading". Jour. Mat. Sci., 27, pp. 2695-2704, (1992).
- [8] Puente, I. et al. "Mechanical Behaviour of CMC's at High Temperature and High Strain Rate". En preparación.
- [9] Kirchner, H.P. and Gruver, R.M., "Fracture Mirrors in Alumina Ceramics". Phil. Mag., Vol. 27, pp. 1433-1446, (1973).
- [10] Mecholsky Jun, J.J.; Freimann, S.W. and Rice, R.W., "Fracture Surface Analysis of Ceramics", J. Mat. Sci., 11, pp. 1310-1319, (1976).
- [11] Marshall, D.B. and Oliver, W.C., "An Indentation Method for Measuring Residual Stresses in Fiber-Reinforced Ceramics". Mat. Sci. & Eng. A126, pp. 95-103, (1990).
- [12] Lewis, M.H.; Daniel, A.M.; Chamberlain, A.; Pharaoh, M.W. and Cain, M.G., "Microstructure-Property Relationships in Silicate-Matrix Composites". Journal of Microscopy, Vol. 169. Pr2. pp. 109-118, Feb. 1993.

## ESTUDIO MICROMECANICO DE DESPEGUES EN LA INTERFASE ENTRE FIBRA Y MATRIZ EN MATERIALES COMPUESTOS

J.C. del Caño<sup>†</sup>, J. Cañas<sup>‡</sup>, F. París<sup>‡</sup>, V. Mantic<sup>‡</sup>, J. Sánchez<sup>‡</sup>

# ‡ E.T.S.I. Industriales; Dpto. Resistencia de Materiales, P<sup>o</sup> del Cauce s/n, 47011 Valladolid ‡ E.T.S.I. Industriales; Dpto. Mecánica Medios Continuos, Av. Reina Mercedes s/n, 41012 Sevilla

**Resumen.** Se presenta un estudio numérico basado en el Método de los Elementos de Contorno del problema micromecánico de despegue parcial entre fibra y matriz en materiales compuestos reforzados con fibra, bajo acción de cargas transversales. El análisis contempla la posible presencia de zonas de contacto sin fricción en la porción despegada de la interfase. Se identifica carácter singular de algunas componentes de tensión en la proximidad del fin del pegado, y se calculan numéricamente parámetros asociados a la singularidad mediante un proceso de extrapolación. La comparación de los parámetros conocidos analíticamente con los valores obtenidos resulta satisfactoria. Se sugiere la utilidad potencial de este tipo de análisis para determinar propiedades físicas de la interfase con el apoyo de datos experimentales.

Abstract. A numerical study on the micromechanical problem of partially debonded fiber and matrix in transversely loaded fiber-reinforced composites is presented. The analysis accounts for the possibility of frictionless contact zones along the debonded zone of the interface. The Boundary Element Method is used through. The singular nature of some stress components near the end of the bonded zone is identified, and parameters related to the singularity are numerically calculated by using an extrapolation procedure. Comparison of theoretically known parameters against its calculated values is satisfactory. The potential usefulness of this kind of numerical analysis together with experimental data in order to determine physical properties of the interface is suggested.

## **1. INTRODUCCION**

La observación mediante microscopio de grietas transversales en materiales reforzados con fibra, revela que el proceso de agrietamiento comienza por despegues en la interfase fibra-matriz, para niveles relativamente bajos de la carga transversal. Para niveles superiores de carga, estos despegues se conectan a través de la matriz formando una macrogrieta. Por tanto, las propiedades y mecanismos de fallo de la interfase juegan un papel dominante en el comportamiento del material bajo carga transversal. El objetivo último que anima la realización del presente trabajo es el establecimiento de un procedimiento para la cuantificación de las propiedades resistentes a fractura de la interfase. Ello podría ser llevado a cabo realizando el mejor ajuste posible de los parámetros de un criterio de resistencia dado, al comportamiento observado en la experimentación. La distribución de tensiones y/o desplazamientos, que intervendrá de una u otra manera en el criterio de resistencia, debe ser pues conocida.

En resumen, sería necesario contar con:

- información precisa acerca del estado tensional en condiciones de despegue de la interfase.

- datos experimentales acerca de las condiciones en que se inicia y propaga dicho despegue.

El presente trabajo se dedica al primero de los puntos anteriores, estudiándose la viabilidad de obtener numéricamente de modo suficientemente preciso el estado tensional en el tipo de problemas considerado, utilizando discretizaciones basadas en técnicas de contorno, más ventajosas que las técnicas de dominio en el tipo de problemas en elasticidad lineal que se estudian. En la sección 2 se expone el problema a analizar. Su elección responde al criterio de facilidad de materialización y observación en laboratorio, si bien estos aspectos no son abordados en este artículo. Las secciones 3 y 4 describen brevemente las principales características de la técnica numérica que se ha implementado para obtener los resultados que se presentan en la sección 5. En la sección 6 se resumen las conclusiones del estudio realizado.

El presente análisis se realiza bajo hipótesis de deformación plana en elasticidad lineal. El problema propuesto es mostrado en la Fig. 1. Consiste en una fibra única, cuyas propiedades corresponden a una fibra de vidrio, rodeada por una matriz de dimensiones suficientemente grandes como para poder ser considerada infinita. Las propiedades de la matriz corresponden a una resina epoxy. Se asumirá un ángulo de despegue  $2\alpha$  orientado simétricamente respecto a la dirección de la carga, y separación nula en la zona despegada cuando no actúan cargas exteriores. Es conocido, ver por ejemplo [1], que este tipo de problemas es independiente de la carga, en el sentido de que las zonas de separación y contacto (y la posible partición de esta última en zonas de adhesión y deslizamiento, en el caso de que exista fricción), no dependen del nivel de carga, suponiendo que efectivamente se aplique alguna fracción no nula de la carga. El valor de la tracción exterior no tiene por tanto una significación relevante en este estudio, puesto que todas las tensiones serán proporcionales al nivel de carga; no obstante, en la figura 1 se indica un valor tipo cómodo para la observación durante la experimentación. Solamente se analizará la mitad superior del problema, aprovechando la simetría del mismo.

# 3. EL METODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO EN PROBLEMAS DE CONTACTO

Los fundamentos del Método de los Elementos de Contorno en elasticidad lineal están bien descritos en la literatura [3,4], y no serán completamente desarrollados aquí. Para el propósito de esta exposición considérese un sólido bidimensional elástico sin cargas de volumen. Podemos usar el segundo teorema de Betti para generar tantas ecuaciones como necesitemos para calcular los parámetros indeterminados de la solución aproximada que hayamos planteado previamente. Tomaremos siempre la solución fundamental de Kelvin para un medio infinito como solución auxiliar, aunque son posibles otras elecciones. Las ecuaciones que se obtienen son de la forma :

$$c_{ij}(x)u_{j}(x) + \int_{\partial D} T_{ij}^{\Psi}(x, y)u_{j}(y)ds(y) =$$
$$= \int_{\partial D} \Psi_{ij}(x, y)T_{j}(y)ds(y)$$
(1)

dónde  $\partial D$  es el contorno del dominio D que ocupa el sólido, "y" simboliza genéricamente un punto del sólido (siempre en su contorno en esta ecuación), "x" es la posición de la carga unidad de la solución auxiliar, "i","j" son índices que varían de 1 a 2 en problemas bidimensionales, u<sub>i</sub>(y), T<sub>i</sub>(y) son los



Fig. 1. Problema a analizar y direcciones locales de las componentes de tensión y desplazamiento.

A primera vista podría pensarse que si  $\alpha$  es pequeño no habría zona de contacto, pero en todo caso parece claro que para  $\alpha$  grande, digamos 90°, existirá una zona de contacto entre las superficies despegadas de la fibra y la matriz en las cercanías de  $\alpha$ . El estudio numérico debe, por tanto, ser capaz de modelar estas zonas de contacto, lo que por otra parte constituirá la aportación más importante respecto a las soluciones analíticas disponibles [2], tal como se comenta en la sección 4. vectores de desplazamiento y tensión en "y", y  $\psi_{ij}(x,y)$ ,  $T_{ij}^{\psi}(x,y)$  son los vectores desplazamiento y tensión de la solución auxiliar, actuando su carga unidad en dirección "i". Se entiende sumatorio de 1 a 2 en índices que, como "j", se repiten en el mismo término. Si "x" se sitúa en el contorno del sólido los dos integrandos de (1) son singulares: la integral izquierda existe en el sentido del valor principal de Cauchy, mientras la derecha contiene sólo una singularidad débil, integrable en el sentido convencional. Adicionalmente, si "x" está en el contorno, c<sub>ij</sub> depende de la geometría local del contorno en ese punto. Si "x" está fuera o dentro del

sólido, los dos integrandos son regulares. Si "x" está fuera es c<sub>ij</sub>=0, y si está dentro, es c<sub>ij</sub>= $\delta_{ij}$ . La técnica de contorno más popular consiste en escribir la ecuación (1) con el punto fuente "x" situado en cada una de las posiciones nodales y<sup>p</sup> (p=1...n) de una discretización habitual en elementos de contorno. Esta es la técnica empleada principalmente en este trabajo, aunque también se usan ecuaciones obtenidas con "x" fuera del sólido para propósitos particulares que se indicarán más adelante.

La solución aproximada, cuyos parámetros se pretende determinar, se plantea del modo habitual, expresando las tensiones y los desplazamientos como combinación lineal de p-funciones N<sup>p</sup>(y), no nulas en pequeñas porciones del contorno (elementos). Cada una de estas funciones vale 1 en un punto particular del contorno (el nodo p, que se asocia a esa función), y cero en las demás posiciones nodales. Con esta elección, los parámetros a determinar son precisamente las componentes del desplazamiento y tensión en los nodos. La aproximación resulta:

$$u_{j}(y) = \sum_{p} N^{p}(y)u_{j}(y^{p})$$
$$T_{j}(y) = \sum_{p} N^{p}(y)T_{j}(y^{p})$$
(2)

La sustitución de (2) en (1) para el punto fuente en  $x^q$  conduce a:

$$\sum_{p} H_{ij}^{qp} u_{j}(y^{p}) = \sum_{p} G_{ij}^{qp} t_{j}(y^{p})$$
(3)

donde:

$$H_{ij}^{qp} = \int_{\partial D} T_{ij}^{\phi}(x^{q}y^{p}) N^{p}(y) ds(y) \qquad \text{si } p \neq q$$

$$H_{ij}^{qp} = \int_{\partial D} T_{ij}^{\phi}(x^{q}y^{p}) N^{p}(y) ds(y) + c_{ij}(x^{q}) si p = q$$

$$G_{ij}^{qp} = \int_{\partial D} \phi_{ij}(x^q y^p) N^p(y) ds(y)$$
(4)

Se ha elegido aproximar tensiones y desplazamientos en base a tres posiciones nodales y<sup>p</sup> en cada elemento: un nodo (compartido por dos elementos) en cada extremo del elemento y otro en algún punto intermedio. Habitualmente se denominan elementos parabólicos continuos en la literatura. En cuanto a la geometría, el problema contiene sólo contornos circulares y rectos, que pueden ser descritos exactamente, no siendo necesario recurrir a interpolación. Por ello se ha implementado geometría exactamente circular para los elementos de la interfase. La ecuación (3) planteada para tantos puntos x<sup>q</sup> como nodos y<sup>p</sup> tengamos constituye un sistema de ecuaciones algebraicas que permitiría calcular las tensiones desplazamientos desconocidos У en problemas de un solo cuerpo con condiciones de contorno correctamente definidas. En un problema de contacto entre dos sólidos A y B (Figura 2), las condiciones de contorno en la zona de contacto involucran variables de ambos sólidos, por lo que las ecuaciones (3) planteadas para los sólidos A y B, y las ecuaciones de contacto deben resolverse conjuntamente.



Fig. 2. Zona de contacto y definición de ejes locales.

Las mencionadas condiciones de contacto, para el caso sin fricción que nos ocupa, deben garantizar el equilibrio, la ausencia de interpenetraciones, y que no haya tracciones en la zona despegada (aunque puede haberlas en la zona pegada). Así, para un punto M en la zona pegada tendremos:

$$u_i^A(M) + u_i^B(M) = 0, i=1,2$$
  
 $T_i^A(M) = T_i^B(M), i=1,2$  (5)

y para M en la zona despegada, pero en contacto:

$$u_{1}^{A}(M) + u_{1}^{B}(M) = 0$$
  

$$T_{1}^{A}(M) = T_{1}^{B}(M) \le 0$$
  

$$T_{2}^{A}(M) = T_{2}^{B}(M) = 0$$
(6)

Finalmente, en la zona de separación de la zona despegada se tiene

$$u_1^A(M) + u_1^B(M) \le 0$$
  
 $T_i^A(M) = T_i^B(M) = 0, i=1,2$  (7)

En los problemas sin fricción, la solución no depende de la historia de carga, no siendo por tanto necesario plantear la aplicación incremental de la misma. Por tanto, la estrategia de solución se ha basado en la determinación iterativa de las zonas de contacto y separación. Para ello se parte de una estimación de la zona de contacto, se resuelve el conjunto de ecuaciones formado por (3), planteado para A y B, junto a las ecuaciones de contacto, y se comprueba si hay violaciones de la 2ª de las ecs. (6) o de la 1ª de las (7). Si es así, se modifican algunas de las condiciones de contacto supuestas y se reinicia el proceso. La solución se alcanza cuando no se violan las ecuaciones mencionadas. Este procedimiento es una particularización del algoritmo más general que se describe en [5].

En cuanto a la resolución conjunta de las ecuaciones (3) para los sólidos A y B y las de contacto, que debe realizarse en cada iteración del proceso anterior, se ha implementado una resolución a su vez iterativa. Se comienza resolviendo las ecuaciones (3) del sólido matriz suponiendo desplazamientos nulos en las zonas pègadas y de contacto. Las tensiones obtenidas son aplicadas a la fibra mediante las condiciones de contacto. Se obtiene la solución para la fibra bajo estas condiciones, y los desplazamientos obtenidos se aplican, nuevamente a través de las condiciones de contacto, al sólido matriz. El proceso continúa hasta que los desplazamientos de la interfase se estabilizan un nivel de tolerancia relativa global con predeterminado (0.0002 en los casos presentados).

Para este tipo de problemas de contacto, en los que uno de los sólidos es mucho más rígido que el otro, el procedimiento descrito suele resultar ventajoso frente a la resolución conjunta de todas las ecuaciones del problema, porque los requerimientos de memoria y el número de operaciones suele ser menor (el proceso converge en dos o tres iteraciones en los casos estudiados). Adicionalmente, este procedimiento no impide realizar una condensación previa (técnica descrita en [6]) de los grados de libertad que permanecen pasivos. Hay que notar, sin embargo que para problemas con materiales de rigidez similar, el proceso converge más lentamente, perdiendo así su atractivo.

## 4. CONSIDERACIONES ACERCA DEL ESTADO TENSIONAL EN EL BORDE DE GRIETA

Si los sólidos fuesen del mismo material, y el ángulo  $\alpha$  de despegue fuese muy pequeño, el problema presentaría la típica singularidad de tensión (asociada al modo I) en el lado pegado. Sin embargo, los materiales son distintos y  $\alpha$  puede tener cualquier valor, lo que hace difícil anticipar el carácter de la solución de tensiones para la configuración general.

Entre otros autores, England [7] observó que la aplicación de la teoría lineal de la elasticidad a un problema análogo al de la Fig.1, considerando bordes de grieta libres, conduce a soluciones oscilantes cerca del fin del pegado, manifestando este autor que dichas soluciones son físicamente incorrectas, puesto que implican interpenetraciones entre los sólidos.

Comninou [8-10] ha planteado la resolución de problemas de grietas rectas admitiendo zonas de contacto, no presentando sus soluciones el inaceptable carácter oscilante antes descrito. En [8] se muestra que con tracción transversal a la grieta, situación asimilable a nuestro problema si  $\alpha$  es pequeño, la zona de contacto es pequeñísima. Sin embargo, bajo carga combinada [9], situación más parecida a la que se da en nuestro problema en la vecindad del fin del pegado si  $\alpha$  no es pequeño, la zona de contacto cubre buena parte de la longitud de la grieta. Lo anterior sugiere que teóricamente tendremos siempre zona de contacto, lo que hace esperar un papel importante del fallo por cortante en la propagación de la grieta [8,10], con independencia de la orientación de la misma respecto de las cargas exteriores.

En otro orden de cosas, la modelización numérica de la discontinuidad de t<sub>i</sub> en el fin del pegado usando el tipo de elemento referido en la sección 3, requiere alguna actuación especial. Se ha implementado una técnica de nodo doble, que para un sólido A consiste en colocar dos nodos en la misma posición geométrica, justo en el punto de discontinuidad, teniendo cada nodo (1A, 2A en la fig.3) definida su función de aproximación N<sup>1A</sup>(y), N<sup>2A</sup>(y), sobre un elemento distinto. La Fig.3. muestra la disposición de nodos dobles, 1A, 2A, 1B, 2B, en un problema de contacto, asi como los elementos adyacentes.



Fig. 3. Nodos dobles en el fin del pegado.

En nuestro caso, 1A y 1B estarán siempre pegados, siéndoles de aplicación las ecuaciones (5). Los nodos 2A y 2B pueden estar, en la solución numérica, en contacto o bien en separación, aplicándose las ecuaciones (6) o (7). En todo caso, tenemos 16 incógnitas en la discontinuidad (cuatro por nodo), y ocho ecuaciones de contacto. Las otras ocho ecuaciones que precisamos se han obtenido mediante una de las dos opciones siguientes: 1ª, planteando la ecuación (3) para cada sólido con x<sup>p</sup> en la discontinuidad (4 ecuaciones), y  $u_i(1A)=u_i(2A)$ ,  $u_i(1B)=u_i(2B)$  (otras 4 ecuaciones), o bien  $2^a$ , planteando dos ecuaciones del tipo (3) en cada sólido, con x<sup>p</sup> en el exterior de los mismos (8 ecuaciones). En la Fig.3, se indican con aspas, a escala orientativa, las posiciones que se han usado en este trabajo. La opción 1ª, más simple, es apropiada sólo si 2A y 2B están en

separación, ya que en otro caso, la primera de las ecuaciones (6) resulta redundante. En todo caso, se obtiene, como debe ocurrir, el mismo desplazamiento en los cuatro nodos, salvo errores numéricos inherentes a la evaluación de las integrales en (4), y de la resolución del sistema lineal de ecuaciones.

## 5. RESULTADOS

Las discretizaciones se realizan de modo que la primera distancia entre nodos desde el fin del pegado sea pequeña (típicamente  $0.001^{\circ}$ ), siendo cada intervalo nodal sucesivo el doble que el anterior. En todos los casos analizados se encuentran oscilaciones de la solución numérica, que afectan únicamente a los tres o cuatro nodos más próximos a  $\alpha$ , con independencia de lo cercano que se sitúe el nodo más próximo. Estas oscilaciones se atribuyen al hecho de que en los nodos en  $\theta = \alpha$  la tensión es teóricamente infinita, y no puede representarse numéricamente. Los resultados en los nodos afectados por esta inestabilidad simplemente se han descartado.



El carácter singular de cada componente de tensión se ha identificado, además de por simple inspección, mediante dos procedimientos: a) comparando la evolución al afinar la discretización, usando discretizaciones con su nodo más próximo a  $\alpha$  a 0.01°, 0.001°, y 0.0001° y, b) comprobando la aparición de un segmento casi recto en gráficos análogos a la Fig.6, que representan log(T<sub>i</sub>) frente a -log  $|\alpha-\theta|$ .

La Fig. 4. muestra la distribución de tensiones normales y tangenciales para despegue  $\alpha = 80^{\circ}$ , como ejemplo. Se aprecia evolución singular de la tensión tangencial T<sub>2</sub> en la zona pegada ( $\theta > \alpha$ ), y de la tensión normal T<sub>1</sub> en la zona de contacto ( $\theta < \alpha$ ). La tensión normal T<sub>1</sub> en la zona pegada no presenta carácter singular. Para  $\alpha = 60^{\circ}$  (Fig.5) se aprecia el mismo carácter de cada componente de tensión.



Fig. 5. Tensiones calculadas para el caso  $a = 60^{\circ}$ 

Para  $\alpha$  mayor que unos 40°, las discretizaciones empleadas detectan alguna zona de contacto, y las soluciones presentan el aspecto de las Figs.4 y 5. Es notorio que para  $\alpha$  menor que unos 75° coexistan una tracción (no singular) en la zona pegada con una inmediata zona de contacto en la zona despegada.

Si  $\alpha$  es menor de aproximadamente 40°, la zona de contacto no es captada por las discretizaciones empleadas, abarcando por tanto menos de 0.0001°. Parece claro que la solución para bordes libres (numérica o analítica) podría aplicarse para propósitos prácticos en estos casos sin error apreciable.



La aparición de una zona recta en las proximidades de  $\theta=\alpha$  en gráficas logarítmicas de tensión frente a distancia al fin del pegado, es mostrada en la Fig.5 para dos casos representativos. La pendiente de estos segmentos rectos es el orden de la singularidad, mientras que su ordenada en el origen es fácilmente relacionable con el factor de intensificación. El orden de la singularidad así calculado se muestra en la Tabla 1, junto con el coeficiente de correlación r<sup>2</sup> obtenido en el ajuste por mínimos cuadrados de los segmentos "casi rectos" identificados. Se han usado seis puntos para cada ajuste. Para juzgar la precisión de los resultados, cabe comparar el orden calculado de las singularidades con el del problema, localmente similar, de interfase recta, con zona pegada y subsecuente zona de contacto. Este orden se calcula exactamente a partir de las expresiones dadas en [11], demostrándose que para el caso sin fricción, vale 0.5, y que no depende de las constantes elásticas. La comparación con los órdenes de singularidad obtenidos revela una diferencia menor del 1%. Adicionalmente, existe una concordancia excelente entre los resultados obtenidos cuando no se capta zona de contacto ( $\alpha < 40^{\circ}$ ; no se muestran estos resultados porque su interés es anecdótico disponiéndose de solución analítica) la v correspondiente solución analítica [2].

**Tabla 1.** Ordenes de singularidades calculadosnuméricamente, y contacto detectado.

Zona pegada				Contacto
α	t <sub>i</sub> .	r <sup>2</sup>	orden	
60 <sup>°</sup>	t <sub>2</sub>	0.9998	0.505	0.12
80º	. t <sub>2</sub>	0.9996	0.504	7º

## 6. CONCLUSIONES

Se ha reconocido, en base a los resultados numéricos y a soluciones analíticas ya disponibles, que la presencia de materiales diferentes en el problema de despegue parcial entre fibra y matriz implica la presencia de zonas de contacto en la zona despegada. Se ha mostrado que la tensión normal en la zona pegada no es singular, dándose la sorprendente posibilidad de que sea de tracción, a pesar de la presencia inmediata de la zona de contacto. La compresión en la zona de contacto y la tensión tangencial en la zona pegada se han identificado como singulares. Este carácter de las soluciones es acorde con el presentado en [8,9] para grietas rectas.

Cuando la zona de contacto es muy pequeña, la discretización puede no captarla. En estos casos parece claro que la solución analítica disponible se podría aplicar sin error apreciable, tal como se hace en [2].

De la precisión obtenida en el estudio numérico realizado, cabe concluir la validez del método seguido para obtener el estado de tensión de modo suficientemente preciso, justamente en los casos en que la aplicación de la solución analítica mencionada produciría errores importantes. Desde un punto de vista práctico, el parámetro de interés será el factor de intensificación, o el propio estado de tensiones y desplazamientos cerca del borde de grieta. La precisión obtenida para el orden de la singularidad, permite estimar la precisión obtenida en otras variables del problema.

Agradecimiento. El apoyo económico aportado por la Caja de Ahorros de Salamanca bajo su Proyecto para Jóvenes Investigadores es cordialmente agradecido.

#### REFERENCIAS

- [1] Gladwell G.M.L., "Contact problems in the classical theory of elasticity", Sijthoof & Noordhoff Int. Publ., Germantown, Maryland, USA (1980).
- [2] Toya M. "A crack along the interface of a circular inclusion embedded in an infinite solid", J. Mech. Phys. Solids, Vol. 22, 325-348 (1973).
- [3] Brebbia C.A., Telles J.C.F. and Browell L.C., "Boundary Element Techniques", Springer-Verlag, Berlin,(1984).
- [4] Hall W.S. "The boundary Element Method", Kluwer Academic Publishers, Dordretch, (Holanda) (1994)
- [5] París F. & Garrido J.A., "An incremental procedure for friction contact contact problems with the B.E.M.", Int. J. for Engineering Analysis with Boundary Elements, Vol 6, nº 4, 202-213 (1989).
- [6] París F. & Garrido J.A., "Aspectos numéricos de la aplicación del M:E:C: al problema de contacto", Rev. Int. de Métodos Numéricos para el Cálculo y Diseño en Ingeniería, Vol 2, nº 1, 43-62 (1986).
- [7] England A.H. "An arc crack around a circular elastic inclusion", Journal of Applied Mechanics, p.637, septiembre (1966).
- [8] Comninou M., "The interface crack", Journal of Applied Mechanics, p.631, diciembre (1977).
- [9] Comninou M. & Schmueser D.,"The interface crack in a conbined tension-compression and shear field", Journal of Applied Mechanics, p.345, junio (1979)
- [10] Comninou M."An overview on interface cracs", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 37, nº 1, 197-208 (1990)
- [11] Dempsey J.P. & Sinclair G.B., 'On the singular behaviour at the vertex of a bi-material wedge', Journal of Elasticity, Vol.11 no. 3, 317 -327 (1981).

#### ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DUMA MISTURA PMMA/Si

## J. M. Ferreira, J. D. Costa e C. Capela

## Departamento de Engenharia Mecânica FCTUC, Universidade de Coimbra, 3000 Coimbra, Portugal

**Resumo.** O PMMA/Si é uma mistura acrílica cuja base é o polimetilmetacrilato aditivado com uma dispersão fina, de 60% em volume, de sílica. É utilizado correntemente em equipamentos sanitários e de cozinha em que fica sujeito a variações térmicas elevadas originadas pelas descargas sucessivas de água quente e fria. Por vezes, surgem roturas em serviço dos lava louças fabricados nestes materiais, geralmente a partir dos furos de saída das águas residuais. O modo de rotura aparenta tratar-se de um modo de rotura frágil resultante das tensões de origem térmica. Neste trabalho apresentam-se os resultados da primeira fase do estudo das condições de rotura na zona dos furos. Nesta fase determinaram-se as propriedades mecânicas (tensão de cedência e módulo de elasticidade),  $K_c \in G_c$  para temperaturas entre 20 e 100°C para duas composições químicas do material.

Abstract. The PMMM/Si is a acrylic casting dispersion based on the poli-methyl methacrylate aided with a fine dispersion of 60 % by volume silica. Currently, this material is used in sanitary ware and kitchen sinks where are submitted with severe temperature variations originated by the alternated flows of cold and hot water. Sometimes, occur fracture in service on the kitchen sinks manufactured with these materials. These fractures seems to be originated by thermal stresses and occur generally at the holes. In this work are presented the results of the first phase of one project where are studied the fracture conditions in the region of the holes. The results presented are the mechanical properties (yield stress and the Young's modulus) and the fracture mechanical parameters  $K_c \in G_c$  calculated for the range of temperatures between 20 e 100°C for two chemical compositions of the material.

## 1. INTRODUÇÃO

A mistura PMMA/Si substitui os cerâmicos e o ferro fundido ou o aço inoxidável em diversas aplicações, designadamente em lava-louças para cozinhas, louça de sanitários e mobiliário de casa de banho. A utilização em lava-louças procura combinar as propriedades do MMA enquanto monómero passível de ser processado por injecção antes da sua polimerização com a sílica cujo principal contributo para o material é aumentar a sua resistência ao desgaste. Consegue-se, assim, um material com rigidez, dureza e resistência ao desgaste adequadas a esta aplicação.

A tenacidade à fractura do material parece, porém, ser demasiado baixa para evitar algumas roturas que se têm observado em serviço. As alterações súbitas de temperatura que se verificam aquando da descarga alternada de água a uma temperatura próxima do ponto de evaporação (cerca de 95°) e à temperatura ambiente, que se estima em cerca de 15°, parecem estar na origem dessas ruínas que se verificam, invariavelmente, a partir de fronteira do furo de descarga das águas residuais, localizado na bacia do lava-louças.

Apesar da taxa de roturas observada ser muito reduzida (inferior a 0,1%), achou-se conveniente encetar um estudo que visasse a compreensão, o mais completa possível, do fenómeno.

Este estudo envolve, além da caracterização mecâhica do material (resistência à tracção, constantes elásticas) e da tenacidade à fractura do material na gama de temperaturas -20° a +100°C, também a determinação da evolução de temperaturas na região envolvente ao furo com vista ao cálculo da distribuição de tensões e da sua variação. O objectivo final é a verificação do modo de rotura frágil e do nível de defeitos toleráveis.

Neste trabalho apresentam-se os resultados da primeira fase deste estudo que corresponde à determinação das propriedades mecânicas (tensão de cedência e módulo de elasticidade), e dos parâmetros de tenacidade à fractura,  $K_c$  e  $G_c$ , na gama de temperaturas compreendida entre 20 e 100 °C para duas

composições químicas do material normalmente utilizadas no fabrico de lava-louças..

## 2. MATERIAL E TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

Os materiais estudados no presente trabalho são misturas cuja composição se distingue somente pela percentagem dos elementos constituintes e pela granulometria da dispersão de sílica. Na tabela 1 apresenta-se a composição dos dois materiais.

Nos ensaios realizados utilizaram-se provetes cuja geometria se indica na figura 1.

Tabela1.Composiçãoquímicadosmateriaisensaiados

Material	Composiç	Granulometria	
Material	PMMA Sílica		- ua sinca [μm]
А	40	60	10
В	50	50	350

Os provetes foram colhidos do fundo da bacia de lavalouças retirados da linha de fabrico. Em virtude da natureza abrasiva deste material, os provetes foram maquinados por fresagem utilizando ferramentas de carboneto de tungsténio.



Fig. 1. Geometria dos provetes (dimensões em mm): a) ensaios de tracção; b) ensaios de tenacidade à fractura

· . . . .

Os provetes cuja geometria é representada na figura 1a) foram utilizados nos ensaios de tracção enquanto que aqueles cuja geometria está representada na figura 1b) foram usados nos ensaios para a determinação da tenacidade à fractura.

Nos ensaios utilizou-se uma máquina servo-mecânica INSTRON, controlada por computador. A velocidade de carregamento utilizada em todos os ensaios foi de 1 mm/minuto. Usou-se um extensómetro axial nos ensaios de tracção e um extensómetro de lâminas nos ensaios de determinação de  $K_c/G_c$ .

No controlo da temperatura de ensaio usou-se uma câmara ambiental ATS com controlador do tipo PID-"Proportional Integral Derivative". Definiu-se um perfil de variação da temperatura, caracterizado por uma rampa linear de aquecimento durante 5 minutos, seguido de um período de estágio de 20 minutos a temperatura constante. Os ensaios foram realizados nos últimos 5 minutos desse estágio, procurando garantir a homogeneidade de temperatura no seio dos provetes

Nos provetes CT, usados para a determinação de  $K_c$  ou  $G_c$ , foi criada uma fenda, pressionando uma pequena lâmina de barbear sobre a extremidade de um entalhe préviamente aberto com um disco abrasivo de 0,2 mm de espessura. Este procedimento, é o recomendado

para polímeros cuja tenacidade seja inferior a 2 MPa  $\sqrt{mm}$ .

Os ensaios de tracção foram realizados seguindo as prescrições da norma ASTM D638 [1]. Nos ensaios de determinação da tenacidade à fractura seguiram-se as directivas do "Testing Protocol EGF Task Group on Polymers and Composites-Protocol for  $K_C/G_C$  Standard" [2].

Os ensaios de tracção foram realizados a cinco temperaturas distintas: 20°, 40°, 60°, 80° e 95°C. Nos ensaios de  $K_c$  usaram-se apenas quatro valores de temperaturas: 20°, 40°, 60°, e 95°C. Os ensaios na gama -20° a +20°C irão ser realizados num futuro próximo.

Após os ensaios, as superfícies de fractura dos provetes CT foram observadas num microscópio óptico com base micrométrica com vista à medição rigorosa do comprimento da fenda.

### 3. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

#### 3.1. Propriedades Mecânicas

Nas tabelas 2 e 3 apresentam-se todos os resultados obtidos nos ensaios de tracção para as cinco temperaturas analisadas. A tabela 2 refere-se ao

gradual com a temperatura.

material A, enquanto que a tabela 3 se refere ao material B.

**Tabela 2.** Propriedades mecânicas do material A na gama de temperaturas 20-95°C.

Temp.	Ref. <sup>a</sup>	σ	E	ε <sub>Ρmáx</sub> .
T[°C]	Prov.	[MPa)	[MPa]	[%]
20	A20/1	64.45	10480	0.932
20	A20/2	65.35	9716	1.048
40	A40/1	57.05	8003	1.303
40	A40/2	53.85	7624	1.105
40	A40/3	44.36	7861	0.793
40	A40/4	49.68	6610	1.048
60	A60/1	40.74	5648	1.393
60	A60/2	38.79	4998	1.398
60	A60/3	41.44	6080	0.874
80	A80/1	17.15	4754	1.684
95	A95/1	10.52	2144	1.608

**Tabela 3.** Propriedades mecânicas do material B na gama de temperaturas 20-95°C.

Temp.	Ref. <sup>a</sup>	$\sigma_{\rm v}$	Е	ε <sub>Ρmáx</sub> .
T[°C]	Prov.	[MPa)	[MPa]	[%]
20	B20/1	36,88	8146	0,734
20	B20/2	38,29	6320	1,166
40	B40/1	32,29	6293	0,934
40	B40/2	32,18	6160	0,957
40	B40/3	31,21	5320	0,913
60	B60/1	24,93	4431	1,347
60	B60/2	24,73	4614	1,795
60	B60/3	24,54	3855	1,471
80	B80/1	17,54	3241	1,844
95	B95/1	10,55	1864	1,776

Polímeros tais como o PMMA com um valor elevado de E à temperatura ambiente pertencem à categoria dos materiais frágeis os quais quebram antes de ocorrer deformação plástica significativa.

Na figura 2 apresentam-se curvas típicas das obtidas nos ensaios de tracção às diversas temperaturas. As curvas obtidas para o material B apresentam um comportamento semelhante, ainda que com valores inferiores.

Pode observar-se que o efeito da temperatura na forma caracteristica da curva  $\sigma$ - $\epsilon$  é significativa: à medida que se aumenta a temperatura, tanto a rigidez como a tensão de cedência diminuem enquanto que o alongamento aumenta

O comportamento frágil mantém-se até à temperatura de 60°C(\*). O PMMA, à semelhança de outros termoplásticos, não apresenta um ponto de amolecimento brusco, antes mostra um amolecimento



Fig. 2. Curvas tensão de deformação obtidas nos ensaio de tracção no material A.

A temperatura de serviço recomendada para este material é cerca de 50°C, que se encontra muito abaixo da temperatura de amolecimento que é cerca de 100°C, determinada segundo a ASTM D648 para uma tensão  $\sigma$ =0,45 MPa [3].

As figuras 3 e 4 mostram a variação de tensão de cedência e do módulo de elasticidade, respectivamente, em função da temperatura para os dois materiais ensaiados.

O material A apresenta uma maior resistência que o material B em toda a gama de temperaturas analisadas. Porém, a sua sensibilidade ao aumento de temperatura é também muito superior fazendo com que, a partir de 80°C ambos os materiais apresentam sensivelmente a mesma resistência expressa pela tensão de cedência  $\sigma_v$ 

A interpretação deste comportamento pode ser feita com base no efeito da sílica para uma alteração de resistência do material. À medida que se aumenta a temperatura esse efeito varia de forma muito importante e para temperaturas elevadas a resistência fica mais dependente do elemento aglutinador (PMMA). Tanto a percentagem como a granulometria da sílica parecem ter um influência decisiva nas propriedades do material.

A curva da tensão de cedência  $\sigma_y$  em função da temperatura, colhida da literatura para o PMMA [4] e que se representa também na figura 3 situa-se abaixo dos resultados obtidos neste trabalho para o material A, mas acima dos resultados obtidos para o material B.



Fig. 3. Variação da tensão de cedência  $\sigma_y$  com a temperatura

Pode, assim, concluir-se que a adição de sílica ao PMMA pode contribuir para um aumento ou perda de resistência dependendo da sua quantidade e da granulometria da dispersão adicionada.

Também o módulo de elasticidade E tem uma variação relativa nos dois materiais com a temperatura semelhante à que foi observada para a resistência à tracção. Assim, o material A apresenta uma maior rigidez, ou seja, valores superiores do módulo de elasticidade do que o material B e ambos os materiais apresentam diminuição de E com o aumento da temperatura.



Fig. 4. Variação do módulo de elasticidade E com a temperatura

Para T=95°C o módulo da elasticidade é praticamente igual para os dois materiais

## 3.2. Resultados de Kc/Gc

As tabelas 4 e 5 apresentam os resultados obtidos nos ensaios de determinação da tenacidade à fractura usando provetes CT. A espessura dos provetes revelouse ser insuficiente para permitir obter valores válidos de  $K_c$  na maioria dos ensaios realizados no material B. No caso do material A obtiveram-se valores válidos de  $K_c$  para todas as temperaturas com excepção para os ensaios realizados a 95°C.

Tabla 4. Valores de Re e Or a varias temperaturas. Materiar As							
Temp.	Ref <sup>a</sup> .	Esp.	Po	K <sub>O</sub> /K <sub>C</sub>	G <sub>c</sub>		
T[°C]	Prov.	B[mm]	IKNI	[MPa.√mm]	[J/mm <sup>2</sup> ]		
20	A20/2	6,62	0,3684	38,34**	0,2799		
20	A20/3	7,33	0,4403	41,76**	0,287		
20	A20/4	7,34	0,4591	44,37**	0,312		
40	A40/1	7,30	0,5423	51,36**	0,460		
40	A40/2	7,30	0,5772	57,12**	0,506		
40	A40/3	7,33	0,4603	41,01**	0,335		
60	A60/1	7,14	0,5396	51,48**	0,5402		
60	A60/2	7,20	0,5476	49,78**	0,4855		
60	A60/3	7,14	0,4859	47,10**	0,5		
95	A95/1	7,16	0,5167+	61,89*	0,7246		
95	A95/2	7,15	0,4865+	59,92*	0,8271		
95	A95/3	7,15	0,5407	51,93*	0,8973		

Tabela 4. Valores de K<sub>c</sub> e G<sub>c</sub> a várias temperaturas. Material A

Tablia 5. Valores de IX, e G, a varias temperaturas. Material D							
Temp.	Ref <sup>a</sup> .	Esp.	Po	K <sub>O</sub> /K <sub>C</sub>	G <sub>c</sub>		
T[°C]	Prov.	B[mm]	IKNI	[MPa√mm]	[J/mm <sup>2</sup> ]		
20	B20/1	7,2	0,8079	77,42**	1,344		
- 20	B20/3	7,12	0,8276	82,12**	1,384		
20	B20/4	7,6	0,829+	71,1*	1,2596		
40	B40/1	7,11	0,7381+	71,57*	1,2155		
40	B40/2	7,19	0,8333+	79,73*	1,799		
40	B40/3	6,99	0,8661+	86,02*	1,9687		
60	B60/2	6,19	0,5266+	60,51*	1,039		
60	B60/3	6,34	0,7128+	77,25*	1,79		
60	B60/5	6,24	0,6197+	67,9*	1,295		
95	B95/1	7,23	0,5659+	55,1*	1,183		
95	B95/2	7,27	0,5879+	52,5*	1,38		

Tabela 5 Valores de K. e.C. a várias temperaturas. Material B

\* - valores de K<sub>Q</sub> \*\* - valores de K<sub>C</sub> + -  $P_{máx}/P_{5\%} > 1,1$ 

O valor de P<sub>O</sub> usado no cálculo de K<sub>Q</sub> está também indicado nestas tabelas. O critério de invalidação dos ensaios realizados no material foi  $P_{máx}/P_{5\%} > 1,1$ . Em alguns casos verificou-se também a não observância do critério B>2,5( $K_c/\sigma_v$ ) em virtude de a espessura disponível na peça de onde foram retirados os provetes ser cerca de 7 mm, valor bastante inferior ao recomendado em [2] para cumprir a relação B=W/2 com W=36 mm. Porém, uma vez que o objectivo deste estudo é a verificação dos modos de ruína frágil nos lava-louças, interessa, sobretudo, obter os valores da tenacidade à fractura para a espessura utilizada naquela aplicação, independentemente de serem ou não valores críticos.

Na figura 5 apresentam-se as curvas à temperatura ambiente da carga em função do deslocamento dos pontos de aplicação da carga para os dois materiais ensaiados.

Pode observar-se que o material A apresenta um comportamento muito mais frágil que o material B e valores de tenacidade significativamenté inferiores. Assim, a dispersão de sílica de granulometria inferior conduz a uma redução muito importante da tenacidade. A variação da tenacidade K<sub>c</sub> em função da temperatura encontra-se representada na figura 6.

Enquanto o material A apresenta um ligeiro aumento de tenacidade com a temperatura, o material B, pelo contrário, apresenta uma forte redução daquele parâmetro com o aumento da temperatura. Para T=95°C, ambos os materiais apresentam sensivelmente o mesmo valor da tenacidade.



Fig. 5. Curva carga versus deslocamento dos pontos de aplicação da carga. T=20°C.

Pode observar-se que o material B apresenta valores de tenacidade muito superiores aos verificados no material A em toda a gama de temperaturas.

Não se obteve na literatura a curva de variação da tenacidade com a temperatura para o PMMA para a poder comparar com os resultados obtidos neste trabalho para os dois materiais com carga de sílica. Dessa comparação poder-se-ia concluir do papel desempenhado pela sílica, através dos parâmetros granulometria e teor em volume, na tenacidade à fractura da mistura.





Fig. 6. Variação de  $K_c(K_0)$  com a temperatura.

A tenacidade à fractura expressa pelo parâmetro  $G_c$  foi calculada a partir da energia U estimada a partir da área abaixo de uma curva carga versus deslocamento dos pontos de aplicação da carga, através da expressão

$$G = \eta U/B(W-a) \tag{1}$$

onde  $\eta$  é um coeficiente adimensional de correcção da componente de tracção na carga aplicada, tal como é definido na norma para o cálculo do integral J [5]. B,  $\dot{W}$  e a são os parâmetros geométricos indicados na figura 1b.



Fig. 7. Variação de  $G_c(G_Q)$  com a temperatura.

A figura 7 apresenta a variação de  $G_c(G_Q)$  com a temperatura para os dois materiais ensaiados. As tendências que se podem observar são as mesmas que já se haviam referido para  $K_c$ .

## 4. CONCLUSÕES

1 - São apresentados resultados obtidos em ensaios de tracção em dois materiais constituídos pelo polímero PMMA ao qual lhe foram adicionadas cargas de sílica com teores e granulometrias distintas. Observou-se que o material com maior teor de sílica e com grão mais fino (material A) apresenta propriedades mecânicas (tensão de cedência e módulo de elasticidade) mais elevados do que o outro material com menor teor de sílica e com grão mais grosso (material B).

2 - A temperatura apresentou um efeito sobre a curva  $\sigma$ - $\epsilon$  é significativa: à medida que a temperatura aumenta, tanto a rigidez E como a tensão de cedência  $\sigma_v$  diminuem enquanto que o alongamento aumenta.

3 - A tenacidade à fractura do material A é significativamente inferior à do material B. Enquanto que no material A a tenacidade diminui fortemente com o aumento de temperatura, o material B apresenta um ligeiro melhoramento desta propriedade com o aumento da temperatura.

## 5. AGRADECIMENTOS

Os autores deste trabalho agradecem à empresa SANITANA - Sanitários de Anadia, por lhes ter facultado amostras dos dois materiais para a confecção dos provetes ensaiados.

## 6. REFERÊNCIAS

- American Society for Testing and Materials, "Standard Test for Tensile Properties of Plastics" Annual Book of ASTM, Part 35, ASTM D638, 1980.
- [2] EGF Task Group on Polymers and Composites, "A linear Elastic Fracture Mechanics (CEFM) Standard for determining Kc and Gc for Plastics" - Testing protocol for Kc/Gc Standard. May 1988.
- [3] American Society for Testing and Materials, "Standard Test for Deflection Temperature of Plastics under Flexure Load" Annual Book of ASTM, Part 35, ASTM D648, 1978.
- [4] Waterman, N.A. and Ashby, M.F., "Elsevier Materials Selector", Elsevier Applied Science Ed., Vol.3, London, 1991.
- [5] American Society for Testing and Materials, "Standard test for Jc, a measure of Fracture Toughness" Annual Book of ASTM, Part 10, ASTM E813, 1981.

# ROTURA BAJO IMPACTO DE BLINDAJES MIXTOS POLVO CERAMICO/MATERIAL COMPUESTO

## M.R. Vigil y C. Navarro

#### Departamento de Ingeniería. Escuela Politécnica Superior. Universidad Carlos III de Madrid. c/ Butarque nº 15. 28911-Leganés.Madrid.

**Resumen.** En este trabajo se presentan resultados experimentales relativos al comportamiento, en condiciones de impacto balístico, de un material compuesto sobre el que se ha colocado una capa de unos cuantos milímetros de espesor de polvo fino de cerámica. Tras la descripción fenomenológica de este tipo de problemas, se comentan diferentes aspectos del proceso de penetración, estableciéndose una serie de conclusiones cualitativas que esclarecen el papel del material cerámico en este tipo de protecciones.

**Abstract.** In this paper, some experimental results about the behaviour, under ballistic impact conditions, of composite materials faced by a layer of ceramic powder several milimeters thick, are presented. After a phenomenological description of the event, relevant aspects of the penetration process are discussed. A set of conclusions show the role of the ceramic material in this kind of protections.

## 1. INTRODUCCION

Las protecciones contra impacto de proyectiles, realizadas mediante blindajes mixtos a base de losetas cerámicas, de unos cuantos centímetros de lado y algunos milímetros de espesor, pegadas sobre un material compuesto, han demostrado ser muy efectivas para el caso de impacto de proyectiles de bajo calibre (energías cinéticas inferiores a 1000 Julios). En trabajos anteriores se han mostrado resultados experimentales [1,2], y los correspondientes modelos analíticos aplicables [3], para el caso de impacto balístico sobre este tipo de protecciones.

El proceso de penetración de un proyectil en blindajes mixtos cerámica/metal o cerámica/material compuesto puede dividirse en varias etapas, dependiendo de los mecanismos de deformación y rotura de los materiales intervenientes que vayan apareciendo. Experimetalmente, para el caso de losetas cerámicas pegadas sobre placas metálicas, se ha comprobado [4] mediante técnicas de rayos X que, cuando un proyectil impacta sobre el conjunto, existe una primera etapa dentro del proceso de penetración en la que, el material cerámico, impide que la cabeza del proyectil avance en la dirección de impacto. La duración de esta etapa se puede estimar [4] como la suma del tiempo correspondiente para que, las ondas de compresión generadas en el material cerámico, alcancen la cara posterior de la loseta de cerámica impactada más el tiempo que tardan las fisuras, generadas en la intercara cerámica-metal, en alcanzar la cara frontal de la loseta sobre la que se impactó. A partir de ese instante, se forma un tronco de cono de material cerámico fracturado, que interacciona con el proyectil y que carga directamente sobre la placa metálica, comenzando una nueva etapa del proceso de penetración. En algunos de los modelos analíticos actualmente existentes para este tipo de problemas [5,6,7], no se considera la primera etapa que se ha descrito. Sin embargo, otros modelos [3,4] hacen lo contrario y tienen en cuenta dicha etapa, por lo que resultaría de interés establecer su importancia dentro del proceso de penetración.

Respecto a la duración de la primera etapa en la que, la cabeza del proyectil no avanza, Reijer [4] propone estimarla como seis veces el cociente entre el espesor de la loseta cerámica y la velocidad de propagación de las ondas de compresión en dicho material. Durante esta fase, el proyectil sufre una fuerza de frenado importante (disminución de la velocidad) y comienza su proceso de erosión (pérdida paulatina de masa que se mueve en la dirección y sentido de avance del proyectil), por lo que la

energía disponible para la posterior penetración del blindaje disminuye.

Por otra parte, las protecciones mixtas a base de losetas cerámicas pegadas sobre una placa metálica o de material compuesto, tienen un costo elevado debido, principalmente, al precio de las propias losetas cerámicas. De ahí que se haya pensado en este estudio en sustituir las losetas cerámicas por polvo cerámico, como una posible forma para abaratar costes. En caso de que se optara por dicha sustitución, el proceso de penetración del blindaje carecería de la etapa primera ya que, el tronco de cono de material cerámico fracturado, se encontraría ya formado desde el principio. Si la primera etapa no resultara transcendente, la densidad areal (peso por unidad de superficie) del blindaje resultante para detener un determinado proyectil, sería muy parecida, se utilizara losetas cerámicas o polvo cerámico, mientras que los costes disminuirían drásticamente si se optara por la segunda solución. Un objetivo de este trabajo es evaluar la importancia de la primera etapa, para lo cual se compararan los resultados del impacto de un mismo proyectil sobre dos blindajes, de la misma densidad areal, uno realizado con losetas cerámicas de alúmina sobre un material compuesto, y el otro sustituyendo las losetas por un estrato de polvo de carburo de silicio, con un espesor igual al de dichas losetas. Otro objetivo básico que se persigue en este trabajo es evaluar los cambios de la forma de rotura del laminado, que sustenta al polvo cerámico, respecto a la forma de rotura del mismo cuando el proyectil impacta directamente contra él.

Para estudiar todo lo anterior se han realizado una serie de pruebas reales de fuego sobre blindajes mixtos cerámica/material compuesto en los que, en vez de losetas cerámicas intactas, se ha colocado un estrato de polvo de cerámica con un espesor de 6 mm, similar al que normalmente se usa en blindajes mixtos losetas cerámicas/material compuesto. En este trabajo se muestra un avance de los resultados de la primera fase de ensayos, realizándose una descripción fenomenológica de los mismos que ilustra, esencialmente, la importancia de la primera etapa en el proceso de penetración, y muestra la diferencia entre la forma de rotura del laminado, sobre la que se sitúa el estrato de polvo cerámico, en comparación con el caso en el que el proyectil impactara directamente sobre dicho laminado.

#### 2. METODO, MATERIALES Y PROYEC-TILES CONSIDERADOS

La experimentación se ha llevado a cabo disparando proyectiles de bajo calibre sobre un blanco formado por un estrato de polvo de cerámica de espesor 6 mm situado sobre un panel compuesto por dos laminados, separados 7 mm entre sí por una cámara de aire, tal como se indica en la figura 1. Posteriormente, una vez retirado el estrato de polvo cerámico, se volvió a disparar sobre el blindaje en otra zona aparentemente no afectada por el impacto previo, lo que permitió evaluar el efecto de la presencia, o no, de dicho estrato en la forma de rotura del laminado que lo sustentaba. Tras la prueba de fuego se procedió al análisis de los blindajes y a la obtención de los proyectiles deformados. A continuación se proporcionan los datos concretos sobre los materiales y proyectiles utilizados a lo largo de este estudio.

(1995)

a) Materiales: El material cerámico utilizado ha sido polvo de carburo de silicio de un tamaño de 0,18 mm. Las partículas de cerámica eran angulosas ya que, el material, provenía de machaqueo. Los laminados han sido realizados en nuestro laboratorio utilizando: tejido Dyneema [8], que es un tejido equilibrado a base de fibra de polietileno, preimpregnado de una matriz también de polietileno; láminas unidireccionales (ver UD66 en la referencia [8]) también de fibras de polietileno en matriz de polietileno. Para ambos materiales compuestos, el curado se ha realizado mediante un prensado (25 kg/cm<sup>2</sup>) en caliente (120 °C) durante 20 minutos, obteniéndose laminados con diferentes número de láminas y de dimensiones 15x15<sup>-</sup> centímetros cuadrados. Estas dimensiones vinieron impuestas por la capacidad de carga de la máquina utilizada (8 t) y por la cantidad de tejido disponible. Para todos los laminados que se fabricaron, las fibras tenían, en todas las láminas, la misma orientación.

b) Proyectiles: Se han considerado dos tipos de proyectiles de bajo calibre: el 7,62 mm NATO y el 9 mm Parabellum. El primero tiene una energía cinética típica comprendida en el intervalo 720-750 Julios y el segundo entre 581-700 Julios. Ambos proyectiles tiene un núcleo de plomo confinado dentro de una camisa de latón.

## 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Antes de pasar a describir los resultados obtenidos, conviene dejar constancia de que, en aquellos blindajes sobre los que se realizaron dos disparos -con y sin el estrato de polvo cerámico-, se seleccionó el segundo punto de impacto tras la inspección visual del blanco, escogiendo una zona aparentemente no afectada por el primer impacto. Este proceder no garantiza la inexistencia de una interacción entre los dos disparos, dada las dimensiones de los blindaies, pero en base a los objetivos meramente descriptivos que se pretendían, puede considerarse dicho proceder como adecuado. Los resultados experimentales se recogen en la tabla 1, en la que se describe el tipo de proyectil, de blindaje y los traumas (desplazamientos máximos residuales tras el impacto de la cara posterior de cada laminado del blindaje), para las distintas configuraciones de materiales consideradas. En todos las pruebas, el polvo cerámico empleado, tenía el tamaño anteriormente especificado mientras que, en las pruebas 14 y 15, el tamaño fue de 2 mm. En la figura 2 se observa un proyectil de 9 mm antes y después de impactar directamente contra el laminado (prueba nº 13) sin que existiese el estrato de polvo cerámico previo. En la figura 3 se muestra el

estado final del proyectil correspondiente a la prueba n° 10, en la que el blanco estaba formado por el estrato de polvo de cerámica situado sobre el laminado de tejido Dyneema. En la figura 4 se puede observar el proyectil correspondiente a la prueba n° 15 en la que, la composición del blanco, difería de la correspondiente a la prueba n° 10 en el tamaño de las partículas de cerámica. En la figura 5 se muestra el estado en el que quedó el primer laminado, en el caso de la prueba n° 8, en la que existía el estrato de polvo de cerámica, y de la prueba n° 9, en la que el impacto se producía directamente sobre el laminado. En las figuras 6 (a) y (b) se muestra una ampliación de la foto anterior que permite observar, con un mayor grado de detalle, la rotura del laminado correspondiente a las pruebas n° 8 y 9, respectivamente.

## 4. DISCUSION DE LOS RESULTADOS

Tal como se dijo al inicio de este trabajo, en él sólo se pretende discutir aquellos aspectos fenomenológicos más sobresalientes que aparecen en este tipo de problemas dejando, para fases posteriores del desarrollo de esta investigación, su modelización analítica y numérica.

El primer hecho notable que conviene comentar tiene que ver con la propia filosofía de este tipo de blindaje en lo referente al ahorro que supondría utilizar polvo cerámico en lugar de losetas cerámicas. En la prueba nº 1, la densidad areal del blindaje utilizando polvo cerámico de carburo de silicio, era exactamente la misma que la considerada en los blindajes de los trabajos anteriormente referenciados [1,2], donde el blindaje era capaz de detener un proyectil de 7,62 mm NATO. Sin embargo, el resultado experimental que aquí se obtuvo fue bastante desalentador pues se produjo la perforación del blindaje. Este resultado puso de manifiesto que, la etapa inicial del proceso de perforación que corresponde con la rotura de la loseta de cerámica y la formación de un tronco de cono de cerámica fracturada, juega un papel importantísimo en todo el proceso de perforación. Esta conclusión implica que, si se deseara diseñar un blindaje a base de polvo de cerámica sobre material compuesto habría que ir, previsiblemente, a densidades areales superiores a las correspondientes a los casos de utilizar losetas intactas de cerámica.

El segundo aspecto a resaltar tiene que ver con la deformación y aspecto del proyectil tras el impacto. En todos los casos, el proyectil se achata de una forma característica, apareciendo la camisa de latón unas veces rota y otras no. Cuando impacta directamente sobre el laminado sin que, por tanto, exista el estrato de polvo de cerámica, el centro de curvatura de la superficie del proyectil, que se muestra en la figura 2, queda siempre al mismo lado de la superficie mientras que, cuando existe el estrato de polvo fino de cerámica, la superficie de la punta del proyectil queda hacia dentro (ver figura 3), sin que se produzca la erosión -pérdida de fragmentos- del mismo. En caso de que el tamaño del polvo de cerámica aumentase, el proyectil queda algo erosionado, tal como

se muestra en la figura 4.

El tercer aspecto que se discute concierne al comportamiento y forma de rotura del laminado. En la figura 5, y sus correspondientes ampliaciones de las figuras 6 (a) y (b), en la que se muestran los agujeros en el primer laminado producidos por los impactos de un provectil de 9 mm, se observa lo siguiente: en el disparo correspondiente a la prueba nº 8 -figura 6 (a)- en la que se colocaba, sobre el laminado que se muestra, un estrato de polvo cerámico, el agujero tiene una forma sensiblemente circular, observándose los restos del polvo de cerámica sobre un círculo concéntrico con el citado agujero. Aparentemente, la anisotropía del laminado no tiene una gran influencia en el proceso de penetración. Sin embargo, en el disparo correspondiente a la prueba nº 9 -figura 6 (b)-, en el que el proyectil impactaba directamente sobre el laminado, la forma del agujero es sensiblemente cuadrada, con lados paralelos a las direcciones de las fibras. Esto sugiere que, la influencia de la anisotropía del laminado es ahora más importante en relación al caso anterior.

Finalmente, la influencia de la presencia del estrato de polvo cerámico en la disminución del trauma residual final, en relación con los valores de dicho parámetro en el caso de que no existiera el citado estrato, puede determinarse a partir de los resultados mostrados en la tabla 1, resultando unos traumas finales entre un 12 % (pruebas n° 5 y 6) y un 44 % (pruebas n° 8 y 9) de los producidos cuando no existe el estrato cerámico.

#### 5. CONCLUSIONES

A pesar del carácter descriptivo de este trabajo, existen un conjunto de conclusiones que pueden establecerse en base a los resultados de las pruebas de fuego que se realizaron. En primer lugar, en el caso de blindajes mixtos cerámica intacta/material compuesto, el tiempo necesario para que se forme en su totalidad el tronco de cono de cerámica fracturada (primera etapa), juega un papel relevante en la eficacia balística del blindaje. En segundo lugar, la forma del proyectil, tras el impacto sobre blindajes realizados a base de polvo de cerámica/material compuesto, presenta una zona central hundida que demuestra el efecto del estrato de polvo cerámico sobre el proyectil. Como cabría esperar en un principio, el efecto de la erosión del proyectil, al impactar sobre el estrato de polvo cerámico, es función del tamaño de las partículas que configuran dicho estrato. Finalmente, también para este mismo tipo de blindajes, la forma de rotura del laminado resulta muy diferente, en comparación con la producida cuando el proyectil impacta directamente sobre dicho laminado.

## 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología por la ayuda MAT94-1242-E, sin la cual no se podría haber

llevado a cabo este trabajo.

### REFERENCIAS

[1] Navarro, C. M.A. Martínez, R. Cortés, J. Rodríguez y V. Sánchez-Gálvez, "Comportamiento de placas mixtas cerámica/composite bajo cargas de impacto", Anales de Mecánica de Fractura, Vol. 10, 1993.

[2] Navarro, C. M.A. Martínez, R. Cortés y V. Sánchez-Gálvez, "Some observations on the normal impact on ceramic faced armours backed by composite plates", Int. J. Impact Engng., Vol. 13, No. 1, 1993.

[3] Navarro, C., R. Zahera, R. Cortés, M.A. Martínez y V. Sánchez-Gálvez, "The response of ceramic faced lightweight armours under projectile impact", Structures under Shock and Impact, Computational Mechanics Publications, 1994.

[4] Reijer, P.C., "Impact on Ceramic Faced Armour", Tesis doctoral defendida en la Universidad de Delft en Noviembre de 1991.

(1995)

[5] Florence, A.L., "Interaction of projectiles and composite armour. Part II", Standford Research Institute, Menlo Park, AMMRG-CR-69-15, California, 1969.

[6] Woodward, R. L., "A simple one-dimensional approach to modelling ceramic faced lightweight armour response model", Int. J. Impact Engng., 9, 1990.

[7] Hetherington, J.G., y Rajaopalan, "An investogation into the energy absorbe during ballistic perforation of composite armours", Int. J. Impact Engng., **11**, 1991.

[8] DSM, "Dyneema: Lightweight and Personal Armour". Catálogo del fabricante.



Leyenda:

1- polvo cerámico

- 2- laminado
- 3- cámara de aire
- 4- laminado

# Figura 1. Disposición del blindaje estudiado

# TABLA 1. Resultados experimentales

n° prueba	pro tipo	oyectil velocidad (m/s)	estrato de polvo cerámico	n° lán en 2	ninas en4	material	trauma en 2	(mm) en 4
1	7.62	764	si	40	40	tejido dyneema	perfo	ración
4	9mm	415	si	35	30	lámina UD66	10.7	3.3
5	9mm	407	si	30	25	lámina UD66	13.0	5.6
6	9mm	415	no	30	25	lámina UD66	13.4	6.3
8	9mm	415	si	40	40	tejido dyneema	13.2	2.1
9	9mm	416	no	40	40	tejido dyneema	16.7	4.8
10	9mm	414	si	30	25	tejido dyneema	13.8	7.0
11	9mm	407	no	30	25	tejido dyneema	17.9	10.0
12	9mm	412	si	35	30	tejido dyneema	12.1	5.9
13	9mm	-	no	35	30	tejido dyneema	11.6	7.5
14 (*)	9mm	420	si	30	25	tejido dyneema	15.2	5.6
15 (*)	9mm	420	si	30	25	tejido dyneema	15.7	8.2





# MECANISMOS DE DEFORMACION DE LA ALEACION TI-6A1-4V CON ESTRUCTURA MARTENSITICA SOMETIDA A FATIGA OLIGOCILCLICA.

J.M.Manero, F.J.Gil y J.A. Planell Dept. Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S. Ingenieros Industriales de Barcelona. Universidad Politécnica de Cataluña. Av. Diagonal 647. 08028-Barcelona.

**Resumen**. Se ha estudiado el comportamiento a deformación cíclica de la aleación Ti-6Al-4V con estructura martensítica. Se han realizado ensayos de deformación cíclica a deformación constante,  $R_{\epsilon}$ =-1 con unas amplitudes de deformación total de  $\Delta \epsilon/2 = \pm$ 5, 7, 12 × 10<sup>-3</sup>. Se ha estudiado el proceso de nucleación y crecimiento de grietas por deformación cíclica así como el estudio fractográfico de las probetas llevadas a rotura mediante S.E.M. Por otro lado, se ha carecterizado los diferentes mecanismos de deformación mediante M.E.T.

Abstract. The cyclic deformation behaviour of Ti-6Al-4V alloy with martensitic microstructure has been studied. The fatigue specimens were cyclically deformed in tension-compression under strain control  $R_e$ =-1 with different total strain amplitudes of  $\pm$  5, 7, 12 × 10<sup>3</sup>. Crack nucleation and crack propagation of cyclically deformed Ti-6Al-4V alloy have been investigated by means of scanning electron microscopy, as well as the fractures surfaces. The evolution of the microstructure as the plastic deformation increases has been studied by means of T.E.M.

## **1. INTRODUCCION**

aleaciones de titanio Las al tratarse térmicamente pueden diferentes dar microestructuras que proporcionan propiedades mecánicas diferentes. La aleación Ti-6Al-4V. es una de las que mayores posibilidades proporciona ya que si se trata térmicamente dentro de la región  $\alpha + \beta$  se obtiene una estructura denominada "mill annealed". Si se trata en la región B con un enfriamiento posterior lento se obtiene una microestructura de placas  $\alpha$  de Widmanstten rodeada de fase  $\beta$ y si el enfriamiento es rápido se obtiene una estructura martensítica [1-3].

Las dos primeras microestructuras ya han sido

estudiadas, cuando el material es sometido a deformación cíclica [4-6], pero no está tratado en la literatura cuando la microestructura es martensítica.

Para las microestructuras "mill annealed" y la tratada térmicamente en el campo  $\beta$  se aprecia un endurecimiento durante los dos o tres primeros ciclos para seguir con una saturación o reblandecimiento cíclico, observándose este comportamiento hasta fractura. Se ha observado que la estructura "mill annealed" tiene una vida a fatiga de mayor número de ciclos, sin embargo, es la estructura de placas  $\alpha$  de Widmanstatten la que tiene una velocidad más lenta de propagación de grietas. Este hecho, se ha atribuido a que la propagación de las grietas es sensible a la microestructura, siguiendo las interfacies  $\alpha$ - $\beta$ .

En este trabajo, se pretende estudiar el comportamiento de la aleación Ti-6Al-4V con estructura martensítica al ser sometida a deformación cíclica.

# 2. METODO EXPERIMENTAL

La aleación de Ti-6Al-4V utilizada fue suministrada en barras cilíndricas de 12 mm de diametro, forjado a 950°C, recocido a 700°C durante 2 horas y enfriado al aire.

La composición química de la aleación se muestra en la Tabla I, la cual cumple la norma ASTM F-136-84 para la utilización del Ti-6Al-4V para implantes quirúrgicos.

**Tabla** I. Composición química de la aleación Ti-6Al-4V.

Al	v	Fe	С	02	N <sub>2</sub>	H2
6.1	4.0	0.11	0.021	0.09	0.010	0.003

Se mecanizaron diferentes probetas para la realización de los tratamientos térmicos y los ensayos mecánicos. Estas probetas fueron tratadas térmicamente a 1050°C durante 1 hora en un horno tubular con atmósfera controlada y posteriormente templadas en agua a 20°C. La microestructura resultante fue martensítica, como la que se muestra en la Fig. 1.

Los ensayos de deformación cíclica fueron realizados con una máquina servohidráulica de 100 KN de capacidad bajo un control de deformación de  $R_e$ =-1.

La velocidad de deformación se mantuvo constante a  $6.5 \times 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. Las amplitudes de deformación ensayadas fueron  $\pm 5$ , 7, 12 ×  $10^{-3}$ . Las probetas fueron ensayadas a diferentes números de ciclos y al menos una de las probetas fue llevada a rotura.



Fig. 1. Estructura martensítica.

La velocidad de deformación se mantuvo constante a  $6.5 \times 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. Las amplitudes de deformación ensayadas fueron  $\pm 5$ , 7,  $12 \times 10^{-3}$ . Las probetas fueron ensayadas a diferentes números de ciclos y al menos una de las probetas fue llevada a rotura.

Los estudios fractográfico y la observación de las grietas en la superficie de las probetas fueron caracterizados mediante un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400.

Para la observación por microscopía electrónica de transmisión, las muestras fueron adelgazadas mediante la técnica de bombardeo iónico. Las muestras se caracterizaron con un microscopio JEOL 1200 EX-II de 120 KV de potencial acelerador.

# 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSION

Durante el ensayo de fatiga oligocíclica y para las tres amplitudes de deformación ensayadas se observa un cierto endurecimiento en los dos o tres primeros ciclos seguido de un reblandecimiento cíclico hasta fractura. La figura 2 muestra las curvas de reblandecimiento para las tres amplitudes de deformación ensayadas. En la Tabla II, se muestran los valores de deformación plástica acumulada, es decir la deformación plástica relativa al número de ciclos de deformación cíclica y los números de ciclos a los cuales se nuclea la grieta y los correspondientes a rotura para las tres microestructuras: "mill annealed.  $\alpha$ -Widmanstatten y martensítica. Al comparar los valores el número de ciclos a fractura y la deformación plástica acumulada para las tres microestructuras se observa que la correspondiente a "mill annealed" es la que da valores más elevados mientras que para las microestructuras martensítica V  $\alpha$ -Widmanstatten los valores son del mismo orden:



Fig.2. Curvas de reblandecimiento.

Tabla II. Número de ciclos para nucleación de grieta  $(N_o)$ , para rotura del material  $(N_r)y$  deformación plástica acumulada para  $N_o y N_r$  para las tres microestructuras.

Mill Annealed	No	N,	N₀/N,	E(N₀)	E(N,)		
$\Delta \epsilon = 5 \times 10^{-3}$	8000	23187	0.34	3.20	9.28		
$\Delta \epsilon = 7 \mathrm{x} 10^{-3}$	2500	5182	0.48	4.73	9.48		
$\Delta \epsilon = 12 \times 10^{-3}$	100	211	0.47	1.69	3.21		
$\alpha$ -Widmanstatt.	N <sub>0</sub>	N,	N <sub>o</sub> /N <sub>r</sub>	E(N <sub>0</sub> )	E(N,)		
$\Delta \epsilon = 5 \times 10^{-3}$	3500	8771	0.39	1.40	3.51		
$\Delta \epsilon = 7 \times 10^{-3}$	200	916	0.22	0.69	2.66		
$\Delta \epsilon = 12 \times 10^{-3}$	15	126	0.12	0.27	2.22		
Martensita	N <sub>0</sub>	N,	N <sub>0</sub> /N <sub>r</sub>	E(N <sub>0</sub> )	E(N,)		
$\Delta \epsilon = 5 \times 10^3$	4000	14302	0.28	1.12	4.00		
$\Delta \epsilon = 7 \times 10^{-3}$	200	850	0.23	0.12	0.51		
$\Delta \epsilon = 12 \times 10^{-3}$	15	75	0.20	0.22	1.01		

Se observa que la nucleación de grietas por fatiga en las estructuras martensíticas depende muy fuertemente de la amplitud de deformación. Para amplitudes de deformación elevadas, la nucleación de las grietas tiende a situarse en las interfacies de las placas martensíticas siguiendo la orientación de éstas para un grano (Fig 3).



Fig. 3. Nucleación de grietas en las interfacies de las placas martensíticas. $(\Delta \epsilon/2 = \pm 7.10^{-3})$ 

Por el contrario, para amplitudes de deformación más bajas, las grietas se generan preferencialmente en los límites de los granos. Este hecho se corrobora con el estudio fractográfico en donde se puede observar las morfologías de los granos cristalinos resultado de la propagación de grietas a través de los límites de grano (Fig 4).

La microestructura martensítica presenta una velocidad de propagación de grieta mayor y por tanto una menor vida a fatiga que otras microestructuras aciculares del tipo Widmanstätten debido a que las placas de  $\alpha'$  de un grano presentan unas orientaciones preferenciales.

En la estructura martensítica la grieta se propaga a través de todo un grano mientras que en la estructura de placas  $\alpha$ -Widmanstatten la grieta debe renuclearse en cada colonia.



Fig. 4. Fractura de una muestra sometida a fatiga oligocíclica. ( $\Delta \epsilon/2 = \pm 7.10^{-3}$ )

Este hecho se pone en evidencia cuando aparecen estructuras martensíticas  $\alpha'$ constituidas por placas orientadas al azar, lo cual provoca una disminución de la velocidad de propagación de grietas [2].

Cuando se examinan muestras sin deformar mediante TEM se observa que la microestructura está principalmente constituida por placas de fase  $\alpha$  paralelas entre si de cristalografía hexagonal compacta. También existe, aunque en menor grado, martensita  $\alpha$ de cristalografía ortorrómbica la cual ha sido referenciada en diversos artículos [3]. Fig 5.



Fig. 5. Estructura martensítica constituida por placas alineadas de fase  $\alpha'$ . Eje de zona  $[0\overline{1}10]$ .

Mediante diagramas de difracción de electrones se demuestra que las orientaciones cristalográficas de las placas martensíticas  $\alpha'$  varían generalmente de una forma alternada dentro de un mismo grano. Este hecho, es contrario al observado para las estructuras Widmanstätten en las cuales las placas de fase  $\alpha$  de una misma colonia presentan todas una misma orientación [4].

Este hecho hace que para un mismo grano, unas placas martensíticas presenten una orientación favorable a un tipo de deslizazmiento o maclado, mientras que otras no.

El resultado es el mostrado en la Figura 6, donde se observa por M.E.T. una muestra deformada a fatiga oligocíclica con un número de ciclos de 620 ( $0.15N_f$ ). Se pone claramente de manifiesto que sólo las placas con la orientción cristalográfica más favorable se deforman plástica.



Fig. 6. Muestra deformada a fatiga (0.15  $N_f$ ). Se observa la deformación de las placas de fase  $\alpha$  de una forma alternada. Eje de zona: [0110].

Mediante los diagramas de difracción de electrones correspondientes (Fig.7), se
demuestra que estas placas deformadas están constituidas por una gran densidad de pequeñas placas martensíticas inducidas por tensión  $\alpha'$ de tamaño medio de ~200 nm, de cristalografía hexagonal, con un plano de hábito K<sub>1</sub> = {0111}.

Dicho plano de hábito coincide con el de las placas martensíticas  $\alpha'$  y por tanto no se consideran micromaclas en el interior de las placas. Este tipo de morfología está referenciado en la bibliografía para aleaciones con contenidos elevados de aleantes [3]. En la Fig. 8 se muestra la martensita acicular inducida por tensión con orientaciones preferenciales, producidas al deformar el material a tensión-compresión.



Fig. 7. Diagrama de difracción de electrones de una placa martensítica deformada. Eje de zona  $[1\overline{2}13]$ .

# 4. REFERENCIAS

[1] Donachie M.J. "Titanium. A Technical Guide". Ed. M.J. Donachie. (1989) pp.30-32 ASM International. Ohio.

[2] C.B.Dittmar, G.W.Bauer and D.Evers. "Titanium and titanium alloys". U.Zwicker, Ed. Springer Verlag. Berlin 1974. p.330.

[3] Polmear I.J. "Light alloys. Metallurgy of the Light metals". Ed. Arnold. (1981).



Fig. 8. Martensita  $\alpha$  inducida por tensión para una muestra fatigada a 0.15 N<sub>f</sub>. Eje de zona [5143].

[4] J.M.Manero, F.J.Gil, J.J.Vazquez y J.A.Planell. "Mecanismos de deformación plástica por fatiga oligocíclica de la aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente". Anales de Mecánica de la Fractura. Vol 10.(1993).

[5] J.M.Manero, F.J.Gil and J.A.Planell. "Estudio de las subestructuras de dislocaciones en la deformación cíclica de la aleación Ti-6Al-4V con estructura Widmanstatten". Anales de Mecánica de la Fractura. 11 (1994). 399-404.

[6] Y.T.Lee, M. Peters y G. Welsch. Met. Trans. 22A. 709 (1991).

# ESTUDIO DE LA FRACTURA POR CORROSION BAJO TENSION DE LA ALEACION ALUMINIO-ZINC-MAGNESIO AA7028 CON DISTINTAS CONDICIONES DE ENVEJECIMIENTO

A. Calatayud

Universidad de Castilla-La Mancha Departamento de Mecánica Aplicada e Ingeniería de Proyectos E.U.Politécnica, Campus Universitario, 02006 Albacete

C.Ferrer, V. Amigó, Mª.D. Salvador Universidad Politécnica de Valencia Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales E.T.S.I.Industriales, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia

**Resumen.** En este trabajo se estudia el efecto de la severidad de temple y de las condiciones de las etapas de espera antes del tratamiento de envejecimiento, sobre la resistencia al agrietamiento por corrosión bajo tensión, con el objetivo de establecer el tratamiento que proporcione las mejores propiedades mecánicas con la menor susceptibilidad a este fenómeno. Para ello se han realizado ensayos de corrosión bajo tensión a muestras sometidas a flexión con cuatro puntos de apoyo, con distintas condiciones de endurecimiento. El análisis fractográfico mediante microscopía electrónica de barrido muestra el carácter intergranular de esta fractura. El estudio por calorimetría diferencial de barrido y por microscopía electrónica de transmisión permite relacionar las estructuras de precipitación proporcionadas por las distintas condiciones del tratamiento térmico con la resistencia a corrosión bajo tensión.

Abstract. In this paper the effect of quenching rates and previous aging treatment first-steps on the stress corrosion cracking is studied. The aim of this work is to establish the treatment that give the best mechanical properties with the least stress corrosion susceptibility. Stress corrosion tests on four-point loaded samples with different hardening conditions have been carried out. The fractographic analysis using scanning electron microscope techniques shows the intercrystalline cracking features. The differential scanning calorimetry and transmision electron microscopy study allows to relate the microstructural precipitates poduced by differents termic treatment conditions, with the stress corrosion susceptibility.

# 1. INTRODUCCION

La aleación AA 7028 (antigua 7015A) pertenece al grupo de aleaciones de la familia Al-Zn-Mg con bajos contenidos en cobre que presentan buenas características mecánicas junto con una buena soldabilidad, lo que unido a su ventaja frente a otras aleaciones de aluminio soldables de que recuperan, en gran medida, las características mecánicas en el cordón de soldadura mediante la maduración natural, las predispone a tener un papel destacado en el campo de las estructuras soldadas.

El principal obstáculo para una más amplia aplicación de estas aleaciones es su alta susceptibilidad a tenso-corrosión en su estado de más altas características mecánicas, acrecentada por las variaciones microestructurales que se suceden en la zona afectada por la soldadura.

La corrosión bajo tensión es el resultado de la acción combinada de factores metalúrgicos, mecánicos y ambientales. El primer factor es muy sensible a cualquier cambio en la composición de la aleación y en el tratamiento térmico; la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión depende en gran medida de la microestructura. En cuanto a los factores gobernados por las condiciones de servicio, la corrosión bajo tensión aparece con esfuerzos de tracción especialmente en medios que contengan cloruros, aunque en casos de alta susceptibilidad puede ocurrir en aire húmedo [1]. Dado que las roturas por corrosión bajo tensión en las aleaciones de aluminio son intergranulares, la microestructura a lo largo de los límites de grano juega un papel primordial en la determinación de la susceptibilidad a este fenómeno. Así mismo, la textura tiene gran influencia en el comportamiento a tenso-corrosión del material, siendo mayor la susceptibilidad en estructuras granulares que permitan una trayectoria más contínua a través de los límites de grano. En chapa laminada cuando el esfuerzo está aplicado en las direcciones longitudinal o transversal larga, la susceptibilidad es menor que en estructuras recristalizadas. Así, la presencia de impurezas y la adición de elementos que reducen la tendencia a recristalizar, tales como el Cr, Mn, V y Zr, al promover la formación de una estructura fibrosa, mejoran de forma indirecta la resistencia a la corrosión bajo tensión [2,3].

Los esfuerzos causantes de la corrosión bajo tensión son exclusivamente los de tracción, teniendo que considerar tanto el esfuerzo aplicado como los esfuerzos residuales, siendo este aspecto muy importante en uniones soldadas debido a la alta contracción de estas aleaciones [4].

En diversas investigaciones llevadas a cabo en los años 70, se demostró que el mecanismo que produce la corrosión bajo tensión es el de fragilización de los límites de grano por absorción de hidrógeno [5,6]. En el proceso se distinguen dos etapas, la de nucleación de la grieta y la de propagación. En la etapa de nucleación, el hidrógeno generado en la superficie de la muestra mediante la reacción química entre el metal y el medio, se difunde a través de los límites de grano favorecido por el esfuerzo efectivo de tracción. La propagación de la grieta se realiza de forma discontínua, de tal forma que el tiempo total de fractura se compone de intervalos de propagación y de tiempos de parada, siendo estos períodos de detención los que determinarán principalmente la duración del proceso de rotura, ya que el agrietamiento en sí mismo ocurre rápidamente [7,8].

Para una determinada aleación y condiciones de servicio, la mejora en la resistencia a corrosión bajo tensión se puede alcanzar mediante el control del proceso del tratamiento de endurecimiento por precipitación. La microestructura de precipitación es fundamental en este proceso de fractura ya que incide sobre el movimiento de las dislocaciones y, por tanto, en su posible acumulación en límites de grano, lo que incrementará el factor de entalla y el consecuente aumento de la fragilización por hidrógeno. En este sentido, es bien conocido que si se sobrenvejece el material mejora la resistencia a corrosión bajo tensión al presentar una microestructura constituida por precipitados estables incoherentes, pero con una merma apreciable en las características mecánicas.

Las investigaciones en las aleaciones AlZnMg con o sin Cu se han dirigido en los últimos años a buscar la menor sensibilidad a corrosión bajo tensión incidiendo en los factores del tratamiento térmico. Así, se ha investigado el efecto de los tratamientos de envejecimiento en dos etapas, con la primera etapa a temperaturas del orden de 90 a 110°C, con los que se consiguen estructuras de precipitados semicoherentes que mejoran la resistencia a corrosión bajo tensión (tratamientos T73), pero sin alcanzar las características mecánicas máximas de los tratamientos T6 [9,10].

Las aleaciones de la serie 7XXX presentan un notable endurecimiento con maduración a temperatura ambiente, pero dada la gran gama de aleaciones de esta familia, existen referencias contradictorias en cuanto a la influencia en las características mecánicas finales del material de estas primeras etapas a temperatura ambiente, y su relación con el comportamiento a corrosión bajo tensión, no existiendo tampoco ninguna recomendación en su uso industrial respecto de esta primera etapa previa al envejecimiento artificial.

La aleación AA 7028 objeto de este trabajo, presenta una buena respuesta, en cuanto a su endurecimiento, frente a la maduración natural. En un trabajo anterior [11] se ha modelizado esta respuesta con el estudio de diversas temperaturas ambientales y el efecto de la severidad de temple, como paso previo a la investigación del efecto de estas etapas de espera sobre las propiedades mecánicas estáticas conseguidas en el envejecimiento artificial [12].

En el presente trabajo se analiza el efecto de la severidad de temple y de las etapas de espera, previas al envejecimiento artificial, sobre la resistencia a corrosión bajo tensión, con el objetivo de establecer el tratamiento de endurecimiento óptimo que proporcione las mejores características mecánicas con la menor sensibilidad a la fractura por tenso-corrosión, evitando de esta manera el realizar el tratamiento de estabilización normalizado T73 que conduce a una pérdida de propiedades mecánicas.

El estudio de la influencia de la velocidad de temple es importante, no sólo por su efecto sobre la estructura de precipitación sino también por las dislocaciones que pueden aparecer como consecuencia de las tensiones de tipo térmico y que pueden quedar ancladas en las cercanías de los límites de grano.

# 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La aleación objeto de esta investigación es la AA 7028, cuya composición química se indica en la tabla 1. El material se suministró en chapa laminada de 5 mm de espesor en estado T73 (8h a 110 °C más 6h a 160 °C) pero con una etapa de espera a temperatura ambiente de 72 horas. Las muestras, tanto para los ensayos mecánicos como para los ensayos de corrosión bajo tensión, se extrajeron en el sentido de la laminación.

 Tabla 1. Composición química de la aleación investigada

Fe	Si	Mn	Mg	Cr	Cu	Zn	Zr+Ti	Al
0.40	0.30	0.45	1.85	0.20	0.20	4.70	0.20	resto

Se diseña el ciclo térmico para llevar a cabo los tratamientos de envejecimiento con la etapa de solubilización común a todos ellos, seguida de un tratamiento de temple en medios de enfriamiento que nos aseguren severidades de temple diferenciadas y los envejecimientos posteriores a diversas temperaturas, realizados inmediatamente después del temple o después de una etapa de espera a diversas temperaturas que nos representen condiciones ambientales extremas.

La solubilización se realizó a 470 °C, con un gradiente de calentamiento de 7 °C/min, y con un tiempo de permanencia a dicha temperatura de 2 horas.

Los medios de temple seleccionados fueron:

a) Agua en circulación. Enfriamiento por inmersión durante 5 minutos, con la temperatura del agua mantenida a 18-20 °C.

b) Aire en calma. Enfriamiento durante 30 minutos, con temperatura ambiente de 20°C.

El envejecimiento artificial se ha realizado a las temperaturas seleccionadas de 60, 100, 121, 135 y 150 °C, inmediatamente trás el temple o después de una etapa de espera de 24 horas a -18, 2 y 20 °C, durante el tiempo necesario para alcanzar el punto de máximas características mecánicas y, en algunas muestras, hasta alcanzar el sobrenvejecimiento.

Para los ensayos de corrosión bajo tensión se someten

۰.

las muestras a flexión con cuatro puntos de apoyo, lo que nos proporcionará una mayor zona de esfuerzo constante, la comprendida entre los apoyos internos. El máximo esfuerzo de tracción aparecerá en las fibras exteriores de esta zona de la muestra, que es la que se pone en contacto con el medio corrosivo. Los soportes que permiten alojar la muestra y mantenerla sometida a flexión, así como el útil para controlar la carga aplicada a través de la medida de la flecha producida, se han diseñado de acuerdo con la norma ASTM G39-79.

Una vez aplicada la correspondiente carga, se sitúa el soporte apoyado en los bordes del recipiente que contiene la disolución corrosiva, de manera que se asegure la inmersión en ésta de la cara externa de la muestra a lo largo de toda la zona de esfuerzo constante. Las muestras se someten a una inmersión alternada que consiste en 12 horas de inmersión y 12 horas fuera de la disolución.

La disolución corrosiva es una solución salina del 3.5% de NaCl en agua destilada, con pH en el rango entre 6.4 a 7.2. Esta disolución se renueva semanalmente y la disminución de volumen que se sucede por evaporación durante la semana se compensa añadiendo agua destilada (ASTM G44-80).

El resultado del ensayo de corrosión bajo tensión se expresa por el tiempo entre el inicio del ensayo y el momento en aparecer la grieta.

El análisis microestructural de los diversos estados de endurecimiento de las muestras sometidas a corrosión bajo tensión, se ha llevado a cabo mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) y microscopía electrónica de transmisión (TEM).

Para DSC se han extraido, mediante cortadora de precisión, muestras prismáticas de  $3 \times 2 \times 2$  mm, que fueron posteriormente lijadas con papel de 1000 mallas en agua para eliminar las zonas distorsionadas por el corte, evitando en lo posible que la deformación plástica pudiera introducir alteraciones en los resultados del barrido de temperaturas debido a fenómenos de recrista-lización.

El equipo utilizado ha sido un Perkin-Elmer DSC 7, realizándose el barrido a razón de 20°C/min entre los 40 y 450°C, situando la muestra en uno de los hornos y dejando el de referencia vacío. Previamente a las experiencias se realizó un barrido situando únicamente el crisol de grafito, sin muestra, y estos datos se utilizaron como línea base en el resto de ensayos.

Para la observación por TEM se prepararon discos de 3mm de diámetro extraidos de las muestras con diversos envejecimientos, adelgazados con pulido mecánico hasta las 150 micras y después con ataque electroquímico hasta producir su microperforación. El microscopio utilizado fue un Philips EM 400.

El estudio de la fractura por corrosión bajo tensión se ha realizado mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), utilizando un equipo ISI, modelo DC-130.

# 3. RESULTADOS Y DISCUSION

Se sometieron diversas muestras a corrosión con una tensión aplicada del 80% de su correspondiente límite elástico, no presentando agrietamiento después de 540 días de ensayo. Otras muestras con los mismos estados de endurecimiento que las anteriores, se ensayaron con una tensión aplicada igual a su correspondiente límite elástico, fracturándose únicamente la muestra templada en agua y envejecida en doble etapa de 24h a -18 C + 120h a 121 C a los 240 días de ensayo (tabla 2).

Tabla	2.	Muestras	sometidas	a	corrosión	bajo	tensión
igual a	a su	ı límite el	ástico, sin	en	talla.	-	

TRATAM temple	IENTO TERMICO maduración	σ (Kg/mm <sup>2</sup> )	y (mm)	tiempo grieta
AGUA	24h a -18°C+ 120h a 121°C	41.42	7.02	240 días
AIRE	24h a -18°C+ 120h a 121°C	36.43	6.18	
AGUA	120h a 121°C	38.42	6.51	
AIRE	120h a 121°C	35.45	6.01	
AGUA	24h a -18°C+ 144h a 135°C	37.14	6.30	
AGUA	144h a 135°C	31.06	5.27	

Tabla 3.	Muestras	sometidas	a corrosi	ón	bajo	tensión
estiradas	previamen	nte a carga	máxima,	sin	ental	la.

TRATAM	ENTO TERMICO maduración	σ (Kg/mm <sup>2</sup> )	y (mm)	tiempo grieta
AGUA	24h a 2°C + 120h a 121°C	47.15	8.29	193 días
AIRE	24h a 2°C + 120h a 121°C	43.54	7.66	
AGUA	1656h a 135°C	37.72	6.63	
AIRE	1656h a 135°C	35.16	6.18	
AGUA	24h a -18°C+ 1656h a 135°C	39.05	6.87	·
AIRE	24h a -18°C+ 1656h a 135°C	36.45	6.41	
AGUA	696h a 150°C	32.62	5.73	-
AIRE	696h a 150°C	33.19	5.83	
AGUA	24h a -18°C+ 696h a 150°C	37.44	6.58	
AIRE	24h a -18°C+ 696h a 150°C	33.92	5.96	

En la tabla 3 se indican los datos de los ensayos de corrosión bajo tensión con muestras previamente estiradas a su carga máxima. Tomando esta carga como su nuevo límite elástico, en el ensayo de corrosión se ha aplicado este valor de tensión. La única muestra que ha presentado agrietamiento estaba templada en agua y envejecida en doble etapa de 24h a  $2^{\circ}C + 120h$  a  $121^{\circ}C$ , al punto de máximas características resistentes.

Para acelerar el proceso, se ensayaron muestras con entalla con las características geométricas que muestra el esquema de la figura 1, mecanizadas en la sección central a lo largo de la anchura de las probetas. La tensión aplicada fue igual al límite elástico de la correspondiente muestra, por lo que en la zona de la entalla tendremos un esfuerzo efectivo superior, con una zona de deformación plástica.



Fig. 1. Esquema de la entalla mecanizada.

Para verificar esta zona plastificada, se ha realizado un análisis por elementos finitos con los valores de tensión aplicada correspondientes a las muestras que alcanzan mayores características mecánicas después de envejecidas, aproximando sus diagramas de tensión-deformación a una forma bilineal.En la figura 2 se muestra la zona plastificada, que resulta ser de una magnitud del orden del radio de la entalla.



Fig. 2. Distribución de tensiones Von Mises con M= 3781 Kp.mm. Zona plastificada.

Para tener una referencia de la aceleración que introduce en el proceso la mecanización de la entalla, se ensayó una muestra entallada tratada con el tratamiento de estabilización T73. La microestructura de la aleación con este tratamiento está constituida por partículas semicoherentes  $\eta'$ , como se deduce del ensayo DSC realizado. La carga aplicada en el ensayo de corrosión fue igual a su límite elástico, que resultó ser de 370 MPa. El agrietamiento de esta muestra apareció a los **12 días**.

Las muestras con entalla que se ensayaron a corrosión bajo tensión presentaban distintos estados de precipitación, los correspondientes a los temples en agua y aire y envejecimientos a 100, 121 y 135 °C, con las distintas etapas de espera ya indicadas, hasta su punto de máximas características mecánicas. De todas las muestras templadas en aire, únicamente se agrietaron dos, la envejecida 648h a 100 °C que se agrietó a los 224 días, y la de 120h a 121 °C con tiempo de grieta de 95 días.



Figura 3. Evolución del tiempo de inicio de grieta con la primera etapa del tratamiento de envejecimiento

En la figura 3 se ha representado el tiempo de inicio de grieta en función de la primera etapa del envejecimiento,para las muestras templadas en agua y envejecidas 648h a 100°C, 120h a 121°C y 144h a 135°C. En ella se puede observar la invarianza respecto de la primera etapa aplicada, en cuanto a resistencia a corrosión bajo tensión, en el tratamiento a 100°C, dado que en el mismo la estructura de precipitación está constituída básicamente por zonas de Guinier-Preston (GP).La evolución del tiempo de inicio de grieta con la primera etapa en los tratamientos a 135°C es diferente a la de los envejecimientos a 121°C.



Figura 4. Curvas DSC de muestras templadas en agua y envejecidas a 100 (C03), 121 (C16) y 135°C (C09)

Esto se explica por la diferente microestructura que presenta la aleación con estos tratamientos, como se deduce del análisis por DSC realizado (fig.4), estando constituidas las muestras tratadas a 135 °C por precipita-

dos semicoherentes  $\eta'$ , aumentando su tamaño con la temperatura de la primera etapa. En cambio, las muestras tratadas a 121 °C presentan una estructura compuesta por zonas GP y precipitados semicoherentes  $\eta'$ .

En las micrografías TEM de las figuras 5 y 6 se pueden observar estas características microestructurales, observándose también en la muestra tratada a 135 °C (fig. 6) el precipitado estable  $\eta$  en borde de grano.



Figura 5. Micrografía TEM de la muestra templada en agua y envejecida 24h a  $-18^{\circ}$ C + 120h a 121°C. 46000X



Figura 6.Micrografía TEM de la muestra templada en agua y envejecida 24h a  $-18^{\circ}$ C + 144h a 135°C.46000X

En la macrografía de la figura 7 se puede observar que el desarrollo de la grieta no es contínuo, dando lugar a trayectorias escalonadas al frenarse su desarrollo por orientaciones de grano desfavorables.

En la figura 8 se presenta la fractografía SEM de la rotura por corrosión bajo tensión de una de las muestras ensayadas, observándose el carácter intergranular típico de este proceso de fractura.

En la fractografía de la figura 9 de la muestra envejecida 912h a 60°C se observan las estrías en granos adyacentes a la grieta, debidas a los deslizamientos bastos producto de la existência de precipitados coherentes, que producen una concentración de esfuerzos que incrementan la velocidad de grieta.



Figura 7. Macrografía del agrietamiento por corrosión bajo tensión de una de las muestras ensayadas.



Figura 8. Fractografía SEM de la muestra templada en agua y envejecida 648h a 100 °C, agrietada por corrosión bajo tensión a los 6 días de ensayo. 700X.



Figura 9. Fractografía SEM de la muestra envejecida 912h a 60°C y agrietada a los 6 días. 1000X.

# 4. CONCLUSIONES

La aleación investigada es prácticamente insensible a corrosión bajo tensión cuando se aplican esfuerzos de tracción iguales a su límite elástico. La existencia de tensiones de tracción, determinantes de la plastificación, produce una aceleración del proceso de corrosión, tal como se deduce de los resultados de las muestras entalladas.

La severidad de temple es el factor más determinante para el desarrollo de la corrosión bajo tensión. La mayor densidad de dislocaciones que produce el temple en agua da lugar a que, en el proceso de corrosión bajo tensión, se acumulen en los límites de grano, aumentando el efecto de entalla en esas zonas, favoreciendo, así, la aparición y progreso de la grieta.

El estudio fractográfico de las roturas ratifica el carácter intergranular del proceso de corrosión bajo tensión.

La microestructura presente, sobre todo en las cercanías de los límites de grano, influye fuertemente en la corrosión bajo tensión. La acumulación y engrosamiento de las dislocaciones aumenta con la presencia de zonas GP en la microestructura, aumentando así la sensibilidad a este proceso, disminuyendo, en cambio, con la presencia de precipitados semicoherentes y con el aumento del tamaño de éstos.

La etapa de espera antes de realizar el envejecimiento, da lugar a baja resistencia a corrosión bajo tensión en los tratamientos que proporcionan las propiedades mecánicas más altas (100 y 121 °C), al favorecerse la precipitación en las zonas adyacentes a los límites de grano, disminuyendo o eliminando las zonas libres de precipitados, lo que facilita el engrosamiento de las dislocaciones en estas regiones.

# 5. REFERENCIAS

- [1] Hatch, J.E. "Aluminium: Properties and physical metallurgy". ASM, 1984.
- [2] Grzemba,B., Gruhl,W. "The influence of grain orientation of the stress corrosion susceptibility of an AlZnMg alloy". Metall.29, 1975, pp 263-266.
- [3] Grzemba,B., Gruhl,W. "Tendency to intercrystalline cracking and stress corrosion properties of AlZnMg alloy". Metall. 30, 1976, pp 521-526.
- [4] Miyagi, Y., Hirano, M. "Consideration of the effective stress corrosion cracking of AlZnMg Alloys". Aluminium 58, 1982, pp 719-721.
- [5] Scamans,G.M., Alani,R., Swann,P.R. "Pre-exposure embrittlement and stress corrosion failure in Al-Zn-Mg alloys". Corrosion Sci., Vol.16, 1976, pp 443-459.
- [6] Ratke,L., Gruhl,W. "Model experiments concerning mechanism of stress corrosion cracking of AlZnMg alloys". Werkst. und Korrosion 31,1980,pp768-773.
- [7] Gruhl, W. "Stress corrosion cracking of high strength aluminium alloys". Z. Metallkde. 75, 1984, pp 819-826.
- [8] Baumgartner, M. Kaesche, H. "Intercrystalline corrosion and stress corrosion cracking of AlZnMG alloys". Corrosion-NACE, vol.44, nº4, 1988, pp 231-239.

[9] Loffler, H., Kovacs, I., Lendvai, J."Decomposition

processes in Al-Zn-Mg alloys". Journal Materials Sience, 18, 1983, pp 2215-2240.

- [10] Staley ,J.T. "Quench factor analysis of aluminium alloys". Materials Science and Technology. Vol.3, Nov.1987, pp 923-935.
- [11] Salvador, M.D., Amigó, V., Ferrer, C., Calatayud, A. "Influencia de las variables del tratamiento térmico de endurecimiento por precipitación en el envejecimiento natural de aleaciones AlMgSi y AlZnMg". Tratamientos Térmicos, sept 1992, pp 33-40.
- [12] Calatayud, A. "Investigación de los mecanismos de precipitación en el envejecimiento en dos etapas en la aleación AlZnMg AA7028 conducente a la optimización de la resistencia mecánica y de corrosión bajo tensión". Tesis Doctoral. U.P. Valencia 1992.

349

# FATIGA ESTÁTICA Y CÍCLICA DE ALÚMINA REFORZADA CON PARTÍCULAS DE CIRCONA

M. M. Nagl<sup>1</sup>, D. Casellas<sup>1</sup>, L. Llanes<sup>1</sup>, C. Domínguez<sup>2</sup> y M. Anglada<sup>1</sup>

<sup>1</sup>)Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S.E.I.B., Avda. Diagonal 647, Universidad Politécnica de Cataluña, 08028 Barcelona

<sup>2</sup>) Instituto Tecnológico de Materiales, Parque Tecnológico de Asturias, 33428 Coruño-Llanera

Resumen. Se ha estudiado la fatiga estática y cíclica de alúmina pura (99.7 %) y de alúmina reforzada con 5, 15 y 30 % de circona (ZTA) utilizando probetas lisas con defectos naturales y probetas prefisuradas con indentaciones Vickers. Los resultados experimentales muestran que la tenacidad de fractura y la resistencia a flexión aumentan con la adición de circona. Sin embargo, los cocientes de fatiga estática y cíclica, o sea, los cocientes entre el límite de fatiga y la resistencia a fractura, decrecen en ambos casos con la adición de circona. También se pone de relieve que el cociente del límite de fatiga cíclica real disminuye más rápidamente que el de fatiga cíclica, lo cual indica que el efecto de fatiga cíclica real disminuye cuando aumenta la cantidad de circona. Por lo tanto, los límites de fatiga para probetas de alúmina y de ZTA con grietas de indentación son similares, ya que una gran parte del aumento de la tenacidad y de la resistencia a fractura de la ZTA es compensado por la mayor susceptibilidad de este material a la fatiga estática. Los cocientes de fatiga cíclica obtenidos con defectos naturales y con grietas de indentación son similares y por lo tanto, se podrían utilizar estos últimos para determinar los límites de fatiga y la vida a fatiga de componentes reales con defectos naturales.

Abstract. The static and cyclic fatigue behaviour of 99.7 % pure alumina and that of zirconia toughened alumina (ZTA) with 5, 15 and 30 % zirconia has been studied using specimens containing either natural flaws or small cracks produced by Vickers indentation. Both, strength and fracture toughness increased with increasing zirconia content. However, the static and the cyclic fatigue ratios, i.e. the ratios between fatigue limit and fracture stress, decreased with increasing zirconia content. More importantly, the static fatigue ratio decreased even more rapidly than the cyclic fatigue ratio. Hence, the real cyclic fatigue effect decreased actually with increasing zirconia content. As a consequence, the fatigue limits for alumina and ZTA specimens containing indentation cracks were similar indicating that a large proportion of the strength and toughness increase due to the addition of zirconia has been compensated by the higher static fatigue effect in ZTA. The fatigue ratios measured using specimens with natural flaws and small indentation cracks were very similar, thus they might well be used to estimate fatigue thresholds and fatigue lives of real components with natural flaws.

#### 1. INTRODUCCIÓN

En la literatura de materiales cerámicos se conoce con el nombre de fatiga cíclica al deterioro de los materiales cuando son sometidos a cargas cíclicas, para diferenciarlo así del fenómeno comúnmente referido como fatiga estática (corrosión bajo tensión). La existencia de fatiga cíclica en cerámicas avanzadas ha sido confirmada experimentalmente por Guiu [1], quien ha demostrado que la vida a fatiga de probetas bajo esfuerzos cíclicos es considerablemente más corta que la de muestras sometidas a tensiones constantes equivalentes a la tensión máxima cíclica. Desde entonces, la comunidad científica ha dirigido un enorme esfuerzo al estudio de la fatiga cíclica, ya que este fenómeno puede claramente limitar la aplicación estructural de materiales cerámicos. Existe un número elevado de estudios sobre la fatiga cíclica de alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [2]. También han sido publicados trabajos en circona parcialmente estabilizada con magnesia (Mg-PSZ), nitruro de silicio  $(Si_3N_4)$  y policristales de

circona tetragonal estabilizados con itria (Y-TZP) [2]. La fatiga cíclica de alúmina reforzada con partículas de circona (ZTA) sólo ha sido investigada por Guiu *et al.* [3], quienes han llevado a cabo ensayos similares a los anteriormente mencionados, con los cuales confirmaron que este material también presenta fatiga cíclica. Sin embargo, no existe ningún estudio detallado de los mecanismos de fatiga cíclica en ZTA.

En la mayoría de las trabajos de fatiga en cerámicas avanzadas se han utilizado probetas de tipo CT ('compact tension') y SENB ('single edge notched bend') con grietas grandes. Sin embargo, los defectos críticos en cerámicas son muy pequeños (menores que  $200 \ \mu m$ ) [4]. Por eso, y debido a que no ha sido demostrado que la velocidad de propagación de grietas pequeñas sea la misma que la correspondiente a grietas grandes bajo el mismo factor de intensidad de tensiones aplicado, la utilización práctica de estos resultados está en duda. Además, los resultados obtenidos con grietas grandes han revelado que la velocidad de propagación de la grieta es proporcional a una potencia muy alta del factor de intensidad de tensiones aplicado, lo que hace que la vida a fatiga sea muy sensible a las tensiones aplicadas. Por lo tanto, un diseño basado en la cinética de propagación de grietas es de muy limitada aplicación práctica.

Siguiendo los criterios descritos anteriormente, en este trabajo se ha evaluado el comportamiento bajo fatiga estática y cíclica de alúmina pura y de tres tipos de ZTA. Para ello, han sido utilizadas probetas lisas con defectos naturales y también probetas con grietas pequeñas producidas por indentaciones Vickers. Se ha determinado curvas de esfuerzo cíclico-número de ciclos a rotura (tipo S-N) y esfuerzo constante-tiempo a rotura (tipo S-t). Estas curvas permiten estimar los umbrales de fatiga los cuales son de gran validez en el diseño en ingeniería ya que las grietas no crecen por debajo de ellos. Los resultados obtenidos han sido correlacionados y discutidos en términos de la microestructura y de los mecanismos de propagación delas grietas por fatiga.

#### 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales estudiados fueron (i) alúmina pura (99.7 %), cuyo comportamiento sirvió como modelo para el comportamiento de la matriz de ZTA, y (ii) tres tipos de ZTA, con la misma alúmina como matriz y tres fracciones volumétricas distintas de circona estabilizada (3%mol de itria): 5, 15 y 30 %. A continuación, estos materiales son referidos como A5Z3Y, A15Z3Y y A30Z3Y según la siguiente nomenclatura  $A(ZrO_2 en \%vol)Z(Y_2O_3 en \%mol)Y$ . Todos los materiales fueron prensados en frío y posteriormente sinterizados en aire a 1600 °C durante 2 horas.

La microestructura de los materiales ha sido caracterizada por microscopía óptica, electrónica de barrido (MEB) y electrónica de transmisión (MET). En este último caso las muestras fueron preparadas convencionalmente mediante corte, desbaste grueso y fino, para acabar con un pulido cóncavo, y finalmente adelgazamiento por bombardeo de iones. Algunas probetas fueron sometidas a un ataque térmico a 1400 °C y después analizadas por MEB.

Las probetas, con dimensiones de 45x5x8 mm, fueron inicialmente rectificadas y pulidas por la superficie que se sometió posteriormente a tensión en los ensavos de flexión por 4 puntos. Más aún, los cantos de las probetas lisas utilizadas en ensayos de resistencia a flexión y en algunos ensayos de fatiga cíclica fueron desbastados ligeramente para que no actuasen como concentradores de esfuerzos y posible origen de grietas, tal recomendado como es por normativas internacionales [4]. Por otro lado, en las probetas utilizadas para ensayos de tenacidad de fractura se realizaron indentaciones Vickers a 290 N en la superficie pulida. También se llevaron a cabo ensayos de fatiga estática y cíclica en probetas previamente indentadas. Las indentaciones fueron alineadas de tal manera que una diagonal de la huella y sus grietas asociadas fueran perpendiculares al eje longitudinal de las muestras. Además, algunas de las probetas indentadas del material A15Z3Y fueron tratadas térmicamente durante una hora a 1100 °C para eliminar las tensiones residuales de indentación y estudiar su efecto en la extensión de las grietas por fatiga.

Los ensayos de resistencia a flexión y tenacidad de fractura fueron llevado a cabo en una máquina electromecánica INSTRON 8562 con control digital, a velocidades de aplicación de la carga de 200 N/s. La misma máquina fue utilizada para los ensayos de fatiga estática. En este caso, la carga fue mantenida constante durante el tiempo que correspondía a 10<sup>7</sup> ciclos (i.e. 16 horas) en un ensavo de fatiga cíclica de vida infinita. Este procedimiento permitió comparar directamente la vida a fatiga cíclica y estática y demostrar efectos reales de fatiga cíclica. Por otra parte, los ensayos de fatiga cíclica con probetas lisas y probetas prefisuradas por indentaciones Vickers se realizaron en una máquina de fatiga por resonancia RUMUL en flexión-flexión (R = 0.2) y trabajando a una frecuencia entre 220 - 240 Hz. Finalmente, las trayectorias de las grietas de fatiga y las superficies de fractura fueron analizadas por MEB.

#### 3. RESULTADOS Y DISCUSÍON

#### 3.1 Aspectos microestructurales

La composición química en porcentaje volumétrico y de peso se muestra en la **Tabla 1**. La diferencia entre los porcentajes volumétricos y de peso se debe a la diferencia en densidad de los polvos de alúmina y circona.

	Vo	lumen [	[%]	Peso [%]			
	A5Z3Y	A15Z3Y	A30Z3Y	A5Z3Y	A15Z <b>3</b> Y	A30Z3Y	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	95	85	70	88.9	70.6	55.6	
ZrO <sub>2</sub>				10.4	27.5	40.7	
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	15	30	0.7	1.9	3.7	

Tabla	1:	Coi	npo	sición	qui	ímica	en	porce	entaje
volumét	rico	У	de	peso	de	los	mater	iales	ZTA
estudiad	OS.								

En la Figura 1 se puede observar la distribución de las partículas de circona localizadas generalmente en puntos triples, dentro de la matriz de alúmina. En muchos casos, las partículas de circona formaron aglomerados. Obviamente, el número de aglomerados fue mayor cuando mayor fue la cantidad de circona dentro del material. Por otro lado, el tamaño de grano máximo y medio disminuyeron cuando el porcentaje de circona era mayor (Tabla 2), ya que la adición de circona impide el crecimiento de los granos [5].



Fig. 1: Fotomicrografía de MEB en modo secundario mostrando la microestructura del material A15Z3Y.

		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A5Z3Y	A15Z3Y	A30Z3Y
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	d <sub>med</sub> [μm]	3.0	1.6	1.3	1.0
x	d <sub>max</sub> [μm]	5-7	3-4	2-2.5	1.5-2
ZrO <sub>2</sub>	d <sub>med</sub> [μm]	-	0.4	0.5	0.43
	d <sub>max</sub> [μm]	-	0.5-0.7	0.8-1	0.8-1

 Tabla 2: Tamaño máximo y promedio de las distintas fases de los materiales.

Al igual que otras cerámicas avanzadas, la ZTA tiene una resistencia y tenacidad elevadas debido a la transformación controlada de la circona, de tetragonal a monoclínica, en zonas adyacentes a la punta de la grieta. La transformación es martensítica y produce un cambio volumétrico que induce esfuerzos de compresión los cuales reducen el factor de intensidad de esfuerzos local en la punta de la grieta. La correspondiente mejora de las propiedades mecánicas depende de la probabilidad de que la transformación se lleve a cabo, y ésta es controlada principalmente, en la ZTA, por el tamaño del grano de circona y el contenido de estabilizante. Los estudios mediante MET indicaron que algunas de las partículas más grandes ya se habían transformado durante el enfriamiento. Esto ocurrió principalmente en aglomerados de circona, ya que el módulo de elasticidad de esta fase es aproximadamente la mitad del de alúmina y por tanto facilita su deformación y consecuente transformación. El tamaño crítico para que la transformación sea activada fue entre 0.6 y 0.8 µm en concordancia con otros estudios sobre ZTA [6,7]. Nunca se transformaron partículas singulares ubicadas en puntos triples. Además, se observó por análisis de rayos X, que el porcentaje de la fase

monoclínica superficial en las probetas mecanizadas y pulidas fue siempre menor que 1 %. Finalmente, algunos poros fueron observados en todo los materiales cuya cantidad y tamaño disminuyó para proporciones mayores de circona.

#### 3.2 Propiedades mecánicas

La resistencia a flexión y la tenacidad de fractura aumentaron con el contenido de circona (Figura 2). Los factores principales que afectan a ambas propiedades en ZTA son: (i) el tamaño de los defectos intrínsecos y (ii) la transformación de circona.

El tamaño de los defectos depende del tamaño de los granos y por tanto la resistencia a fractura aumenta cuando el tamaño del grano disminuye. Por el contrario, la tenacidad de fractura, que es una suma de la tenacidad intrínseca de la matriz de alúmina y del aumento de la misma debido a la transformación, disminuye cuando se reduce el tamaño del grano. En este caso, los puentes de grano que normalmente refuerzan el material tienen menor efecto en una estructura más fina.

La transformación martensítica de la circona aumenta la tenacidad así como la resistencia a flexión. Al mismo tiempo, esta transformación produce microfísuras alrededor de partículas transformadas que tienen dos consecuencias opuestas. Por una parte, provoca apantallamiento por microfisuración que incrementa la tenacidad de fractura y, por otra parte, estas microfisuras actúan como una grieta o defecto grande cuando alcanzan la densidad crítica y por tanto reducen la resistencia a fractura.

Siguiendo la argumentación descrita anteriormente, se puede explicar la evolución de la resistencia y tenacidad de fractura mostrada en la Figura 2. La adición de 5 % de circona induce a un aumento de la resistencia a fractura ya que reduce el tamaño del grano y al mismo tiempo algunas partículas de circona se transforman. Esta misma transformación compensa el efecto negativo en la tenacidad que tiene la reducción del tamaño del grano y como consecuencia este parámetro permanece invariable. Ambas propiedades son mejoradas con la adición de 15 % de circona. De nuevo, el tamaño del grano disminuyó pero probablemente el efecto predominante aquí es el de la transformación de las partículas de circona ya que promueve apantallamiento por transformación y por microfisuración. Cabe destacar que la fracción de volumen de circona transformada medida por difracción de rayos X sobre las superficies de fractura fue de alrededor de un 5 - 7 % de la circona presente en cada material, con lo cual para proporciones mayores de circona aumenta la cantidad de partículas transformadas. Por otro lado, el doble de circona, como en el caso del material A30Z3Y, sólo resultó en un pequeño aumento adicional de la resistencia y eso parece sugerir que las microgrietas que se formaron alrededor de las partículas transformadas alcanzaron la

densidad crítica y aumentaron el tamaño de los defectos. Finalmente, la tenacidad aumenta proporcionalmente con la cantidad de circona, al comparar los valores con los de A15Z3Y debido al efecto aditivo de transformación y microfisuración.



Fig. 2: Resistencia a flexión por cuatro puntos y tenacidad de fractura en función del porcentaje de circona en el compuesto.

### 3.3 Fatiga cíclica con probetas lisas

La vida a fatiga de las probetas lisas se presenta en la Figura 3 en términos de curvas S-N. Los valores de la resistencia a flexión han sido incluidos para un número de ciclos a rotura igual a uno. Las probetas que no se rompieron en 10<sup>7</sup> ciclos están representadas con una flecha indicando que sus vidas a fatiga serían más altas. Se observa que todos los materiales son susceptibles a fatiga cíclica, ya que los esfuerzos de rotura a flexión bajo condiciones cíclicas son menores que la resistencia a fractura bajo la aplicación monotónica de carga. Además, se destaca la existencia de un límite de fatiga en todos los materiales. El límite de fatiga aumentó de la misma forma que lo hizo la resistencia a fractura con la cantidad de circona. También se calcularon los cocientes de fatiga cíclica, o sea, los cocientes entre el límite de fatiga y la resistencia a fractura. Esta normalizada presentación permite una mejor comparación de los materiales y mostró que la alúmina es menos susceptible a fatiga (cociente de fatiga de 0.66) que los materiales de tipo ZTA (0.55).



Fig. 3: Curvas S-N obtenidas con probetas lisas.

Finalmente las superficies de fractura de todas las probetas fueron analizadas por MEB, con el fin de estimar el tamaño del defecto inicial que causó la rotura. Se observó que probetas con defectos intrínsecos grandes tuvieron vidas a fatiga menores que probetas con defectos más pequeños y sometidas al mismo esfuerzo máximo. Esta observación cualitativa es normal en probetas lisas y explica la variación en la vida a fatiga que se ve en la **Figura 3**.

#### 3.4 Fatiga estática con grietas pequeñas

Las curvas de tensión aplicada-tiempo a rotura (S-t) se muestran en la **Figura** 4. Los valores del esfuerzo a rotura en flexión bajo condiciones monotónicas de aplicación de carga (velocidad de aplicación de carga 200 N/s) de probetas igualmente indentadas, fueron incluidos para un tiempo a fractura igual a 0.1 segundo.



Fig. 4: Curvas S-t obtenida con probetas previamente intentadas.

La Figura 4 muestra que todos los materiales son susceptibles a fatiga estática. El límite de fatiga estática, que fue definido en este caso como el esfuerzo máximo que soportaba el material durante 16 horas sin rotura, fue muy parecido para todos los materiales aunque los esfuerzos a rotura en flexíon fueron muy distintos. Eso indica que los materiales más resistentes, i.e. con más circona, son más propensos a fatiga estática. Asimismo, los cocientes de fatiga estática (en este caso el cociente entre el límite de fatiga estática y el esfuerzo a rotura en flexión) de los materiales de tipo ZTA son más bajos (entre 0.77 y 0.65) que el de alúmina (0.85). Parece ser que la adición de circona aumenta la sensibilidad de estos materiales a presentar fatiga estática. Esto está en concordancia con los resultados de Becher [6], quien observó que el cociente de fatiga en ZTA es menor que el correspondiente para alúmina.

#### 3.5 Fatiga cíclica y estática con grietas pequeñas

En esto caso, la tensión aplicada ha sido presentada en función del tiempo y del número de cíclos a rotura ya que ambos parámetros estan relacionados a través de la frecuencia (Figura 5). Todos los materiales muestran un efecto real de fatiga cíclica, es decir, que la vida a fatiga cíclica es entre uno o dos órdenes de magnitud más baja que la vida a fatiga estática de probetas idénticas sometidas a la misma carga máxima. Los cocientes de fatiga cíclica bajaron ligeramente con la adición de circona y no tanto como en el caso de fatiga estática.



Fig. 5: Comparación de fatiga cíclica y estática para alúmina.

#### 3.6 Discusión de los cocientes y mecanismos de fatiga

La Figura 6 representa un resumen de los cocientes de fatiga cíclica y estática obtenidos con defectos naturales y grietas pequeñas de indentación con tensiones residuales, y en el caso de A15Z3Y también sin tensiones residuales. Como ya ha sido mostrado, los cocientes de fatiga cíclica y estática disminuyen cuando aumenta la cantidad de circona. El aspecto más importante es que el cociente de fatiga estática disminuye más rápidamente que el de fatiga cíclica. Por tanto, el efecto - al de fatiga cíclica, i.e. la diferencia entre los coc. tes de fatiga cíclica y estática, disminuye en los materiales del tipo ZTA al ser comparados con alúmina pura. Esta observación sugiere que la adición de circona afecta principalmente a la fatiga estática. Una posible explicación para este aumento de fatiga estática con adición de circona podría ser la formación de fase vítrea o amorfa en los bordes de grano circona-alúmina debido a reacciones desconocidas entre Al, Zr, Y e impurezas. Es posible que estas fases, y en particular la itria, reaccionen con el medio ambiente produciendo propagación de grieta asistida por el medio ambiente o fatiga estática. Por otra parte, estas fases no se forman en alúmina pura (99.7 %) y por eso ésta tiene menos fatiga estática. Este mayor efecto de fatiga estática en ZTA también hace que los límites a fatiga de probetas de alúmina y ZTA con grietas de indentación sean similares, ya que una gran parte del aumento de la tenacidad y de la resistencia a fractura de la ZTA es compensado por la mayor susceptibilidad de este material a la fatiga estática.

Los cocientes de fatiga cíclica obtenidos con defectos naturales y con grietas de indentación son similares. Igualmente, los cocientes de fatiga cíclica de probetas de A15Z3Y con y sin tensiones residuales son muy parecidos. Parece ser que ni el tamaño de la grieta inicial ni el campo de las tensiones residuales afectan a los cocientes de fatiga significativamente. Por lo tanto, los cocientes de fatiga o umbrales de fatiga medidos con grietas pequeñas de indentación se podrían utilizar para predecir los límites de fatiga y la vida a fatiga de probetas con defectos naturales. Incluso, se puede prever un diseño basado en estos cocientes de fatiga ya que las grietas no crecen por debajo del umbral.



Fig. 6: Resumen de los cocientes de fatiga en función de la cantidad de circona en el compuesto.

En la literatura de materiales cerámicos se invocan varios posibles mecanismos de fatiga, como por ejemplo degradación de los ligamentos formados por granos ('bridging'), reversibilidad del efecto de transformación, crecimiento de las microfisuras alrededor de las partículas transformadas, y también los mecanismos que causan cierre de las grietas durante la etapa de descarga como la rugosidad general de las superficies de fractura y la transformación de circona [8]. Su verdadera existencia ha sido confirmada experimentalmente sólo en el caso de ligamentos formados por granos en materiales como alúmina pura de tamaño de granos grande (mayor de 4 - 8 µm) [3] y alúmina reforzada con 'whiskers' de carburo de silicio.

El estudio microscópico de las superficies de fractura de probetas de alúmina pura ensayadas bajo condiciones monotónicas de aplicación de carga mostró que la fractura es de carácter transgranular. Sin embargo, en los ensavos de fatiga estática y más aún en los ensavos de fatiga cíclica se notó que la fractura es más del modo intergranular durante la propagación estable de la grieta. Sólo cuando la grieta llega a ser inestable, la fractura es otra vez predominantemente transgranular. Eso parece sugerir que la propagación estable de las grietas ocurre principalmente a lo largo de los bordes de granos en alúmina. Además se detectan algunos ligamentos o puentes formados por granos en las trayectorias de las grietas ('bridging'), como se puede ver en la Figura 7. El comportamiento mecánico de la alúmina está relacionado con ambas observaciones. Primero se forman estos ligamentos que endurecen el material. A partir de aquí, el medio ambiente sólo (como en el caso de fatiga estática) o junto con la aplicación cíclica de cargas (como en los ensayos de fatiga cíclica) degradan estos puentes, lo que hace que las grietas crezcan en su mayor parte a lo largo de los bordes de los granos.

Por otro lado, el tipo de fractura en ZTA fue siempre una mezcla de fractura intergranular y transgranular, independientemente de la grieta inicial y del modo de la aplicación de carga (i.e. monotónico, constante o cíclico). Incluso, la cantidad de circona transformada en las superficies estuvo siempre entre 5 y 7 % para todos los ensayos. Además, se observó deflexión de la grietas y sólo pequeños ligamentos formados por granos en las trayectorias de las grietas ya que el tamaño de grano de la alúmina es inferior. En general, los mecanismos de fatiga cíclica en ZTA son más complejos y parecen ser una combinación de los mecanismos relacionados con la rugosidad general de las superficies de fractura y la transformación de circona así como la degradación de los ligamentos de grano.



Fig. 7: Fotomicrografía de MEB en modo secundario mostrando degradación de un ligamento formado por granos en alúmina pura.

#### **4. CONCLUSIONES**

Las siguientes conclusiones se deducen de los resultados presentados:

- 1. La tenacidad de fractura y la resistencia a flexión de ZTA aumentan con la adición de circona.
- 2. Los cocientes de fatiga cíclica y estática decrecen cuando la cantidad de circona es mayor.
- 3. Se pone de manifiesto que el cociente de fatiga estática baja más rápidamente con la adición de circona que el de fatiga cíclica. Esto sugiere que el efecto real de fatiga cíclica es menor en ZTA que en alúmina pura.
- 4. Los límites de fatiga de probetas indentadas de alúmina y de ZTA son parecidos, ya que una gran parte del aumento de las propiedades mecánicas es compensada por la mayor sensibilidad de este último a la fatiga estática.

- 5. Se podría utilizar los cocientes de fatiga cíclica para predecir los límites de fatiga y vida a fatiga de componentes reales ya que ni el tamaño de la grieta inicial (i.e. defecto natural o grieta de indentación) ni las tensiones residuales afectan a estos cocientes.
- 6. La existencia de puentes de granos y su degradación son los mecanismos principales de fatiga en alúmina. En ZTA, los mecanismos predominantes de este fenómeno podrían ser los que están relacionados con la rugosidad de la grietas y la transformación de circona.

# 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la C.I.C.Y.T por la financiación de este trabajo, a través del proyecto MAT93-0328, así como a la UE por la beca otorgada a uno de los autores (M.M.N) a través del proyecto de Capital Humano y Mobilidad (Contrato N°: ERBCH I CT930701).

#### 6. REFERENCIAS

- Guiu F., "Cyclic Fatigue of Polycrystalline Alumina in Direct Push-Pull", J. Mater. Sci. 13, 1357-1361 (1978).
- [2] Alcalá J., Llanes L., Iturgoyen L. y Anglada M., "Fatiga cíclica de materiales cerámicos avanzados bajo cargas cíclicas de tracción", Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr. 4, 255-265 (1993):
- [3] Guiu F., Reece M. J. y Vaughan D. A. J., "Cyclic Fatigue in some Structural Ceramics", en Proc. of the Eng. Found. Int. Conf. on Fatigue of Advanced Materials, (Eds. Ritchie R. O., Dauskardt R. H. y Cox B. N.) pp. 193-210, UK: Mat. & Component Eng. Publ. Ltd. 1991.
- [4] Quinn G. D. y Morrell R. "Design Data for Engineering Ceramics: A Review of the Flexure Tests", J. Am. Ceram. Soc. 74, 2037-2066 (1991).
- [5] Green D. J., Hannink R. H. J. y Swain M. V. "Transformation Toughening of Ceramics". USA: CRC Press Inc. Florida, 1989.
- [6] Becher P. F., "Slow Crack Growth Behaviour in Transformation Toughened Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Ceramics", J. Am. Ceram. Soc. 66, 485-488 (1983).
- [7] Karihaloo B. L., "Contribution of t-m Phase Transformation to the Toughening of ZTA", J. Am. Ceram. Soc. 74, 1703-1706 (1991).
- [8] Dauskardt R. H. y Ritchie R. O., "Cyclic Fatigue of Ceramics", en Proc. of the Eng. Found. Int. Conf. on Fatigue of Advanced Materials, (Eds. Ritchie R. O., Dauskardt R. H. y Cox B. N.) pp. 133-151 UK: Mat. & Component Eng. Publ. Ltd. 1991.

# INFLUENCIA DE UN REVESTIMIENTO DEL TIPO NICoCrAIYTA EN LOS MECANISMOS DE FRACTURA DE MONOCRISTALES DE SUPERALEACIÓN AM-3 BAJO CONDICIONES DE FLUENCIA Y DE FATIGA TERMOMECÁNICA

# A. SANZ, L. LLANES\*, J-.P. BERNADOU, M. ANGLADA\*, D. BARREAU\*\* y Ch. PALLOUS\*\*.

E.N.S.A.E., Laboratoire de Métallurgie, 10 Av. E. Belin, 31055 Toulouse cedex, France.

\* E.T.S. de Ingenieros Industriales de Barcelona-Universidad Politénica de Cataluña. Dpt. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcelona España.

\*\* C.E.A.T., Service Matériaux Métalliques Réfractaires, 232 Av. H. Guillaumet, 31056 Toulouse cedex, France.

**Resumen**. En este trabajo se describen los resultados obtenidos al someter muestras monocristalinas de superaleación AM-3, con y sin revestimiento protector del tipo NiCoCrAlYTa, tanto a ensayos de fluencia como a ensayos de fatiga termomecánica. Para los ensayos de fatiga termomecánica se estableció un ciclo controlado en deformación, el cual reproduce de una manera esquemática la evolución en deformación del borde de fuga de un álabe de turbina (elemento crítico del álabe) bajo condiciones normales de operación de una turbina a gas aeronáutica civil. Se realizaron evaluaciones de la microestructura y de las superficies de fractura mediante microscopía electrónica de barrido para evaluar la evolución microestructural y establecer los mecanismos de fractura correlacionándolos con la presencia o no de un revestimiento protector del tipo NiCoCrAlYTa.

Abstract. The present paper reports the results obtained after testing AM-3 superalloy single crystals, whether coated with a NiCoCrAlYTa protective coating or not, under constant load creep tests and under high temperature thermomechanical fatigue tests (TMF). For the TMF study a strain controlled cycle, that schematically reproduces the strain evolution of the trailing edge (blade's critical element) in a civil turbine engine under normal working conditions, was used. Scanning electron microscopy observations were performed at each condition to establish the fracture mechanisms and the microstructural evolution, correlating them to the existence or not of a NiCoCrAlYTa protective coating.

#### 1. INTRODUCCIÓN

La necesidad de aumentar la Temperatura de Entrada en Turbina (T.E.T.) para mejorar la eficiencia de las turbinas a gas ha llevado a la práctica de revestir los álabes de turbina asi como los estatores con recubrimientos protectores contra la oxidación, la corrosión y la erosión a altas temperaturas. Ello es debido a que los requisitos de resistencia mecánica a temperaturas resistencia а altas у de la oxidación/corrosión y a la erosión son frecuentemente imcompatibles. En general los álabes y otros componentes de la turbina sometidos a altas temperaturas son fabricados en superaleaciones base niquel y estan protegidos por revestimientos protectores que pueden ser elaborados por diversas técnicas [1-2]. Los revestimientos de NiCoCrAlYTa han sido concebidos para cumplir con estas funciones de protección de las partes sometidas a muy altas temperaturas. Dichos revestimientos son generalmente aplicados mediante la técnica de proyección plasma a baja presión (conocida bajo la siglas LPPS, de Low Pressure Plasma Spray). En general se considera que la fluencia es el fenómeno limitante en el diseño de álabes

no enfriados (propios de las pequeñas turbinas) y que la fatiga termomecánica lo es en el caso de álabes enfriados por convección (generalmente usados en los motores aeronáuticos de grandes dimensiones)[1-5].

El presente trabajo describe el efecto sobre los mecanismos de fractura de la presencia o no de un recubrimiento tipo NiCoCrAlYTa bajo condiciones de fluencia y de fatiga termomecánica en una aleación monocristalina AM-3 orientada según la dirección [001].

# 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los monocristales de la aleación AM-3 con una dirección de crecimiento [001], y una desviación con respecto a la dirección cristalográfica inferior a 7°, fueron sometidos a los tratamientos térmicos de solubilización, precipitación de la fase  $\gamma$ ' y crecimiento de dicha fase. En el caso de muestras protegidas, estas fueron recubiertas exteriormente con un revestimiento tipo LPPS de NiCoCrAlYTa con un espesor

comprendido entre 70-100  $\mu$ m. Un juego idéntico de probetas no protegidas fue igualmente fabricado. La composición química de la aleción y del revestimiento se presentan en la tabla 1.

Las probetas de ensayo de fluencia son cilíndricas (diámetro: 4.5 mm) conformes a la norma ASTM E139. Las muestras destinadas a los ensayos de fatiga termomecánica presentan una geometría cilíndrica hueca (diámetro exterior: 20 mm, espesor de la pared 5 mm) con una pared interior sin protección y una exterior revestida o no de NiCoCrAlYTa.

# **Tabla 1.** Composición química de la aleación AM-3 y del revestimiento NiCoCrAlYTa expresadas en % en peso.

Aleaciór	n Ni	Co	Cr	А	Ta	Y	W	Ti	Mo
AM-3	67.95	5.61	8.04	5.86	3.43		4.91	2	2.2
Rev. NiCoCrA	44.1 AIYTa	23	20	8.5	4	0.4			

Los ensayos de fluencia se realizaron bajo una carga constante de 140 MPa y a una temperatura de 1323 K (1050°C). El ciclo escogido para los ensayos de fatiga termomecánica surge de las modelisaciones mediante la técnica de los elementos finitos hechas por la compañía SNECMA para álabes enfriados por convección de reactores civiles bajo condiciones normales de utilisación (fig. 1).



Fig. 1. ciclo térmico y mecánico utilizado en los ensayos de fatiga termomecánica.

El ciclo de ensayo, controlado en deformación, con un  $\Delta \varepsilon_{max}$  / 2= 0.5 % y con quatro pendientes, tiene una duración total de 180 segundos. El rango de temperaturas se extendió entre 923 K (650°C) y 1373 K (1100°C). El ciclo utilisado reproduce de una manera esquemática la evolución en deformación del borde de fuga de un álabe de turbina (elemento crítico del álabe) bajo condiciones normales de operación de una turbina a gas aeronáutica civil. El ciclo de temperatura se encuentra particularmente adaptado para el estudio de álabes refrigerados por aire.

# **3. RESULTADOS**

Después de los tratamientos térmicos la estructura de la superaleación está constituida por una matriz  $\gamma$  (solución sólida base niquel) y de una fase  $\gamma$ ' observada bajo la forma de precipitados de forma cúbica de una longitud de 0.7  $\mu$ m, de composición estequiométrica Ni<sub>3</sub>(Al,Ti) que representa el 80 % en volumen del substrato (fig.2.a). El revestimiento presenta una microestructura en la que existe una matriz rica en niquel y una segunda fase conocida como  $\beta$ , y cuya composición estequiométrica es NiAl. Una fina capa de alúmina es visible al exterior del revestimiento asi como una zona de difusión de 10  $\mu$ m entre el revestimiento y el substrato (fig.2.b).

Después de los ensayos de fluencia y de fatiga termomecánica, la estructura  $\gamma / \gamma'$  ha evolucionado de forma tal que existe un alargamiento de los precipitados de la fase  $\gamma$  ' en un plano perpendicular a la dirección del esfuerzo. En el caso de los ensayos de fluencia este alargamiento es mucho más marcado (fig.2.c) que en los casos de fatiga termomecánica (fig.2.d). En estos últimos se observa una estructura en la ha habido un aumento de tamaño de los precipitados  $\gamma$  ' mayor que en los casos de fluencia y un alargamiento menos evidente. La evolución de la estructura  $\gamma / \gamma'$  es similar tanto en las probetas recubiertas como en las probetas no protegidas a excepción de las muestras no recubiertas sometidas a fatiga termomecánica en las que se observa una zona del substrato bajo la capa de óxidos en la que los precipitados  $\gamma$ ' se han disuelto completamente para formar la capa de alúmina. Ello indicaría que las condiciones de fatiga conllevan una ruptura sucesiva de la capa de alúmina que conduce a la disolución de las fases ricas en aluminio más importante que en los otros casos (fig.2-e).

En lo referente a los modos de degradación del recubrimiento debe indicarse que en todos los casos no hay pérdida del recubrimiento y que el origen de la rotura de la probeta de ensayo no tiene su origen en un defecto originado dentro del revestimiento. En los casos de fluencia (fig.2.f) las zonas más externas del revestimiento van progresivamente empobréciendose de fases ricas en aluminio (fases  $\beta$ ). En la fig.2.f puede notarse que el revestimiento se encuentra lejos estar agotado en su papel de proveedor de fases ricas en aluminio y que el mismo no presenta daño debido a la solicitación mecánica al no existir en él coalescencia de



Fig.2. Microestructuras del revestimiento y del substrato de superaleación AM-3 antes y después de ser sometidos a ensayos de fluencia o de fatiga termomecánica.

cavidades o la presencia de grietas. En el caso de los ensayos de fatiga termomecánica la presencia de grietas es obsevada desde los primeros ciclos como puede verse en la fig 2.g donde se muestra una muestra en la que el ensayo fue detenido a los 250 ciclos. En dicha figura puede distinguirse la presencia de grietas de una longitud bastante importante (60 µm). La evolución de la grieta y sus consecuencias sobre el revestimiento conducen a dos observaciones importantes: 1) la grieta tiene su origen en las solicitaciones mecánicas y no en empobrecimiento del revestimiento. Dicho el empobrecimiento será acelerado por la presencia de la grieta que conduce a una rápida disolución de la fase  $\beta$ alrededor de la misma (fig.2.h) y 2) cuando la progresión de la grieta la lleva a encontrar la interfase substrato/revestimiento, la propagación se realiza entonces paralelamente a la interfase no observandose penetraciones de grietas en el substrato de superaleación AM-3. Veys [3] ha determinado que la temperatura de transición dúctil-frágil (conocida bajo las siglas DBTT de Ductile-Brittle Transition revestimiento NiCoCrALYTa Temperature) del utilizado se encuentra alrededor de los 973 K (700°C) y que por encima de esa temperatura no solo el revestimiento es dúctil sino que además presenta un caracter superplástico. Ello explica el hecho que en los ensayos de fluencia el revestimiento se mantenga suficientemente dúctil y no presente grietas. En el caso de los ensayos de fatiga termomecánica el ciclo ha sido deformaciones que incluyese concebido para importantes por encima y por debajo de la DBTT del revestimiento y a pesar de ello no se observan desconchamientos del mismo.



**Fig.3.** Curvas de fluencia de las muestras protegidas y no recubiertas a carga constante de 140 MPa a una temperatura de 1323 K (1050°C)

Desde el punto de vista del comportamiento mecánico de las muestras, la fig. 3 muestra las curvas de deformación en función del tiempo para los ensayos de fluencia. Dichas curvas indican que las muestras no revestidas presentan una vida en fluencia superior a las muestras protegidas con revestimientos NiCoCrAlYTa; una primera tentativa para la explicación de este resultado puede encontrarse en un trabajo previo de los autores citado como referencia [6].

El análisis de los resultados de los ensayos de fatiga termomecánica muestran un efecto positivo del revestimiento protector puesto que las muestras revestidas presentaron una vida promedio superior a la de las muestras sometidas a ensayo sin revestimiento protector (1276 ciclos contra 824). la naturaleza del ciclo utilizado hace que los valores máximos en tracción y en compresión se encuentren respectivamente a 1023 K (750 °C) y 1223 K (950°C). Tanto las muestras recubiertas como las desnudas presentan un rápido endurecimiento seguido de un estado de saturación, en función del número de ciclos. Este comportamiento es característico de las superaleaciones de base niquel sometidas a fatiga termomecánica. [7,8]. Según Bressers et al. [8] para las condiciones de ensayo

en fatiga termomecánica en las cuales  $\Delta \varepsilon_{max} > 0.8 \%$ 

(en el presente estudio  $\Delta \varepsilon_{max} = 1 \%$ ) el movimiento de las dislocaciones se encuentra confinado a los planos (111) produciendo superficies de fractura paralelas a los planos (111) activos. Este modo de deformación heterogéneo involucra el cizallamiento de los precipitados  $\gamma$ ' lo que produce pares de dislocaciones y la existencia de fallas de empilamiento. Por debajo del valor umbral  $\Delta \varepsilon_{max} = 0.8 \%$  la deformación es homogénea produciendo superficies de ruptura basicamente perpendiculares a la dirección del esfuerzo. La presencia en todos los casos de superficies de fractura inclinadas a 45° con respecto a la dirección [001] (dirección del esfuerzo) parece confirmarr la tesis de Bressers et al.

Un estudio de las superficies de fractura de las muestras en fluencia (fig.4.a-4.c) muestra que las muestras rompen por un multiple agrietamiento que tiene su origen en las microporosidades. Como puede observarse el revestimiento a la temperatura de ensayo es extremadamente dúctil y no presenta agrietamiento alguno.

La fractura por fatiga generalmente ocurre en tres etapas, una etapa I de nucleación y propagación cristalográfica de grietas en la cual se inicia la fractura, una etapa II o de propagación no cristalográfica en la cual una grieta principal se propaga y una etapa III en la cual se llega a una fractura catastrófica de la muestra (generalmente de caracter dúctil) [9]. En los ensayos de fatiga termomecánica de muestras protegidas por un revestimiento NiCoCrAlYTa, la superficie de fractura (fig.4.d) muestra que la rotura se inició en la pared interna de la probeta (pared no protegida). La propagación de la grieta muestra las típicas estriaciones de fatiga propias de la etapa II. El sitio de iniciación de la grieta se encuentra en la superficie de la probeta y observan evidencias de coalescencia no se



Fig.4 Superficies de fractura de las muestras revestidas sometidas tanto a fluencia como a fatiga termomecánica.

de poros de donde puede deducirse que el mecanismo de falla por fatiga es preponderante sobre los mecanismos de falla por fluencia para la condiciones estudiadas; lo cual concuerda con el reciente estudio de Kraft et al.[10].



**Fig.5.** Superficies de fractura de muestras no revestidas sometidas a fatigua termomecánica. La superficie de fractura es típica de una etapa I dado su caracter altamente cristalográfico.

Las muestras no revestidas presentan superficies de ruptura facetadas, siguiendo planos cristalográficos bien definidos, lo que lleva a superficies de fractura similares a las obtenidas por clivaje (fig. 5) La superficie de fractura no presenta estrias de fatiga. Todo ello conlleva a clasificar las superficies de fractura como propias de una etapa I. La razón por <sup>1</sup>a cual las superficies de ruptura de las muestras revestidas y no revestidas difieren no es clara. La preservación del caracter altamente cristalográfico de la superficie de fractura es sin duda debido a la ausencia de discontinuidades tales como los bordes de grano dada la naturaleza monocristalina de las muestras.

# **4. CONCLUSIONES**

Los ensayos de fluencia y de fatiga termomecánica realizados en muestras monocristalinas de superaleación AM-3 conducen a las siguientes conclusiones:

(1) La presencia de un revestimiento LPPS tipo NiCoCrAlYTa en la aleación monocristalina AM-3

disminuye la vida en fluencia y aumenta la resistencia a la fatiga termomecánica para las temperaturas, esfuerzos y ciclos utilizados en el presente estudio. (2) En todos los casos la rotura se inició en el substrato y no en el revestimiento. El mecanismo de rotura en fluencia es debida a la coalescencia de poros que conllevan a la formación de múltiples grietas. En el caso de los ensayos de fatiga termomecánica los mecanismos fundamentales de rotura son debidos a la fatiga y no a la fluencia.

(3) El modo de deformación heterogéneo en fatiga termomecánica propuesto por Bressers et al. [8] que prescribe el cizallamiento de los precipitados de la fase  $\gamma$ ' a lo largo de planos cristalográficos del tipo (111) parece confirmarse para la superaleación AM-3 con un revestimiento LPPS del tipo NiCoCrAlYTa para las condiciones de ensayo utilizadas.

#### 5. REFERENCIAS

[1] P. Au, A.K. Koul y J.P. Immarigeon. "Effect of coatings on the mechanical properties of Ni and Co base superalloys", en Advances in high temperature structural materials and protective coatings (Ed. A.K. Koul, V.R. Parameswaran, J-.P. Immarigeon y W. Wallace) pp.237-261, National Research Council of Canada, Ottawa, Canada. 1994.

[2] R. H. Jeal. "Engine tolerance concepts for critical engine components", Proceedings of AGARD Conference Damage Tolerance Concepts for Critical Engine Components, San Antonio, Texas, USA, pp.1.1-1.12. AGARD -CP-393, NATO.

[3] J-.M. Veys. "Contribution à l'étude de l'influence des revêtements protecteurs sur les propiétés mécaniques des superalliages pour aubes CMSX-2 et COTAC 784", Tesis Doctoral, Universidad de Poitiers.1987.

[4] J. Bressers. "Advanced testing for advanced materials". Innovation & technology Transfer, **15/1**, 21-23 (1994).

[5] R. Castillo y K.P.Willett. "The effect of protective coatings on the high temperature properties of a gamma prime strengthened Ni-base Superalloy". Metall. Trans. **15A**, 229-236 (1984).

[6] A. Sanz, J-. P. Bernadou, P. Monge-Cadet y D. Fournier."The effect of pre-damage treatments on the creep behavior of the NiCoCrAlYTa coated AM-3 single-crystal superalloy in a oxidixing atmosphere". Proceedings of the First International Meeting on High Temperature Coatings, Materials Week, Chicago, USA, (1994). A ser publicados.

[7] J. L. Malpertu y L. Remy "Thermomechanical behavior of a superalloy" Proceedings de Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942, pp 657-671, (1988).

[8] J. Bressers, J. Menigault y T. Rhys Jones. "Termomechanical fatigue of a coated and uncoated Nickel-based alloy", proceedings de Mechanical Behaviour of Materials, Vol. 2, pp 463-468, Kyoto, Japón (1992)

[9] M. Klesnil y P. Lukáš . "Fatigue of metallic materials", tercera edición, Czechoslovak Academy of Science. Praga, Checoslovaquia.(1992).

[10] S. Kraft, R. Zauter y H. Mughrabi. "Aspects of high temperature low-cycle Thermomechanical fatigue of a single crystal Nickel base superalloy", Fatigue Fract. Enging. Mater. Struct., **16**, n° 2, pp. 237-253. (1993).

#### F.J. Estensoro, A. Vega de Seoane y A.M. Irisarri

# INASMET Departamento de Materiales Metálicos c. Portuetxe 12. 20009 San Sebastián.

**Resumen**. Se ha estudiado el comportamiento a fatiga de dos aleaciones moldeadas aluminio-7% silicio con contenidos de magnesio de 0.3 y 0.45 %. La primera de estas aleaciones se analizó en estado de maduración artificial en tanto que la segunda se ensayó tanto en estado bruto de moldeo como tras maduración artificial. Se comprobo la fuerte influencia de los defectos de fundición sobre la vida a fatiga. El tratamiento térmico además de mejorar la microestructura del material incrementa su resistencia mecánica y ejerce un cierto efecto beneficioso en el comportamiento a fatiga. La aleación con mayor contenido en magnesio posee mayor resistencia y unas mejores prestaciones bajo amplitud de cargas elevada pero en condiciones próximas al límite de fatiga la situación se invierte.

Abstract. The fatigue behaviour of two cast aluminium-7% silicon alloys with magnesium content of 0.3 and 0.45 % has been studied. The former was analyzed in the artificial ageing condition while the latter was tested in the as cast and artificially aged conditions. A strong influence of casting defects on fatigue life was observed. Heat treatment not only improves microstructure and increases strength but also induces a certain benefit on the fatigue behaviour. The alloy with the highest magnesium content possesses a higher mechanical strength and a better fatigue behaviour under high loading amplitude although the opposite trend is observed near the fatigue limit.

#### 1. INTRODUCCION

El desarrollo de las aleaciones ligeras continua dominado por las de base aluminio, jugando los materiales moldeados un importante papel. Entre estas aleaciones moldeadas se debe destacar a las de la familia aluminiosilicio que son ampliamente utilizadas por sus excelentes características de moldeo, con una elevada fluidez, buena capacidad de llenado, baja contracción y buena resistencia al agrietamiento [1]. Además estas aleaciones poseen una elevada resistencia frente a la corrosión, especialmente en aquellas en las que no interviene el cobre en su composición, y una baja densidad. Su colabilidad aumenta con el contenido en silicio pero con la contrapartida de una mayor dificultad de mecanizado [2]. Esta excelente combinación de propiedades ha inducido que esta familia de aleaciones sea ampliamente utilizada en automoción, aeronáutica, defensa así como en un número creciente de aplicaciones en que han sustituído a los materiales ferreos o a otras aleaciones ligeras.

Sin entrar en detalle acerca de esta familia de aleaciones, sí conviene señalar que la principal característica del sistema aluminio-silicio es la de presentar un eutéctico para un contenido en silicio del 12.2% [3]. Por tanto, dependiendo del porcentaje en este elemento, las aleaciones se dividen en tres grupos: hipoeutécticas con contenido en silicio entre el 5 y el 10 %, eutécticas con 11 a 13 % de silicio e hipereutécticas que, habitualmente, poseen porcentajes de silicio que se sitúan entre el 14 y el 20 % [4].

Entre las aleaciones moldeadas aluminio-silicio una de las de mayor grado de utilización es sin duda aquella que posee un porcentaje de silicio en torno al 7% con pequeñas cantidades de magnesio (0.2-0.6%) que permite que estas aleaciones sean capaces de experimentar un endurecimiento por maduración.

Las propiedades de estas aleaciones dependen fuertemente de la aparición de defectos de fundición y de la microestructura del material y especialmente de la capacidad de modificar la morfología del eutéctico que en estado bruto de moldeo se halla en forma de placas poliédricas groseras. Entre los primeros se deben destacar los poros de gases, debidos a una difusión incompleta del hidrógeno en el curso de la solidificación, o las cavidades de contracción causadas por la falta de flujo de material al espacio interdendrítico durante la solidificación [5]. La modificación del eutéctico se puede conseguir mediante la adición de pequeñas cantidades de algunos elementos, por la aplicación de un tratamiento térmico o por la acción conjunta de ambas técnicas. Entre los elementos que se han propuesto como modificadores de la microestructura se deben citar el sodio, el estroncio y el antimonio. El primero, empleado tradicionalmente, presenta el inconveniente de perder su eficacia rápidamente, motivo por el cual ha ido perdiendo popularidad. Sin embargo, el estroncio que mantiene esta eficacia durante periodos más prolongados posee el riesgo de captar hidrógeno durante el mantenimiento a temperatura elevada y la mayor dificultad para lograr su disolución [6]. Finalmente, el antimonio que se ve libre de estos problemas muestra la importante contrapartida del carácter tóxico de sus productos lo cual ha retraído notablemente su uso.

El objetivo del presente trabajo es estudiar el efecto ejercido por los defectos de fundición, la composición química y el estado de tratamiento sobre el comportamiento a fatiga de dos aleaciones aluminiosilicio.

# 2. TECNICA EXPERIMENTAL

La Tabla 1 muestra la composición química de las dos aleaciones empleadas en el estudio.

Tabla I.	Composición	química	de	las	aleaciones
utilizadas					

Åle.	Si	Mg	Mn	Fe	Zn
Al.1	7.0	0.30	<0.05	0.20	< 0.01
Al.2	7.8	0.45	<0.05	0.20	< 0.01
Ale.	Ti	Cu	Sr	Al	
Al.1	0.16	<0.05	0.02	Resto	
Al.2	0.14	< 0.05	0.02	Resto	

Se puede comprobar que la modificación del eutéctico se ha efectuado por medio de estroncio. La mayor diferencia de composición entre ambas aleaciones se halla en su contenido en magnesio si bien se ha observado una cierta diferencia, en torno al 10%, en el porcentaje de silicio que es mayor en aquella que posee más magnesio. Las piezas de donde posteriormente se extrajeron las probetas fueron moldeadas en coquilla y la totalidad de las correspondientes a la aleación Al.1 así como la mitad de la aleacion Al.2 fueron tratadas térmicamente para conseguir la maduración artificial del material. Este tratamiento consistió en una solubilización a una temperatura de 540°C durante 8 horas seguido de una maduración a 170 °C por un periodo de 4 horas. Las probetas pertenecientes a las piezas no tratadas se designaron como Al2B en tanto que las maduradas artificialmente se referenciaron como Al2T, denominaciones que se mantendran a lo largo del presente trabajo.

De cada una de las distintas partidas se mecanizaron dos probetas de tracción y 20 probetas de fatiga así como las correspondientes muestras para el estudio metalográfico mediante microscopía óptica y electrónica de barrido. Las probetas de tracción se ensayaron a temperatura ambiente determinando los valores de límite elástico, resistencia a la tracción y alargamiento a la rotura. Por su parte, los ensayos de fatiga se efectuaron por flexión rotativa, con carga media cero y aplicando diferentes amplitudes de carga hasta la rotura de la probeta o el momento en que esta supere sin fallo los 100 millones de ciclos. Todas estas probetas fueron posteriormente examinadas en el microscopio electrónico de barrido para analizar las distintas facetas presentes en su superficie de fractura.

# 3. RESULTADOS Y DISCUSION

La Tabla 2 recoge los valores promedio obtenidos en el ensayo de cada pareja de probetas de tracción.

Refe.	L.E. (MPa)	C.R. (MPa)	Alarg. (%)
Al1T	208	286	5.5
Al2B	140	240	7.0
AI2T	250	317	6.2

Tabla II. Resultados de ensayos de tracción.

Se aprecia claramente un incremento de la resistencia mecánica conforme aumenta el contenido en magnesio, comportamiento que concuerda con el observado por otros investigadores [7-8]. Sin embargo, contrariamente

a la tendencia mostrada en esos trabajos no se detecta pérdida de ductilidad al aumentar el contenido en magnesio sino que se produce un ligero incremento en el alargamiento a la rotura. Un examen de las probetas de tracción en el microscopio electrónico de barrido revela la presencia de bastantes defectos de moldeo en una de las probetas de la referencia Al1T que conduce a una pobre ductilidad de la misma. Como consecuencia el valor promedio se ve claramente disminuído pasando a situarse por debajo del registrado en las probetas con más magnesio.

El examen metalográfico de las distintas muestras metalográficas pone de manifiesto que, pese a la adición de estroncio, no se ha conseguido una modificación total de la microestructura del eutéctico. Aún se detectan amplias zonas con restos de placas groseras en tanto que en las muestras tratadas estas han desaparecido prácticamente en su totalidad, lo cual justifica la mayor ductilidad de estas últimas. En un trabajo posterior se ofrecerá una descripción más detallada de las microestructuras del material antes y después de la aplicación del tratamiento térmico [9].

Los gráficos de las figuras 1 a 3 ofrecen las curvas de Wöhler, o curvas de amplitud de carga -número de ciclos a rotura, de las referencias Al1T, Al2B y Al2T respectivamente. El examen de estos resultados permite encontrar una explicación a estas fuertes diferencias. En tanto que las probetas que presentan un mejor comportamiento muestran una superficie de fractura que inicialmente presenta un cierto ángulo respecto al eje de la probeta para luego progresar en un plano perpendicular a dicho eje y sin prácticamente ninguna desviación importante aquellas otras que han roto prematuramente ofrecen una superficie de fractura rugosa en que la propagación se ha efectuado uniendo los distintos poros y microrechupes existentes en el material. Las figuras 4 y 5 permiten comprobar este cambio de morfología entre dos probetas ensayadas bajo las mismas condiciones de tensión pero que la segunda posee un numero notablemente mayor de defectos de fundición.

La observación de las superficies de fractura en el microscopio electrónico de barrido no sólo constituye un apoyo a esta explicación sino que además revela la importancia que poseen tanto el número como la situación de los defectos. Efectivamente, los defectos que se hallan en la periferia de las probetas, como por ejemplo el que se muestra en la figura 6, son claramente más nocivos para el comportamiento a fatiga que otros de identicas dimensiones pero situados en el interior de las mismas. Asímismo, la existencia de numerosos defectos, de dimensiones no excesivamente grandes pero muy próximos unos a otros ejerce un efecto sinérgico induciendo una fuerte concentración de tensiones en sus inmediaciones y promoviendo la rotura. Un ejemplo de

esta acumulación de defectos en un area reducida se ofrece en la figura 7.

Sin embargo, en probetas que han superado satisfactoriamente los 100 millones de ciclos establecidos como límite, se aprecian algunos defectos que por sus reducidas dimensiones y situación en el interior de la probeta han sido incapaces de provocar una concentración de tensiones suficiente para inducir la rotura de la probeta (figura 8).

Por su parte, una comparación entre los materiales de las distintas referencias pone de manifiesto las superiores prestaciones del Al2T en condiciones de amplitud de carga elevada. La explicación a este comportamiento se debe buscar en la mayor resistencia de esta aleación frente a la de menor contenido en magnesio. Sin embargo, en condiciones de amplitud de carga cercana al límite de fatiga, la situación parece equilibrarse e incluso resultar favorable a la aleación Al1T.

En cuanto al tratamiento térmico se refiere parece observarse un efecto claramente beneficioso para grandes amplitudes de carga siendo aplicable la explicación arriba dada basada en la mayor resistencia mecánica del material tratado. Este mejor comportamiento de la aleación que ha sido sometida a tratamiento de maduración parece mantenerse en la totalidad de las condiciones de amplitud de carga si bien cuando ésta es baja queda en parte enmascarada por la fuerte influencia ejercida por los defectos de moldeo sobre la vida a fatiga. Este resultado contrasta con la falta de efecto del tratamiento térmico sobre el comportamiento a fatiga de una aleación muy similar señalado por otros investigadores [10]. Sin embargo, en las gráficas del mencionado trabajo también se aprecia una fuerte dispersión de resultados, incluso superior a la encontrada en el presente estudio, debida a la mayor o menor incidencia de los defectos de fundición que puede llegar a oscurecer otras influencias no tan acusadas como puede ser la del tratamiento térmico.

# 4. CONCLUSIONES

- a.- Se ha comprobado el efecto favorable de un incremento en el contenido de magnesio sobre la resistencia mecánica de una aleación aluminio-7% silicio. Asímismo la aplicación de un tratamiento térmico de maduración a la aleación es beneficioso desde este punto de vista.
- b.- La presencia de defectos de fundición en el material condiciona fuertemente sus prestaciones frente a la fatiga llegando a ver disminuída su vida en nada menos que un orden de magnitud. El número, posición y tamaño de estos defectos afectan fuertemente al comportamiento de la aleación.

- c.- La aleación con mayor contenido en magnesio ofrece unas mejores prestaciones bajo solicitaciones de amplitud elevada. Sin embargo, en las proximidades del límite de fatiga la situación se equilibra e incluso llega a invertirse.
- d.- El tratamiento térmico mejora el comportamiento frente a la fatiga del material si bien bajo solicitaciones de baja amplitud este efecto queda enmascarado en gran medida por el debido a la presencia o no de defectos en las probetas.

## 5. AGRADECIMIENTO

Los autores desean expresar su agradecimiento al Gobierno Vasco por la ayuda prestada al Proyecto de Investigación del cual se ha extraído el presente trabajo.

# 6. REFERENCIAS

- Paray F. y Gruzleski J.E. Cast Metals Vol 7, N° 1, 29-40 (1994)
- [2] Cambronero D. "Aleaciones de Aluminio para Moldeo". INASMET (1994).
- [3] Massalski T.B. "Binary Alloy Phase Diagrams". 165. A.S.M.Materials Park Ohio (1986).
- [4] Bäckerud L, Chai G. y Tamminen J. "Solidification Characteristics of Aluminium Alloys". Vol 2 Foundry Alloys: 25-38. A.F.S. (1991).
- [5] Skallerud B., Iveland T. y Härkegard G. Engn. Fract. Mech. Vol 44. N° 6, 857-874 (1993).
- [6] Kashyap K.T., Murali S., Raman K.S. y Murthy K.S.S. Mater. Sci. Tech. Vol 9, 189-203 (1993).
- [7] Harris R.C., Lipson S. y Rosenthal H. Trans AFS Vol 64, 470-481 (1956).
- [8] Murali S., Raman K.S. y Murthy K.S.S. Cast Metals Vol 4, N° 1, 31-36 (1991).
- [9] Estensoro F.J., Vega de Seoane A. e Irisarri A.M. "Efecto del Tratamiento Térmico sobre la Microestructura, Resistencia Mecánica y Comportamiento a Fatiga de una Aleación Moldeada Aluminio-Silicio". Tratermat 95. San Sebastián (1995).
- [10] Couper M.J., Neeson A.E. y Griffiths J.R. Fat. Fract. Engng. Mater. Struct. Vol 13 N° 3, 213-227 (1990).

# 7. FIGURAS



Fig. 1. Curva amplitud de carga-número de ciclos a rotura referencia Al1T.



Fig. 2. Curva amplitud de carga-número de ciclos a rotura referencia Al2B.



Fig. 3. Curva amplitud de carga-número de ciclos a rotura referencia Al2T.



Fig. 4. Superficie de fractura. Probeta aleación Al2B. (x50).



Fig. 5. Superficie de fractura. Probeta aleación Al2T. (x50).



Fig. 6. Micrografía M.E.B. Defecto en la periferia Aleación Al2T. (x250).



Fig. 7. Micrografía M.E.B. Acumulación de defectos en un area reducida. (x100).



Fig. 8. Defecto aislado en el interior de la probeta que no ha intervenido en la rotura. (x100).

# MANIFESTATIONS OF NON-UNIQUENESS OF THE CRACK GROWTH KINETICS CURVE IN ENVIRONMENTALLY ASSISTED CRACKING

## V. Kharin and J. Toribio

#### Universidad de La Coruña (ULC) Departamento de Ciencia de Materiales ETSI Caminos, Campus de Elviña, 15192 La Coruña, Spain

Abstract. This paper describes some manifestations of non-uniqueness of the crack growth kinetics (CGK) curve in environmentally assisted cracking (EAC): crack growth rate (CGR) as a function of stress intensity factor (SIF). Considering the CGK curve as the basic item in the fracture mechanics approach to EAC, one would expect that this concept had an intrinsic character, dependent only on the specific material and environment, but not on other variables. However, attention should be paid to the influence of other factors of mechanical nature: fatigue pre-cracking, overloads, crack tip acuity, initial loading/straining, displacement rate, way of approaching the threshold level or test interruption. Some possible source factors of non-uniqueness are commented.

**Resumen.** Este artículo describe algunas manifestaciones de no unicidad en la curva de cinética de crecimiento de fisuras por corrosión bajo tensión: velocidad de crecimiento de fisuras en función del factor de intensidad de tensiones. Considerando dicha curva como el elemento básico de la mecánica de fractura en ambientes agresivos, cabría esperar que este concepto tuviese carácter intrínseco, dependiente sólo del material y ambiente específicos, y no de otras variables mecánicas. Sin embargo, debe prestarse atención a la influencia de otros factores de naturaleza mecánica: pre-fisuración por fatiga, sobrecargas, forma del extremo de la fisura, carga/deformación inicial, velocidad de deformación, modo de aproximación al umbral o interrupción del ensayo. Se comentan también algunos factores que potencialmente pueden ser causa de la no unicidad.

# 1. INTRODUCTION

One of the main objectives of fracture research is to develop the predictive ability regarding time evolution of damage in a component under mutual influence of loading and particular environmental conditions. As the minimal desired predictive capability, it must be ensured the transferability of laboratory specimen testing data for assessment of crack growths and failures that could occur in structures in service. The efforts to achieve this goal are based on the concept of similitude (cf. [1]). This relies on discovering some representative variables which are capable of matching a diversity of evolutions of cracking process by establishing between them some key configurationindependent inter-relations, which acquire the meaning of constitutive-type equations for material-environment system, and thus must possess uniqueness. In addition, these variables must be susceptible of being practically evaluated (effectively controlled), i.e. either directly measured or calculated in reliable manner.

Phenomenological fracture mechanics —within the framework of its grounding general idea of the autonomy of the crack tip region in loaded solid—provides a set of parameters and their functional relations which are able to characterise and quantify the behaviour of macroscopic cracks in materials, and not just represent particular manifestations of the process in single solids, e.g., laboratory test specimens or specific structural members.

Fracture mechanics approach to characterisation and implementation of environmentally assisted cracking (EAC) into structural reliability assessment codes is based in the general idea that the crack growth rate (CGR) depends solely on the stress intensity factor (SIF) level [2], and the particular idea that a SIF value does exist (threshold level) below which no propagation occurs, or at least a pseudo-threshold level below which CGR is negligible from the engineering point of view, thus permitting an estimation of the safety margin of the particular engineering structure against corrosion phenomena in general, or hydrogen embrittlement in particular.

The key element of this approach is the *crack growth* kinetics (CGK) curve: *crack growth rate* (CGR or v) versus stress intensity factor (SIF or K) This CGK curve is considered to be the law of crack growth reflecting the behaviour of cracks dependent solely on the specific couple material -environment. Therefore, it is not supposed to depend on other variables of mechanical nature such as pre-loading history on the sample or crack tip acuity.

Typical shape of CGK curve has three stages, on the basis of few characteristic values and three distinctive behavioural regions. The curve starts from the point of (apparently) zero crack growth rate with characteristic limit value of SIF for crack non-propagation (stress intensity factor threshold  $K_{th}$  followed by the strongly SIF dependent stage I of CGK curve with sharply increasing CGR. Region II has a moderate variation of CGR, often with nearly SIF independent value of CGR  $v_{II}$ . The last region (III) of CGK curve is again strongly SIF dependent, and it ends when the limit value of crack growth resistance --- fracture toughnessof material  $K_c$  is reached. This corresponds to the onset of postcritical (unstable) crack propagation, and it proceeds with no need of environmental assistance. Therefore, the fracture toughness value  $K_c$  is apparently a material constant unaffected by the environment. For hydrogen assisted cracking (HAC) processes this has experimental confirmation [3].

Both the threshold SIF ( $K_{th}$ ) and the CGK curve<sup>\*</sup> are considered to be the primary material's quantities representing the behaviour of cracks in a specific material-environment system. The former determines the limit condition (maximum SIF, i.e., maximum load for a given crack geometry) for the crack nonpropagation, whereas the latter allows an evaluation of the durations of subcritical crack extension in solids, i.e., structure lives [3,4].

The afore mentioned concepts of fracture mechanics in aggressive environments are supposed to have the *intrinsic character* dependent solely on the specific material and the environment, thus having universal significance for the whole variety of solid-crack configurations and loadings modes. They are commonly adopted as the most valuable and representative characteristics for materials evaluation and for safe load and structure life assessments under certain set of environmental conditions (environmental chemistry, temperature, etc.) [2].

This approach to handle EAC is considered to be well founded and effective. The essential precaution was set up only to ensure simultaneously the mechanical and physico-chemical autonomy of the crack tip region characterisation [4], i.e., with the use of local variables being directly responsible for the situation near the crack tip. In other words, apart from taking care of the proper use of any of the fracture mechanics parameters, SIF in particular, to define the mechanical driving force for crack extension or, accordingly, the self-similar stress-strain state around physical fracture process zone (FPZ) at the crack tip, one should also use appropriate characterising parameters which in the same manner govern environmental action exactly in the process zone, its hydrogenation in the case of HAC [4]. Provided these two preconditions are satisfied, the CGK curve is supposed to acquire an intrinsic character: a unique EAC-resistance curve of a material for specified environmental conditions and, correspondingly, the threshold SIF becomes the physical constant for this material-environment system.

The uniqueness of the CGK curve grants the similitude of the crack tip events and, consequently, of crack behaviours in both test specimens and real structures in service, and thus provides transferability of laboratory testing data and opens the way for reasonable predictions of crack extension under different circumstances. This is very important matter as far as the extent that CGK curve is indeed unique, the fracture mechanics approach to EAC analysis is valid. When uniqueness exists, i.e., crack growth is totally controlled solely by SIF and local environmental variables, then any discrepancy between predicted and observed behaviour should be related to roughness in analysis or experimental scatter, but not due to the concept. Otherwise essential weakness of the concept itself makes the predictions less reliable and calls for more constraints to be imposed on the testing to obtain characteristic values of the crack growth parameters under aggressive environment (cf. [1]).

The vast body of experimental data supports the concept of uniqueness of the CGK curve (see, e.g., comprehensive reviews in [5] for HAC). However, this clear and rather widely used approach have been shown to be not generally valid. Several experimental findings (explained in next sections of this paper) brought doubts concerning the intrinsic character of the mentioned basic quantities, thus showing a limitation of current fracture mechanics treatment of EAC.

Although for the moment the common approach to EAC (and HAC in particular) within the ordinary framework of standard linear elastic fracture mechanics (LEFM) seems to be the best solution of the problem of quantification of this phenomenon, in a lot of observations the non-uniqueness of the CGK curves have been well documented for situations where SIFcontrolled small-scale-yielding (SSY) conditions at the crack tip were maintained. Hereafter the summary of experimental findings is presented concerning the threshold SIF value and CGK curve as a whole.

<sup>\*</sup> It is clear that the idea of CGK curve embraces the notion of threshold SIF as far as the latter corresponds to zero crack growth rate. Nevertheless, this value used to be considered separately for the reasons of importance and convenience and because it has often got individual theoretical and experimental treatment.

# 2. NON-UNIQUENESS OF THRESHOLD SIF Kth

As mentioned above, the threshold SIF value  $(K_{th})$  is usually considered as the constant of the materialenvironment system provided some precautions are maintained regarding procedure of creation of the initial crack during fatigue pre-cracking procedure. Here is followed obviously the analogy with evaluation of standard fracture toughness characteristic of materials  $K_c$ , according to which precracking should be accomplished with maximum SIF value in fatigue cycles  $(K_{max})$  not exceeding the magnitude of  $0.6K_c$ . Correspondingly, to obtain valid  $K_{th}$  values it was supposed to be sufficient to perform the final stage of fatigue pre-cracking with lower cyclic SIF Kmax than expected value of Kth. However, in ulterior paragraphs it is shown a rather complicated dependence of experimental threshold SIF values on the fatigue precracking regime. Thus, the extent to which the threshold SIF is a property of only the material and the environmental influence becomes an open issue.

The observed effects may be summarised as follows:

A1) Fatigue precracking of specimens requires a great deal of attention to ensure that the test results are not influenced by residual plastic regions in the vicinity of the crack tip, particularly for steels with low resistance to stress corrosion cracking [6]. Threshold values are higher when the fatigue precracking SIF (maximum value at the final stage) exceeds the initial SIF in the EAC test.

A2) There is a clear effect of the *fatigue stress intensity* range  $\Delta K$  on the threshold level [7]. For the same value of  $K_{max}$ , lower values of  $K_{th}$  were found for lower magnitudes of the SIF range  $\Delta K$  at the final stage of fatigue precracking. EAC tests were performed using the method of step-wise load rising and specimen holding at constant load, monitoring the maximum value of SIF when crack still remains non-propagating.

A3) The meaning and evaluation of thresholds in EAC was analyzed in previous works [8,9], dealing with the influence of the maximum fatigue pre-cracking SIF  $(K_{max})$  on the threshold SIF  $(K_{th})$ . Results for hydrogen assisted cracking (HAC) demonstrated the influence of the fatigue pre-cracking procedure on the measured threshold. For  $K_{max} = 0.25K_c$ , the threshold stress intensity factor for HAC is  $K_{IHAC} = 0.35K_c$ . For  $K_{max} = 0.50K_c$ , the threshold is  $K_{IHAC} = 0.58K_c$ .

A4) The influence of the maximum fatigue precracking SIF (K<sub>max</sub>) on the threshold SIF for localized anodic dissolution (LAD) was also analyzed [8,9]. For  $K_{max} = 0.25K_c$ , the threshold stress intensity factor for LAD is  $K_{ILAD} = 0.75K_c$ . For  $K_{max} = 0.50K_c$ , the threshold is so high that even for  $K_I = 0.95K_c$  no propagation can be detected, which means that the EAC process is negligible in this case, thus emphasizing the very important role of fatigue pre-cracking conditions ( $K_{ILAD} \approx 0.96 K_c$ ). A5) The other manifestation of non-uniqueness of the  $K_{th}$  value for given environment-material system is the effect of *overloads* [10,11] happened before or during the environmentally assisted cracking test. The higher the value of SIF produced by an overload, the more increase in the subsequently determined stress intensity threshold. This is consistent with the afore mentioned  $K_{max}$ -effect.

A6) The influence of *crack tip radius* on the threshold SIF for EAC was analyzed in [12,13], where strong variations in the threshold SIF were found for different values of the crack tip radius, which denotes the role of crack tip acuity in the initiation and development of the EAC process.

A7) The influence of *initial loading or straining* conditions (initial K/CTOD) on  $K_{th}$  is not clear, since threshold value fit into the same scattering band for different values of initial SIF [14]. However, such a band is unacceptably wide, which seems to denote some kind of mechanical action —not purely environmental— on the threshold value. This effect could be related with the crack tip acuity, residual stresses or crack tip plasticity.

A8) It was experienced [15] the dependence of  $K_{th}$  values on *the way of its approaching in tests*. Namely, the tests performed with step-wise load rising (*crack initiation* techniques, where the EAC was approached from the lower values of sustained applied SIF) provided lower  $K_{th}$  values than experiments performed using *crack arrest* technique during which threshold is achieved in the course of EAC process in specimens with diminishing K(l) values, i.e. it is approached from the greater SIF magnitudes.

A9) The effect of crack tip opening displacement (CTOD) rate on crack propagation in ductile alloyaqueous environment systems was analyzed in [16]. It follows that the commonly quoted values of stress intensity threshold for the onset of environmental enhancement of cracking, apply only to static load conditions, and if there is a superimposed dynamic load then  $K_{th}$  will decrease, i.e., the faster the loading rate the lower the threshold value.

A10) Threshold SIF is extremely influenced by the *externally-applied displacement rate* (which can be expressed in the form of CTOD rate). As a general trend, the faster the displacement rate the higher the threshold value [14], which is consistent with an explanation based on pure kinetics of environmental attack at the crack tip and contradicts previous paragraph. A characteristic displacement rate seems to exist at which there is transition from very low to rather high threshold values.

One comment should be made regarding kinematic concepts. Externally applied displacement rate is only a control variable in any EAC test. The relevant variable is the local strain rate at the crack tip, since this is the exact location where the EAC- process happens [17].

# 3. NON-UNIQUENESS OF CGK CURVE v = v(K)

Alike regarding threshold SIF value for EAC, there are several experimental observations which demonstrate clearly the failure of the uniqueness of the CGK curve as the representative of the cracking behaviour in the given material-environment system. This absence of uniqueness of CGK curve have been demonstrated for different materials in various environments in the whole range of SIF variation, from threshold value to critical SIF (or fracture toughness). They may be summarised as follows.

B1) A discovered factor able to produce non-uniqueness of CGK curves is the *effect of pre-cracking procedure* [8,9]. Increasing of the maximum SIF  $K_{max}$  at the final stage of fatigue pre-cracking procedure causes decelerating effect on crack propagation, thus affecting the *whole* CGK curve and modifying the microscopic crack growth topographies. This conclusion is valid for both HAC and LAD.

B2) Experimental CGK curves display dependence on *preliminary loading in air* [18]. Holding of the specimen at some initial applied value of SIF  $K_0$  without action of environment was found to cause systematical shifting of the CGK curve in the direction of diminishing of CGR with rising duration of this pre-holding under load.

B3) The effect of *initial crack tip acuity* (crack tip radius and blunting effect) on the crack growth rate under sustained load in environmentally assisted cracking is analyzed in reference [19], showing a non negligible effect on the whole CGK curve, produced by mechanical and geometrical factors.

B4) CGK curves for the same material-environment combination may display systematic variations depending on the *initial value of SIF*  $K_0 > K_{th}$  at the onset of particular EAC test run [18,20]. In typical behaviours of this phenomenon, in contrast to the idea of uniqueness of CGK curve, the shape of the v-Kcurve transforms significantly. It shifts to higher crack velocities at the same SIF values if EAC tests started with greater values of initial applied SIF.

B5) Similarly to the threshold analysis, the influence of *initial loading/straining conditions* (initial K/CTOD) on the CGR ( $\nu$ ) is not clear, since  $\nu$  values fit into the same scattering band for different values of initial SIF, although a slight effect can be detected, so as CGR values are a little bit higher for the lower values of initial SIF [14].

B6) With regard to the influence of *crack tip opening displacement (CTOD) rate* on the whole CGK curve, previous work in ductile alloy-aqueous environment systems [16] showed that an increase of loading rate produces an elevation of the CGK curve in general, and therefore a raise of the plateau-value the CGR, i.e., that corresponding to region II.

B7) Another related effect can also be described [14]. CGR is extremely influenced by the externally-applied displacement rate (which can be expressed in the form of CTOD rate). As a general trend, the faster the displacement rate the higher the plateau-value of the CGR, this conclusion being valid for both ultra-slow and fast tests, although for medium-speed tests the trend could be the opposite.

B8) Another clear manifestation of nonuniqueness of CGK curves is given by *interruption of EAC tests* with recess periods of both mechanical loading and environmental influence [18]. EAC tests started with some value of initial applied SIF  $K_0$  were interrupted at some point S with SIF  $K_S$ , and then were renewed with the same value of initial SIF  $K_0$ . This fact produced significant diminishing of the CGR in the whole range of SIF variation, i.e. even after exceeding the value  $K_S$  of termination of preliminary cracking stage and out of the region of influence of primary plastic zone.

This appears to be even more striking if we take into account that these behaviours are not limited only to the crack propagation within specific (extraordinary) plastic zone produced by overloads or other peculiarities of the immediate pre-history of plastic zone formation during particular runs of EAC, but has a definitive influence on the *whole* subsequent crack propagation.

# 4. SUPPOSED SOURCE FACTORS OF CGK CURVE NON-UNIQUENESS

The previous observations may be summarised as follows. CGK curves v = v(K) as a whole and threshold SIF values  $K_{th}$  in particular are able to vary significantly due to different cracking pre-histories (e.g., pre-EAC fatigue cracking regimes) and because of different paths of the proceeding of EAC itself Spectacular manifestations are several times increase of the apparent threshold SIF for HAC due to fatigue precracking with high values of the top SIF  $K_{max}$  of zero-tension cycles and overload retardation effects on HAC proceeding. Different crack growth rates may be experienced under the same K value depending on the tendency of SIF variation with crack extension, i.e., the sign of the gradient dK/dl during particular course of EAC in general (or HAC in particular). As a matter of fact, this indicates that common fracture mechanics approach is not fully capable of treating crack growth processes that can occur in service. Because of these findings the extent to which the threshold SIF and CGK curve are material properties becomes currently an open issue which requires further research. Next paragraphs try to offer a preliminary search of supposed source factors of CGK curve non-uniqueness.

# 4.1. Mechanical factors

1. The basic assumption of fracture mechanics is violated for growing cracks: self-similar single-parameter controlled stress-strain fields exist only when

inelastic region is contained within an annular zone surrounding the crack tip. In fact, a growing crack leaves a wake of residual plasticity behind it, the previous condition cannot be satisfied.

2. For SSY conditions and under the same SIF, stressstrain state for stationary and growing cracks can differ from each other. For growing crack in comparison with stationary crack, stress concentration rises and strain concentration diminishes.

3. Fatigue pre-cracking conditions (previous history of loading) clearly affect the ulterior EAC behaviour, due to such a factors as plastic zone size, compressive residual stresses and crack tip acuity (initial CTOD).

#### 4.2. Environmental factors

1. Electrochemical conditions at the crack tip are characterised with specific values of local pH and potential at the crack tip. Hydrogen assisted cracking and localized anodic dissolution can act simultaneously, which may alter crack tip bluntness and affect the stress-strain field, thus affecting the overall EAC process.

2. Some important variables of environmental nature are hydrogen-related factors, since hydrogen can be present at very different electrochemical conditions at the crack tip. Hydrogen diffusion coefficient and hydrogen solubility can change with dislocation density, and thus it is dependent on the accumulated plastic strain in the vicinity of the crack tip.

3. The effect of pre-cracking procedure ( $K_{max,...}$ ) may be significant on crack width (crack closure factor), and therefore on crack tip chemistry and thus on local electro-chemical conditions. Environmental conditions in the channel of the crack are described by charge-mass transport equations containing the crack width as one of the governing parameters to control local pH and potential at the crack tip.

# 5. CONCLUDING REMARKS

Errors can appear in determination of the basic EACresistance characteristics of materials, and what is worst, these errors can lead to non-conservative estimates of structural strength and life. And conversely, the possibility of slower crack growth under nominally the same intensity of stress-strain state near a crack tip indicates existence of a potential reserve of toughness that can be exploited. Thus, some benefits may be expected regarding improvement of structural performance with the use of crack-retardation phenomena.

Therefore, a need arises for re-assessment of the basic ideas of EAC quantification. This calls for more detailed analysis and modelling of the phenomenon, identifying potential origins and extents of variability of crack behaviour under nominally equivalent conditions. The contribution to a better understanding of the meaning of conventional approaches, together with the sources of their breakdown, clarifying the limits of validity and discovering the ways of improvement of testing and evaluation should be welcome, both from the scientific point of view and for practical and economical reasons.

#### Acknowledgements

This work was funded by the Spanish DGICYT (Grant CE94-001) and *Xunta de Galicia* (Grant XUGA 11801A93). One of the authors (V. Kharin) is also indebted to the Spanish Office of NATO Scientific Affairs Division for supporting his stay as a Visiting Professor at the University of La Coruña (Spain).

# 6. REFERENCES

- [1] Kanninen M.F., and Popelar, C.H. Advanced Fracture Mechanics, Oxford Univ. Press, New York (1985).
- [2] ASM Metals Handbook (Vol. 13: Corrosion). ASM, Metals Park, OH (1987).
- Panasyuk, V., Andrejkiv, A., and Kharin, V., "Theoretical analysis of crack growth in metals under hydrogen effect", Soviet Materials Science, 17 (4), pp. 61-75 (1981).
- [4] Panasyuk, V., and Kharin, V., "The influence of hydrogenating environments on crack propagation in metals", in: Environment Assisted Fatigue, Mech. Eng. Publ., London, pp. 123-144 (1990).
- [5] Nelson, H.G. "Hydrogen embrittlement", in Treatise on Materials Science and Technology, Vol. 25: Embrittlement of Engineering Alloys (Edited by C.L. Briant and S.K. Banerji), pp. 275-359, Academic Press, New York (1983).
- [6] Judy Jr., R.W., King Jr., W.E., Hauser II, J.A. and Crooker, T.W., "Influence of experimental variables on the measurement of stress corrosion cracking properties of high-strength steels", ASTM STP 1049, 410-422 (1990).
- [7] Nikiforchin, G.N., Tsyrulnik, A.T., Timifeev, B.T., Kvasnitsa, R.B. and Fedorova, V.A., "The effect of a preformed fatigue crack tip geometry on the K<sub>ISCC</sub> level", Soviet Materials Sciience, 22 (6), pp. 63-68 (1986).
- [8] Toribio, J., Lancha, A.M. and Elices, M., "Factors influencing stress corrosion cracking of high strength pearlitic steels", Corros. Sci., 35, 521-530 (1993).
- [9] Toribio, J., and Lancha, A.M., "Stress corrosion testing with pre-cracked specimens: influence of the pre-cracking procedure", in ECF10-Structural Integrity: Experiments-Models-Applications (Ed.

K. H Schwalbe and C. Berger), pp. 669-678 (1994).

- [10] Jones, O., in: Fracture'77 (ICF4), **2**, 269, Pergamon Press, Oxford (1977).
- [11] Hanisch, A.H., and Burck, L.H., Corrosion, 38, 330 (1982).
- [12] Chu, W.Y., Hsiao, C.M. and Li, S.Q., "A new engineering fracture toughness parameter  $K_{ISCC}$  ( $\rho$ )", Scripta Metall. 13, 1057-1062 (1979).
- [13] Ray, K.K. and Gao, G.R., "A new test principle for determining threshold stress intensity factor KIEAC in environmentally assisted cracking", Int. J. Fracture 61, R69-R75 (1993).
- [14] Dietzel, W. and Schwalbe, K.-H., "Aplication of the rising displacement test to SCC investigations", ASTM STP 1210, 134-148 (1993).
- [15] Baus, A., Charbonnier, J.C., Lieurade, H.-P., et al, "Etude par la mecanique de la rupture de la tenacite, de la fissuration par fatigue et de la fissuration par corrosion sous contrainte d'aciers a tres haute resistance", Rev. Met., 72, pp. 891-935 (1975).
- [16] Ford, F.P., "Stress corrosion cracking of ironbase alloys in aqueous environments", in Treatise on Materials Science and Technology, Vol. 25: Embrittlement of Engineering Alloys (Edited by C.L. Briant and S.K. Banerji), pp. 235-274, Academic Press, New York (1983).
- [17] Toribio, J., "The use of precracked and notched slow strain rate specimens", ASTM STP 1210, 105-122 (1993).
- [18] Romaniv O., and Nikiforchin, G., Mechanics of Corrosion Fracture of Engineering Alloys, Metallurgiya, Moscow (1986); in Russian.
- [19] Walter, R.J., and Chandler, W.T., "The role of crack blunting in sustained load crack growth", Scripta Met., 13, pp. 975-976 (1979).
- [20] Romaniv, O.N., Nikiforchin, G.N., and Deev N.A., "Kinetic effects in the mechanics of delayed fracture of high strength alloys", Soviet Materials Sciience, 12 (4), pp. 9-24 (1976).

# PREDICCIÓN DE VIDA EN UN MONOCRISTAL DE BASE NÍQUEL EN CONDICIONES DE FATIGA TERMOMECÁNICA

## M. Arana, J.M. Martínez Esnaola y M. Fuentes

# Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT) Paseo Manuel de Lardizábal, 15, 20009 San Sebastián

у

# Escuela Superior de Ingenieros Industriales, Universidad de Navarra Paseo Manuel de Lardizábal, 13, 20009 San Sebastián

**Resumen.** En esta comunicación se presenta un modelo de vida basado en leyes de propagación de grietas para ensayos de fatiga termomecánica (TMF) -135° fuera de fase en un monocristal de base níquel. El modelo se basa en la definición de una grieta característica que represente el comportamiento general de las grietas de cada ensayo. Los mecanismos de daño que se consideran determinantes del crecimiento de la grieta característica son la oxidación y la fatiga. La influencia de los mecanismos de daño en la propagación de la grieta se confirma a través de observaciones experimentales. La evolución de la grieta característica obtenida a través del modelo reproduce la evolución general de las grietas en ensayos de TMF y es capaz de ajustar las vidas obtenidas experimentalmente con una razonable precisión. El modelo a su vez explica las diferencias en vida encontradas entre los ensayos sobre probetas con y sin recubrimiento.

Abstract. In this paper an approach based on crack propagation laws is developed to predict life in a single crystal nickel base alloy under -135° out-of-phase TMF tests. The model is based on the definition of a characteristic crack which represents the general behaviour of the TMF cracks in each test. The propagation mechanisms considered in the model are oxidation and fatigue. The influence of each damage mechanism on crack propagation is confirmed by experimental observations. The evolution of the characteristic crack obtained in this approach reflects the general trend of the TMF cracks and is able to fit the experimental lives within a factor of two. The model also explains the differences in life between coated and uncoated samples.

#### 1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de fatiga termomecánica empezaron a tomar importancia a mediados de los años 70 como respuesta a la necesidad de investigar la degradación microestructural a la que se ven sometidas las piezas de maquinaria de combustión.

En este tipo de condiciones, los componentes se ven sometidos a cargas térmicas y mecánicas que interactúan dañando el material de forma distinta a que si cada una de las cargas, térmica y mecánica, se impusiera de forma independiente.

La fatiga termomecánica (TMF) se define como la imposición simultánea de ciclos térmicos y mecánicos,

en general con una misma frecuencia, sobre una probeta. Dependiendo del desfase que se imponga entre los dos ciclos la respuesta mecánica del sistema, los mecanismos de daño y, por lo tanto, la vida de la probeta pueden variar de forma significativa. Según este desfase, los ensayos de TMF se clasifican en:

- ensayos en fase (desfase de 0°, simultaneidad de tensiones y temperaturas máximas).

- ensayos fuera de fase (desfase de 180°), en el que la deformación máxima se produce a la temperatura mínima y viceversa.

- ensayos de diamante, (desfase intermedio entre 0 y 180°), llamados así porque el ciclo deformacióntemperatura resultante es un cuadrilátero que puede recorrerse en dos sentidos. Los modelos de vida que se han desarrollado tradicionalmente para ensayos de LCF (Coffin-Manson, Strain Range Partitioning, Método de la energía de histéresis, Modelo de Majumdar y Maiya) son, en condiciones de TMF, difíciles de aplicar. Durante los últimos años han aparecido en la bibliografía diversos modelos de vida específicos para condiciones de TMF [1-3]. Los mecanismos de daño que se toman normalmente en consideración para la modelización de la vida son la fatiga, el creep y la oxidación.

El presente modelo es el resultado de la identificación de los mecanismos de daño y crecimiento de grietas a través de observaciones experimentales en probetas *post mortem* y, durante el ensayo, sobre la superficie de la probeta.

# 2. ENSAYOS DE TMF. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El material ensayado es la superaleación monocristalina de base níquel SRR99, producida por Rolls-Royce plc (UK), típica de los álabes de turbinas de aviación. Sus propiedades mecánicas más características son su buena resistencia a la oxidación y el creep. Dentro de este trabajo, algunas de las probetas llevan un recubrimiento de NiAl de unos 30 µm de espesor que protege al substrato contra fenómenos de corrosión y oxidación.



**Fig. 1**. Ciclo tensión-deformación para ensayos de TMF entre 300-1050°C, -135° fuera de fase.

Dentro de este trabajo, los ciclos térmicos consisten en una carga lineal entre 300°C y 1050°C. Debido a limitaciones físicas del sistema, los 90 s que dura un ciclo se distribuyen 30 en calentamiento y 60 en enfriamiento.

Los ciclos mecánicos se realizan con control de deformación y para diversos rangos de deformación

mecánica (entre 0.5% y 1.2%) estando desfasados con respecto al ciclo térmico -135°. Para cada rango de deformación se han realizado ensayos con dos tipos de ciclos mecánicos, que difieren en la relación de deformación, R = 0 ó  $R = -\infty$ . Los dos tipos de ciclo deformación-temperatura resultantes se ilustran en la Figura 1 para un rango de deformación mecánica del 1%; la dirección en la que se recorre el ciclo está indicada con una flecha. Los ensayos se han realizado en el Institute for Advanced Materials, JRC Petten (Holanda). Los detalles sobre las técnicas experimentales aplicadas pueden encontrarse en la ref. [4].

Durante los ensayos de TMF la evolución del daño sobre la superficie de la probeta se registra periódicamente mediante un sistema automático de vídeo controlado por un PC que barre toda la superficie de ensayo y almacena las imágenes adquiridas para su posterior análisis. Este sistema permite la detección y registro del tamaño de los defectos superficiales que producen el posterior agrietamiento y fallo de la probeta.

# 3. MODELO DE VIDA DE OXIDACIÓN-FATIGA. DESCRIPCIÓN

Este modelo está basado en conceptos de la Mecánica de la Fractura y en él, se considera que en la vida de una probeta de TMF se presentan dos estadios, cada uno de ellos gobernado por un mecanismo de daño: oxidación y fatiga.

El modelo pretende reproducir el comportamiento de las grietas de los ensayos de TMF a través de una grieta característica o equivalente que represente el comportamiento general de las grietas para cada una de las condiciones de ensayo. A través de la historia de esta grieta se reproducen las vidas de las distintas probetas.

Las constantes de las ecuaciones que gobiernan cada uno de los mecanismos de daño se han estimado a partir de algunos de los ensayos de TMF sobre los que se ha realizado una observación más detallada de las longitudes superficiales de grietas a lo largo del ensayo. Por lo tanto, en lo que se refiere a la obtención de las ecuaciones, el análisis que se presenta se puede considerar como una aproximación o un ajuste de un comportamiento. No así las hipótesis que se asumen, que tienen aval experimental y bibliográfico.

A continuación se describen cada uno de los mecanismos que operan en cada estadio y las ecuaciones que representan el crecimiento de esa grieta característica.

# 3.1 La oxidación

El primer estadio corresponde a la iniciación y el crecimiento de una grieta hasta una longitud crítica (grieta corta) gobernado por la oxidación. Se parte de la hipótesis de que el crecimiento de la grieta puede representarse por una ecuación de la forma

$$a = A\sigma_{\max}^{\ \beta} N^{\alpha} \tag{1}$$

donde a es el tamaño de grieta,  $\sigma_{max}$  es la tensión máxima del ciclo y N el número de ciclos ensayados. Esta ecuación tiene dos bases mecanísticas. La primera es que la cinética de la oxidación se ha expresado tradicionalmente a través de una relación potencial respecto del tiempo, cuyo exponente,  $\alpha$ , es 1 cuando se observe una cinética lineal y se presenta cuando el material no ofrece resistencia a la oxidación. Si el material ofrece resistencia a la oxidación, la difusión está controlada por la velocidad de reacción y el exponente toma valor 1/2 [5].



**Fig. 2** Representación esquemática de la iniciación y crecimiento de grietas por oxidación.

El valor de  $\alpha$  se toma igual a 1. La cinética de la oxidación en las aleaciones de base níquel se presenta como linealmente dependiente del tiempo en los primeros estadios de la oxidación, mientras que, para tiempos largos ésta se describe de forma parabólica [5]. Aunque en TMF los tiempo de ensayo son largos, la fractura periódica de la capa de óxido expone de nuevo el material virgen a la atmósfera y la oxidación se reinicializa presentándose siempre una cinética lineal.

Por otro lado, la dependencia de la tensión de pico de la ecuación (1) representa el agrietamiento sucesivo al que puede estar sometido el recubrimiento en condiciones de TMF.

La Figura 2 presenta un esquema del crecimiento de una grieta por oxidación en la que se puede observar la sucesiva ruptura de las capas de óxido. Inicialmente, se forma una capa de óxido (a). Cuando esta capa alcanza un espesor crítico, el óxido se rompe y la grieta se nuclea (b) exponiendo de nuevo a la atmósfera una superficie de metal no degradado que rápidamente se oxida (c). Cuando el espesor de este nuevo óxido supere otro o el mismo valor crítico el óxido se romperá de nuevo (d). El proceso se repite sucesivamente (e, f).

Se debe tener en cuenta que el tipo de ensayo de TMF analizado es especialmente favorable para el agrietamiento del óxido debido a que las tracciones más altas se generan a temperaturas bajas que es precisamente cuando el óxido tiene una ductilidad insuficiente para evitar el agrietamiento. La dependencia de la tensión de pico introduce, por lo tanto, la influencia de la ductilidad de la capa de óxido en el crecimiento de la grieta.

#### 2.1 La fatiga y la transición

La segunda etapa en la vida de la probeta se considera dominada por el crecimiento por fatiga. Numerosos autores han propuesto con anterioridad un modelo basado en una ley tipo Paris para aleaciones de base níquel [1-3, 5] y otros materiales [6] en condiciones de TMF.

En este trabajo se considera así mismo que el crecimiento por fatiga viene dado por una ecuación del tipo

$$\frac{\mathrm{da}}{\mathrm{dN}} = \mathrm{C} \left( \mathrm{K}_{\mathrm{max}} - \mathrm{K}_{\mathrm{CL}} \right)^{\mathrm{n}} \tag{2}$$

donde  $K_{max}$  es el factor de intensidad de tensiones y  $K_{CL}$  es el factor de intensidad de tensiones máximo para el cual los labios de la grieta están cerrados y C y n son constantes a determinar.

Para el cierre de grieta, por su parte, se ha utilizado una expresión de la forma

$$K_{\rm CL} = \frac{B}{\left|\sigma_{\rm min}\right|^{\alpha}} \tag{3}$$

La dependencia de la tensión mínima,  $\sigma_{min}$ , se basa en la idea de que una menor rugosidad en los labios de la grieta disminuye evidentemente los efectos de cierre de grieta y, en consecuencia, cuanto mayor sea la tensión

376

compresiva menor es el cierre de grieta que se produce [7].

La transición entre ambos estadios tiene en cuenta los efectos de grieta corta en el cambio de mecanismo de propagación, por ello, se ha considerado, dentro de este trabajo, que se produce cuando la grieta alcanza un tamaño fijo (del orden de tres o cuatro veces el tamaño microestructural característico) [7].

# 4. ECUACIONES RESULTANTES

Cuando una grieta presenta una transición en el mecanismo de crecimiento tal y como se ha descrito anteriormente, se debe observar un cambio en el comportamiento como el que se ilustra en la Figura 3.



**Fig. 3.** Esquema del comportamiento teórico de una grieta con dos estadios de crecimiento (oxidación y fatiga), tal y como se han planteado en este trabajo.

Para el cálculo de la ecuación de oxidación se dispone de las mediciones en superficie del crecimiento de las grietas detectadas en 6 ensayos de TMF. En la Figura 4 se muestra un ejemplo del comportamiento detectado en los ensayos de TMF. El paralelismo en la transición es significativo.

Se han adoptado estos puntos de cambio en el comportamiento como puntos de transición en el mecanismo de propagación (de crecimiento por oxidación como grieta corta a crecimiento por fatiga). Se ha comprobado que estos cambios en el comportamiento no responden a fenómenos de interacción con el entorno (apantallamientos o coalescencias).

Un análisis de regresión entre los ciclos experimentales en los que se produce la transición y la tensión máxima de cada ensayo para todos los registros de grietas de los 6 ensayos de los que se dispone de información proporciona la siguiente ecuación de oxidación

$$a = \frac{a_{\rm trans}}{3.5 \times 10^{10}} \,\sigma_{\rm max}^{2.58} {\rm N} \tag{4}$$

donde  $\sigma_{max}$  se expresa en MPa, y  $a_{trans}$  y a en las mismas unidades.



Fig. 4. Registros de la evolución del tamaño de grieta en un ensayo de TMF ( $\Delta \varepsilon_m = 1\%$ , R = 0).

El tamaño crítico para la transición en el mecanismo de propagación,  $a_{trans}$ , se calculó como la media aritmética de los tamaños críticos registrados, resultando un valor de 0.288 mm.

El exponente en la velocidad de crecimiento por fatiga de la ecuación (2) se toma igual a 2. Éste es el valor promedio encontrado en los registros de cuatro ensayos significativos. La pre-exponencial y las constantes del cierre de grieta se calcularon por medio de regresiones lineales de los ciclos a fallo separando los ensayos por el modo de iniciación y la presencia o no de recubrimiento para tener en cuenta el frente de grieta que se produce en cada caso [8].

La ecuación de Paris resultante es

$$\frac{da}{dN} = 2 \times 10^{-6} (K_{max} - K_{CL})^2$$
 (5)

donde K está en MPa√m y da/dN en mm/ciclo.

Las ecuaciones del K de cierre,  $K_{CL}$ , que ajustan la vida correctamente son

$$K_{\rm CL} = \frac{3370}{\left|\sigma_{\rm min}\right|^{0.7}}$$
(6)

para las probetas sin recubrimiento y

$$K_{\rm CL} = \frac{139}{|\sigma_{\rm min}|^{0.64}}$$
(7)

para las probetas con recubrimiento, donde los FIT se expresan en MPa $\sqrt{m}$  y las tensiones en MPa.

# 5. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Utilizando las ecuaciones descritas anteriormente se puede predecir la evolución de la grieta característica para diversas condiciones de ensayo (ver Figura 5). Se debe tener en cuenta que unas determinadas condiciones de ensayo (en términos de deformación mecánica) no imponen un crecimiento de grieta unívocamente ya que las ecuaciones de crecimiento se expresan en términos de tensión.

Las Figuras 6 y 7 muestran las predicciones de los comportamientos de la grieta crítica comparados con los registros experimentales para los dos casos extremos:

-Tensión máxima 899 MPa y tensión mínima de -174 MPa ( $\Delta \varepsilon_m = 1\%$ , R = 0, Figura 6).

- Tensión máxima 420 MPa y tensión mínima de -247 MPa ( $\Delta \varepsilon_m = 0.7\%$ , R = -  $\infty$ , Figura 7).

Los resultados, como se puede observar satisfacen las expectativas iniciales del modelo de reproducir el comportamiento general de las grietas.



**Fig. 5.** Evolución del tamaño de grieta predicho por el modelo de oxidación-fatiga para distintas condiciones de ensayo.

Finalmente, la Figura 8 muestra las predicciones de vida para todos los ensayos de TMF -135° fuera de fase. Los ensayos se pueden dividir en cuatro grupos:

- Ensayos sin recubrimiento utilizados (frente de grieta semielíptico) en el análisis para el cálculo de las constantes de las ecuaciones de oxidación y fatiga.

- Ensayos sin recubrimiento no utilizados en el análisis.

- Ensayos con recubrimiento e iniciación tipo línea (grieta de borde) que sólo presentan el estadio de fatiga en su crecimiento y cuyas vidas se utilizaron para el cálculo de las constantes de la ecuación de Paris.

-Ensayos con recubrimiento e iniciación tipo punto (frente de grieta semielíptico) usados en el análisis para el cálculo del cierre de grieta.

Se puede observar una buena correlación entre las vidas predichas por el modelo y las reales, salvo para los dos ensayos que se indican con flechas que presentaron fallo cristalográfico. Solamente dos de los ensayos (de un total de 23) no se muestran en la Figura 8. Para ellos el modelo predice vidas muy largas o FIT de cierre superiores a los aplicados. Estos resultados son consistentes con las observaciones experimentales ya que en estos casos o bien el ensayo se interrumpió antes del fallo o bien el ensayo falló por errores en el sistema.

Es interesante destacar que los ensayos que se realizan sobre probetas con un recubrimiento que las protege de la oxidación presentan vidas inferiores a los ensayos sobre probetas descubiertas, lo que en principio parece contradictorio [4].

El modelo explica estas diferencias considerando un cierre de grieta en las probetas con recubrimiento menor que en las descubiertas. En las probetas recubiertas, la oxidación no es tan grande y la velocidad de crecimiento de la grieta en los primeros estadios es mayor.



**Fig. 6.** Comparación entre el comportamiento real de las grietas y la evolución de la grieta característica según el modelo de oxidación-fatiga ( $\Delta \varepsilon_m = 1\%$ , R = 0).



Fig. 7. Comparación entre el comportamiento real de las grietas y la predicción del modelo de oxidación-fatiga  $(\Delta \varepsilon_m = 0.7\%, R = -\infty)$ .


Fig. 8. Gráfica de predicción de vida según el modelo de oxidación-fatiga para los ensayos de TMF -135° fuera de fase.

Agradecimientos. Esta investigación se enmarca dentro del proyecto Brite-Euram BE3338-89, con financiación de la Comisión Europea, coordinado por Rolls-Royce (UK) y en colaboración con Motoren und Turbinen Union, MTU (Alemania), JRC Petten (Holanda) y el CEIT de San Sebastían. Se agradece también la financiación del CEIT por parte de Rolls-Royce y MTU. Uno de los autores (M.A.) quiere agradecer al Departamento de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco la beca concedida para la realización de su tesis doctoral

## REFERENCIAS

- Rezai-Aria, F. y Rémy, L., "An Oxidation Fatigue Interaction Damage Model for Thermal Fatigue Crack Growth", Engineering Fracture Mechanics 34, 283-294 (1989).
- [2] Neu, R.W. y Schitoglu, H., "Thermomechanical Fatigue, Oxidation and Creep: Part II. Life Prediction", Metallurgical Transactions 20A, 1769-1783 (1989).
- [3] Miller, M.P., McDowell, D.L. y Oehmke, R.L.T, "A Creep-Fatigue-Oxidation Microcrack Propagation Model for Thermomechanical Fatigue", Journal of Engineering Materials and Technology 114, 282-288 (1992).

- [4] Bressers, J., Timm, J., Williams, S.J., Bennett, A. y Affeldt, E., "Effects of Cycle Type and Coating on the TMF Lives of Single Crystal Based Gas Turbine Blade Alloy", en Thermo-Mechanical Fatigue Behaviour of Materials: 2nd Volume, ASTM STP 1263, (Ed. Verrilli, M.J. y Castelli, M.G), American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1995).
- [5] Stragman, T.E., "Thermal-Mechanical Fatigue Life Model for Coated Superalloy Turbine Components", en Superalloys 1992, (Ed. Antolovich, S.D., Stusrud, R.W., Mackay, R.A., Anton, D.L., Khan, T., Kissinger, R.D. y Klarstrom, D.L.) pp. 795-804, The Minerals, Metals & Materials Society (1992).
- [6] Okazaki, M. y Koizumi, T., "Crack Propagation of Steels during Low Cycle Thermal-Mechanical and Isothermal Fatigue at Elevated Temperature", Metallurgical Transactions 14A, 1641-1648 (1993).
- [7] Rodríguez Ibabe, J.M., "Propagación de grietas por fatiga", Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián (1986).
- [8] Arana, M., "Fatiga termomecánica de una superaleación monocristalina de base níquel (SRR99). Comportamiento mecánico y predicción de vida", Tesis Doctoral, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Universidad de Navarra (1995).

## ALEATORIEDAD DEL CRECIMIENTO DE GRIETAS POR FATIGA BAJO CARGAS DE AMPLITUD CONSTANTE

C. Lapetra y J. Domínguez

## Universidad de Sevilla Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales E.T.S.I.I., Avda. Reina Mercedes, s/n, 41012 Sevilla

**Resumen.** El objeto de este trabajo es el análisis de la aleatoriedad de la velocidad de crecimiento de grieta en probetas de aleación de aluminio 2024 teóricamente idénticas, ante las mismas cargas de amplitud constante. Se presentan los resultados de crecimiento de grieta producidos en una serie de 18 ensayos en probetas tipo "compact". Dichos resultados se analizan estadísticamente, aproximándose distintas leyes de crecimiento considerando aleatorios algunos parámetros de las mismas. Entre los resultados obtenidos cabe destacar la influencia del tamaño de grano en los parámetros que definen la variabilidad de la velocidad de crecimiento entre un instante y otro en una misma probeta, al menos en la superficie y la buena representación del proceso aleatorio de crecimiento que se obtiene empleando un modelo de ley cúbica de crecimiento con dos parámetros aleatorios, a la que se suma un proceso aleatorio determinado.

Abstract. The objetive of this paper is to analyse the randomness of the fatigue crack growth in 2024 aluminium alloy compact tension specimens under the constant amplitude loading. Eighteen teoretically identical tests have been carried on. The results have been stadistically analysed and different stochastic fatigue crack growth lams have been fitted. Some interesting results have been obtained. One is the influence of the grain size on the parameters defining, the fatigue crack growth random process measured at the specimen surface. Another is the good aproach produced by adding a random process to a cubic low with two random parameters.

## **1. INTRODUCCION**

Generalmente, el proceso de crecimiento de grieta por fatiga se trata como un fenómeno determinista, considerando constantes los parámetros y variables que gobiernan su evolución. De esta consideración resulta que dos elementos idénticos, con la misma longitud y forma de grieta inicial, sometidos a los mismos estados de carga, sufrirán el mismo incremento de longitud. Sin embargo, la realidad es distinta. Diversas series de ensayos con carga de amplitud constante, realizadas por distintos investigadores manteniendo iguales los principales parámetros que gobiernan el proceso de la fatiga, han permitido comprobar que la curva de crecimiento de cada probeta es distinta [1,2]. Las dispersiones de los resultados de vida a fatiga obtenidos pueden llegar a ser significativas. En ensayos teóricamente iguales, la amplitud de la dispersión de los resultados depende de diversos parámetros. Así, para dos grupos de ensayos realizados con dos materiales distintos, la dispersión no será normalmente la misma. Igualmente, distinto nivel de tensiones o espesor de probeta en cada grupo de ensayos también producirá diferente variabilidad de los resultados del grupo. Cuando la dispersión llega a niveles significativos se hace necesaria la consideración del carácter estadístico de la velocidad de crecimiento de grieta.

En este trabajo se realiza un estudio de la variabilidad de

la velocidad de crecimiento de una grieta ante una carga definida de amplitud constante, obteniéndose un modelo estocástico de crecimiento que representa la aleatoriedad del crecimiento de grietas por fatiga. Para ello, en primer lugar, se ha realizado una serie de ensayos de crecimiento de grieta en probetas obtenidas de una misma placa de aleación de aluminio, manteniendo constantes, en lo posible, todos los parámetros que se considera pueden influir en el proceso. Posteriormente, se han comparado los resultados en forma de registros longitud de grieta-número de ciclos (*a-N*) y de curvas  $da/dN-\Delta K$ , ajustando dichas curvas a modelos conocidos. A partir de estos ajustes, se ha obtenido un modelo estadístico capaz de representar la desviación aleatoria de los resultados respecto a los modelos deterministas.

### 2. METODO DE ENSAYO

Los ensayos se han realizado en una máquina servohidráulica, determinándose la velocidad de crecimiento sobre probetas de aluminio 2024 T-351. El ensayo se ha realizado de acuerdo con el método propuesto por la norma ASTM E 647 - 93, sobre probetas tipo "compact-tension", con W=50 mm y 12 mm de espesor. La medida de la longitud de grieta se ha realizado con un sistema de caída de potencial de corriente alterna (ACPD), registrándose la evolución de la longitud de forma continua mediante un sistema de

adquisición de datos. El número de probetas ensayadas ha sido 18. En todos los casos se ha empleado una carga de amplitud constante con unos valores mínimo y máximo de 900 y 4500 N, respectivamente. La evolución de la grieta se ha controlando en un intervalo de su longitud comprendido entre 17.5 y 29.5 mm.

En la figura 1 se muestran los datos obtenidos en este trabajo. Se representan en ordenadas la longitud de la grieta y en abscisas el número de ciclos ocurridos hasta alcanzar dicha longitud. La figura 2, representa, para las 18 probetas ensayadas, los valores de velocidad de crecimiento obtenida cada 0.1 mm de incremento de longitud. Para la determinación de estos valores se ha empleado el método de la secante. La figura 3 muestra los mismos datos para una de estas probetas.



Fig. 1. Curva de crecimiento de los 18 ensayos



Fig. 2. Curvas de velocidad de crecimiento de lo 18 ensayos.



Fig. 3. Curva de velocidad de crecimiento para 1 probeta.

## 3. MODELO ESTOCASTICO DE CRECIMIENTO

Analizados los valores obtenidos en los gráficos a-N y da/dN- $\Delta K$ , se observa que, respecto a los modelos deterministas, se produce una dispersión en los resultados que, a efectos de análisis, puede separarse en dos partes:

- La primera es responsable de que en dos probetas distintas se produzcan duraciones diferentes del proceso de crecimiento de la grieta. Da origen, por tanto, a distintas velocidades medias de crecimiento en cada ensayo. Como consecuencia de ello, los parámetros de ajuste de cualquier ley de crecimiento determinista, por ejemplo París, serán distintos para cada probeta. Podría denominarse componente de baja frecuencia de la dispersión.
- La segunda componente se manifiesta mediante las variaciones continuas de la velocidad de crecimiento durante el ensayo de una probeta. Ello hace que la curva *a-N* sea irregular en cada uno de estos ensayos. Podría denominarse componente de alta frecuencia.

El modelado de una ley de crecimiento que incluya los aspectos estadísticos puede realizarse mediante la representación de dicha ley por una ecuación del tipo [3,4]:

$$\frac{da}{dN} = f(\Delta K) \ Z(a) \tag{1}$$

donde  $f(\Delta K)$  puede ser es una ecuación de crecimiento igual a las deterministas, por ejemplo París, en la que uno o varios de sus parámetros de ajuste se considera una variable aleatoria, que tomará un valor para cada ensayo: El ajuste de la ecuación de crecimiento a los datos de cada uno de los ensayos producirá una muestra de los parámetros aleatorios. Esta aleatoriedad de los parámetros permitirá representar la variabilidad de baja Tomando logaritmos en ambos miembros de la ecuación (1), se obtiene:

$$\log\left(\frac{da}{dN}\right) = \log f(\Delta K) + \zeta(a)$$
(2)

donde

$$\zeta(a) = \log Z(a) \tag{3}$$

En determinadas condiciones, el proceso aleatorio  $\zeta(a)$ puede considerarse estacionario, gausiano y de media cero. En este caso, estará completamente caracterizado si se conoce su función de autocorrelación  $R_{\zeta}(\alpha)$ , definida por [5,6]:

$$R_{\gamma}(\alpha) = E\left[\zeta(a)\,\zeta(a\!+\!\alpha)\right] \tag{4}$$

Para cada ensayo, si se toman medidas de longitud de grieta y número de ciclos a intervalos constantes de longitud, el valor de  $\zeta(a)$  para una longitud de grieta  $a_i = a_o + i \Delta A$  puede obtenerse particularizando la ecuación (2):

$$\zeta_i = \log\left(\frac{\Delta a}{\Delta N}\right)_i - \log(f(\Delta K_i))$$
(5)

que tendrá media nula si  $f(\Delta K)$  se ajusta por el método de los mínimos cuadrados.

A partir de estos valores, la función de autocorrelación discreta podrá obtenerse mediante la expresión:

$$R_{j} = R_{\zeta}(j\Delta a) = \frac{1}{n-j} \sum_{i=1}^{n-j} \zeta_{i} \zeta_{i+j}$$
(6)

Si el proceso aleatorio  $\zeta(a)$  es estacionario, gausiano y de media cero, la componente de alta frecuencia de la dispersión en dicho ensayo quedará caracterizado conociendo su función de autocorrelación.

Para representar el comportamiento de baja frecuencia en los ensayos realizados se han efectuado ajustes con las leyes de crecimiento de París y cúbica [7] representadas, respectivamente, por las ecuaciones siguientes:

$$\frac{da}{dN} = C\left(\Delta K\right)^n \tag{7}$$

$$\frac{da}{dN} = 10^{(c_1 + c_2 \log(\Delta K) + c_3 (\log(\Delta K))^2 + c_4 (\log(\Delta K))^2)}$$
(8)

En la segunda ecuación se han hecho ajustes considerando la ley monodimensional, con el parámetro a de la ecuación aleatorio y bidimensional, con a y b aleatorios.

#### 4. ANALISIS DE RESULTADOS

Antes de analizar la bondad de los diferentes ajustes de la ley de crecimiento, se ha determinado la variabilidad de la velocidad de propagación en cada probeta, a lo largo del proceso de crecimiento. La variabilidad se ha definido mediante el proceso aleatorio  $\zeta_i$  representado en la ecuación (5) en la que se ha sustituido el logaritmo de la ley de crecimiento  $(log(f(\Delta K_i)))$  por los valores medios de los logaritmos de las velocidades medidas en todos los ensayos. Para ello, a partir de la velocidad de crecimiento para cada longitud  $a_i$  y probeta m, denominada  $(da/dN)_{im}$ , se ha obtenido la media en el conjunto de los 18 registros para cada longitud  $(E[log(da/dN)]_i)$ , expresada:

$$E\left[\log\left(\frac{da}{dN}\right)\right]_{i} = \frac{1}{18}\sum_{m=1}^{18}\left[\log\left(\frac{\Delta a}{\Delta N}\right)_{im}\right] \quad (9)$$

Con lo que  $\zeta_i$  se puede expresar:

$$\zeta_i = \log\left(\frac{\Delta a}{\Delta N}\right) - E\left[\log\left(\frac{da}{dN}\right)\right]_i$$
(10)

Tomando 0.01 mm como intervalo de medida de la longitud de grieta, a partir de la variable  $\zeta_i$  se han obtenido las funciones de autocorrelación definidas mediante la ecuación (6), para los primeros milímetros de crecimiento de cada una de las 18 probetas. La figura 5 presenta una muestra de estas funciones de autocorrelación.



Fig.4. Función de autocorrelación de  $\zeta(a)$  para una probeta.

En esta curva se observa claramente que hay una tendencia cíclica de evolución, produciéndose picos cada, aproximadamente, 0.09 mm. Analizado el tamaño de grano en la dirección de crecimiento de la grieta, ha podido comprobarse que el valor medio es muy próximo a 0.9 mm. Esta forma de la función de autocorrelación viene por tanto determinada por el tamaño de grano.



Fig. 5. Densidad espectral de  $\zeta(a)$  para una probeta.

Este efecto se explica por el tipo de sistema de medida empleado. Debido al efecto "skin", la corriente alterna de alimentación del sistema ACPD se concentra en la superficie de la probeta, lo que origina que las caídas de tensión producidas al crecer la grieta sean debidas a incrementos ocurridos en la superficie. El sistema, por tanto, registra la longitud en un espesor de pocas milésimas desde la superficie libre de la probeta, registrando incrementos locales de longitud, sensibles a la microestructura, más que valores medios, cuya sensibilidad al tamaño de grano será mucho menor.

A la vista de la forma de las funciones de autocorrelación y sus transformadas de Fourier, que representan las densidades espectrales del proceso  $\zeta(a)$  (Figura 5), puede decirse que es próximo a un ruido blanco, al que, al menos en la superficie, se la añade una componente de banda estrecha con período central igual al tamaño medio del grano. Por ello, si se integra la ecuación de crecimiento en un intervalo suficientemente amplio, el efecto de este ruido no alterará prácticamente el valor de la vida. En ese caso, cuando la longitud de crecimiento sea suficientemente grande, no será necesario considerar el efecto de este ruido para incluir la aleatoriedad del crecimiento en el modelo.

A continuación se analizan los resultados obtenidos al ajustar las diferentes leyes de crecimiento mencionadas a los datos de crecimiento para representar las variaciones de baja frecuencia de la velocidad de propagación.

#### Ley de París

Ajustando los resultados de crecimiento a la ley de París, por el método de mínimos cuadrados, se obtiene para cada probeta una recta como la representada en la figura 6. En cada probeta, la recta presenta diferente pendiente y no existe ningún punto común a todas ellas.

Ello quiere decir que los valores de C y n de la ecuación son diferentes para cada caso. En la figura 6 se puede observar que, para bajas velocidades de crecimiento, la recta ajustada predice valores mayores a los reales. Este efecto se aprecia de forma general en los 18 ensayos.

Ello es debido a que la ley de parís no es una buena aproximación para toda la gama de velocidades de crecimiento.

Definiendo los valores de  $\zeta_i$  mediante la ecuación (5), empleando como f( $\Delta K_i$ ) para cada probeta la ley de París ajustada a ella y obteniendo para cada i el valor medio de los 18  $\zeta_i$ , puede obtenerse una estimación de la tendencia de  $\zeta_i$  con  $\Delta K$ . Un registro de otras medias de  $\zeta$  se muestra en la figura 7.

En ella se aprecia más claramente la tendencia general y los errores del ajuste de la ley de París a la velocidad de crecimiento. Esta desviación hace que el proceso aleatorio  $\zeta(a)$  no sea estacionario, apareciendo una componente de baja frecuencia de marcado carácter determinista, que pueden imputarse a la dificultad de la ley de París para aproximar adecuadamente la forma de evolución de la velocidad de propagación con  $\Delta K$ . Ello dificulta la definición de la aleatoriedad de alta frecuencia mediante un sólo parámetro aleatorio a través de su función de autocorrelación.



Fig. 6. Media de los residuos de acuerdo a la ley de París.

A la vista de los residuos producidos con el ajuste de una recta en escala logarítmica, se ha hecho también una aproximación con un polinomio cúbico [5] como el de la ecuación (8). El ajuste se ha llevado a cabo empleando una regresión mínimo-cuadrática en escala logarítmica, obteniendo los cuatro coeficientes del polinomio para el conjunto de todos los registros. El correspondiente a orden cero (a) se convirtió en aleatorio. Considerando una distribución de vida logarítmico-normal [4,8].



**Fig. 7.** Desviación típica de la vida de acuerdo a una ley unidimensional.

Ello produce una distribución normal del parámetro a, parámetro que será independiente de la longitud de la grieta y constante para cada ensayo. Para hacer que la variable a tenga media cero, el ajuste se ha obtenido a partir de la ecuación de crecimiento (8), escrita de la forma:

$$\frac{da}{dN} = 10^{\beta} \ 10^{(a+b\log(\Delta K)+c(\log(\Delta K))^2+d(\log(\Delta K))^3)} = 10^{\beta} \ 10^{f(\Delta k)}$$
(11)

Donde segundo término del segundo miembro es una ecuación determinista que se obtiene por ajuste del conjunto de ensayos. La variable  $\beta$  es aleatoria con distribución normal, de media cero. Su varianza se puede obtener a partir de la de la varianza de la duración del proceso de crecimiento N, como se indica a continuación.

Integrando la expresión (11), la vida puede expresarse:

$$N = \int_{a_0}^{a_0} \frac{da}{10^{\beta} 10^{q(\Delta K)}} = 10^{-\beta} \int_{a_0}^{a_0} \frac{da}{10^{q(\Delta K)}}$$
(12)

Dado que el integrando del tercer miembro, así como los límites de integración son deterministas, la varianza de N será:

$$\sigma^{2}(N) = \sigma^{2}(10^{-\beta}) \left( \int_{a_{\alpha}}^{a} \frac{da}{10^{(\Delta K)}} \right)^{2}$$
(13)

expresión de la que puede obtenerse fácilmente la desviación típica de  $\beta$ , conocida la de N a partir de los resultados de los ensayos y tomando las longitudes inicial y final como límites de integración.

Obtenida la desviación típica de  $\beta$ , aplicando la ecuación anterior para diferentes longitudes finales de la grieta, podría aproximarse la desviación típica de la vida que se produciría considerando distintas longitudes finales de grieta. La figura 8 muestra la evolución real de la desviación típica de N en función de la longitud de grieta considerada como final en los 18 ensayos y la aproximación obtenida por el procedimiento anterior.

El ajuste es muy bueno para vidas no muy bajas, mientras que para éstas se presentan valores experimentales ciertamente mayores que los predichos.

Esto se puede deber a:

- No tener en cuenta la función de autocorrelación de los residuos, cuya influencia es más elevada para vidas cortas. Sin embargo, como se verá más tarde, la función de autocorrelación afecta a una longitud menor que la que se produce la diferencia en este caso.
- Ley de crecimiento inapropiada para velocidades bajas: la ley unidimensional empleada no contempla el cruce de las curvas de crecimiento [8], lo que se traduce en una menor desviación para vidas cortas.



Fig. 8. Ajuste de la media según una ley bidimensional con ruido.

#### Ley cúbica bidimensional

Introduciendo dos parámetros aleatorios, de acuerdo a los trabajos de Ostergaard y Hillberry [8] y considerando distribuciones normales, se llega a unas aproximaciones muy parecidas al caso de un solo parámetro aleatorio. El uso de dos parámetros permite que se produzca el cruce de las curvas de crecimiento. En el caso de uno sólo esto no ocurre, de tal modo que un grieta que empieza su crecimiento de una forma rápida llega a longitudes de grieta elevadas con una velocidad alta. En el caso de dos parámetros aleatorios puede producirse un comienzo de crecimiento lento y posteriormente acelerarse en el final de la vida y viceversa. Los parámetros aleatorios se definen a partir de la ecuación (8), reescribiéndola de la forma:

$$\frac{da}{dN} = C\Delta K^{m} \phi \tag{14}$$

donde

$$C = 10^{c_1}$$

$$m = c_{\gamma} \tag{16}$$

(15)

son los parámetros de la ley de París, y

$$\phi = 10^{(c_3(\log\Delta K)^2 + c_4(\log\Delta K)^3)}$$
(17)

es un factor que le da la forma adecuada a la recta de París para que se adapte a la tendencia real de la curva de crecimiento. Los coeficientes de  $\Phi$  son deterministas y se obtienen ajustando por mínimos cuadrados el conjunto de ensayos.

A continuación, se ajusta para cada ensayo el polinomio cúbico que de el mínimo error cuadrático manteniendo constantes los coeficientes de segundo y tercer orden calculados previamente. Si se representa logC frente a m se observa una clara tendencia de los valores a agruparse en torno a una recta, igual que ocurre cuando se usa como ley de crecimiento la ley de París.

Siguiendo el trabajo de Ostergaard y Hillberry [8] se han definido como variables aleatorias m y F, donde F se calcula como:

$$F = \frac{\hat{C}}{C} \tag{18}$$

siendo logĈ el valor estimado de logC a partir de la recta de regresión a los valores de C y sus obtenidos en los ensayos.

Estas nuevas variables se distribuyen de forma independiente definiendo las dos dimensiones estadísticas del problema.

#### Ley cúbica bidimensional con ruido aleatorio.

Se adopta una ley de velocidad de crecimiento gobernada por los dos parámetros aleatorios anteriores y se multiplica por una muestra del proceso aleatorio  $\zeta(a)$ . A partir de las distribuciones obtenidas para las variables aleatorias se han simulado un conjunto de curvas de crecimiento, determinando a partir de ellas unas estimaciones de las curvas de media y varianza.

Al igual que en casos anteriores la media se ajusta perfectamente a los resultados experimentales (Figura 9).

En este caso la desviación típica se ajusta mucho mejor a las curvas para vidas muy cortas debido al incremento de la dispersión que supone introducir un proceso aleatorio de frecuencia principal alta (11 mm<sup>-1</sup>). (Figura 10).



Fig. 9. Ajuste de la vida de modelo bidimensional con ruido.



Fig. 10. Desviación típica de modelo bidimensional con ruido.

## CONCLUSIONES

A la vista de los resultados anteriores, pueden obtenerse algunas conclusiones, que se exponen a continuación.

- La distribución de vida producida en los ensayos puede aproximarse por una ley de tipo logarítmiconormal.
- b. En cualquier caso, la variabilidad de la vida entre probetas y, para una misma probeta, la variación de la velocidad de propagación de un punto a otro, puede representarse mediante una ley de crecimiento con algún parámetro aleatorio, conjugada con un proceso aleatorio definido a partir de su función de autocorrelación.
- c. Una ley muy sencilla como la de París introduce ciertos problemas para valores bajos de  $\Delta K$ , apareciendo una función de autocorrelación que se atenúa muy lentamente, por lo que es necesario su uso para la estimación de la media y varianza del conjunto incluso para vidas relativamente altas.
- d. La ley cúbica unidimensional, con tres parámetros fijos y uno aleatorio, modela de una forma correcta la media. La varianza es también muy bien modelada, aunque para vidas muy cortas es necesario tener en cuenta el residuo.
- e. La ley cúbica bidimensional introduce una nueva variable de gobierno de la ley de crecimiento. El modelado de estas variables permite reproducir con el modelo el cruce en las curvas de crecimiento observado experimentalmente. La distribución de vida obtenida con este modelo es muy similar a la observada experimentalmente. Sin embargo, la varianza no se adapta significativamente mejor que con la ley semidimensional.
- f. Añadiendo un proceso  $\zeta(a)$  a la ley cúbica bidimensional se mejora apreciablemente la aproximación de la varianza de la distribución de vida, especialmente para cortas duraciones.
- g. La función de autocorrelación de los residuos refleja claramente ciertas variaciones asociadas a incrementos de longitud muy similares al tamaño de grano. Esto se explica por el tipo de medida empleada por el sistema ACPD, donde la lectura se realiza unas pocas centésimas por debajo de la superficie libre.

## REFERENCIAS

[1] Ditlevsen, O., "Random Fatigue Crack Growth-A First Passage Problem", Eng. Frac. Mech. 23, (1986).

- [2] Ditlevsen, O. and Olesen, R., "Statistical Analysis of the Virkler Data on Fatigue Crack Growth", Eng. Frac. Mech. 25, (1986).
- [3] Ghonem, H. and Dore, S., "Experimental Estudy of the Constant Probability Crack Growth Curves under Constant Amplitude Loading", Eng. Frac. Mech. 27, (1987).
- [4] Ortiz, K. and Kiremidjian, A.S., "Stochastic Model for Fatigue Crack Growth Rate", ASME, (1985).
- [5] Ortiz, K. and Kiremidjian, A.S., "Time Series Analysis of Fatigue Crack Growth Rate Data", Eng. Frac. Mech. 24, (1986).
- [6] Ostergaard, D.F. and Hilberry, B.M., "Characterization of the Variability in Fatigue Crack Propagation Data", ASTM STP-798, (1983).
- [7] Tang, J. and Enneking, T.J., "On the Statistical Structure of Fatigue Growth Data", Depart. Civil Eng. Notre Dame, Indiana, (1979).
- [8] Virkler, D.A., Hillberry, B.M. and Goel, P.K., "The Statistical Nature of Fatigue Crack Propagation", J. Eng. Mat. Tech., ASME 101, (1979).

## COMPORTAMIENTO A LA FATIGA DE MATERIALES Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> CON ESTRUCTURAS DUALES

#### J. F. Bartolomé<sup>1</sup>, J. Requena<sup>1</sup>, J.S. Moya<sup>1</sup>, F. Guiu<sup>2</sup>, Ming Li<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Cerámica y Vidrio - CSIC 28500 Arganda del Rey - Madrid <sup>2</sup>Queen Mary and Westfield College University of London Mile End Road, London. E1 4NS, U. K.

**Resumen.** En el presente trabajo se ha estudiado el papel que juegan el titanato de aluminio y el tamaño de grano de la matriz de alumina en la resistencia a la propagación de grietas por fatiga cíclica en compuestos  $Al_2O_3$ - $Al_2TiO_5$ . Se describe la preparación de estos compuestos formados "in situ" con diferente distribución y cantidad de titanato de aluminio y diferente tamaño medio de grano de la matriz de alúmina . Se ha investigado la relación entre el comportamiento del crecimiento de grieta en fatiga cíclica en estos compuestos, y la magnitud de las fuerzas de puenteo desarrolladas cuando las grietas se propaga a velocidades similares.

Abstract. In the present work the role of the aluminium titanate and the grain size of alumina in the cyclic fatigue crack growth resistance of  $Al_2O_3$ - $Al_2TiO_5$  composites have been studied. The fabrication of these "in situ" formed composites with different distribution and quantity of aluminium titanate and different average grain size of the alumina matrix, is described. It has been investigated wheter in these composites exits a similar correlation between the cyclic fatigue crack growth behavior, and the magnitude of the bridging forces developed when the cracks propagate at similar rates.

## 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años ha surgido una nueva estrategia para mejorar el comportamiento mecánico de los compuestos cerámicos, diferenciándose del método tradicional de eliminación de defectos. Esta nueva estrategia es la llamada tolerancia a los defectos.

Se pueden desarrollar materiales resistentes por un buen procesamiento y un refinamiento microestructural [1-3] mejorando la resistencia mecánica en un rango similar a los defectos iniciales que posea el material, pero todavía éste, tendrá una baja tenacidad.

Los avances producidos en estos últimos años, han demostrado un comportamiento de curva R [4-7], es decir, un incrementendo de la resistencia a la propagación de la grieta con el aumento del tamaño de la misma, en cerámicas basadas en alúmina. Este hecho se traduce en una mayor tolerancia a los defectos, siendo la resistencia mecánica independiente del tamaño de los mismos [6,8]. En este tipo de materiales cerámicos, el mecanismo de reforzamiento que opera en el aumento de la tenacidad es el puenteo de granos localizados en la región de la grieta ("grain-localized bridging") [5,9]. Los granos que hacen de puente entre los labios de la grieta están sometidos a una tensión interna de compresión, lo que hace que se produzca un aumento en la tenacidad según la grieta crece (comportamiento de curva R).Este valor de la tenacidad va a depender de factores como el tamaño y forma de los puenteos entre granos, el espacio entre ellos y el campo de esfuerzos residuales que los rodean [10].

Se han utilizado dos métodos diferentes para aumentar este puenteo en cerámicas basadas en alúmina:

#### a) Incremento del tamaño de grano

Este método es efectivo debido al incremento de la distancia de arranque, promoviendo por tanto, la tolerancia al defecto. Esto provoca un descenso de resistencia a pequeños defectos, ya que un aumento en el tamaño de la microestructura también incrementa el espacio entre los granos que hacen de puente (la distancia que la grieta recorre antes de encontrarse un grano es mayor). Esto mejorará la resistencia del material para defectos iniciales grandes, aumentando su tenacidad, y mejorando sensiblemente la tolerancia al defecto [11-14]. Sin embargo, estas mejoras se producen a costa de un descenso en la resistencia para defectos pequeños. La reducción en la resistencia mecánica puede ser dramática, y la existencia de estos defectos en el material puede ser un grave problema.

## b) El esfuerzo residual puede ser aumentado por la adición de una segunda fase con un coeficiente de expansión térmica diferente al de la matriz.

Padture et al. [12,15,16] muestran que el diferente tamaño de grano en la microestructura (bimodal) en estos compuestos de alumina-titanato de aluminio ("duplex"), es relativamente inefectivo en la mejora de la tolerancia al defecto. La adición del titanato de aluminio en un material de alúmina será la responsable de la tolerancia al defecto si comparamos dicho material con materiales cerámicos monofásicos de alúmina. Estas mejoras en la curva R y en las características de tolerancia al defecto de estos materiales son debidas a un aumento en el nivel de esfuerzos residuales. El titanato de aluminio muestra una gran anisotropía en el coeficiente de esperar un nivel máximo de anisotropía de alrededor de un orden de magnitud [17].

En la fatiga cíclica, los efectos del puenteo son particularmente pronunciados en cerámicas que desarrollan resistencia al crecimiento de grieta. Esto hace pensar que el mecanismo responsable del comportamiento de curva R es el mismo que produce la resistencia al crecimiento de grieta en estos materiales [18].

En el presente trabajo se desarrolla un esquema de procesamiento cerámico partiendo de polvos de alúmina y titania para producir mediante sinterización y reacción "in situ" de mezclas de  $Al_2O_3 + TiO_2$  compuestos con una matriz de  $\alpha$ - $Al_2O_3$  y una fase dispersa de  $\beta$ - $Al_2TiO_5$ . El titanato de aluminio se forma por reacción en estado sólido entre  $Al_2O_3$  y TiO<sub>2</sub>. La reacción se produce alrededor de la temperatura eutectoide 1280 °C en el sistema  $Al_2O_3$ -TiO<sub>2</sub> [19-21]. Estos compuestos, según el ciclo térmico utilizado, tienen diferente tamaño de grano de la matriz de alúmina y el  $Al_2TiO_5$  está distribuido de forma homogénea o heterogénea. Se analiza, por tanto, el papel que juegan el titanato de aluminio así como el tamaño de grano de la grieta cuando sometemos al material a fatiga cíclica

#### 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

#### 2.1 Materiales de partida

Los materiales de partida que se utilizaron fueron polvos

submicrónicos comerciales con las siguientes características:

(1) Alúmina (CT 3000 SG, Alcoa, Pittsburg, PA) con un tamaño medio de partícula de 0,5  $\mu$ m, superficie específica de 8 m²/g, análisis químico (% peso) de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (>99,6), Na<sub>2</sub>O (0,1), SiO<sub>2</sub> (0,08), MgO (0,1) y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,03).

(2) Titania (808, Merck, Darmstadt, Germany), con anatasa como fase principal constituyente, un tamaño medio de partícula de 0,4  $\mu$ m y superficie específica de 9 m<sup>2</sup>/g y un análisis químico (% peso) de TiO<sub>2</sub> (>99,8), SiO<sub>2</sub> (0,12) y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,0014).

#### 2.2 Proceso de colaje

Se prepararon diferentes suspensiones acuosas con un contenido en sólidos del 70 % en peso con las siguientes proporciones de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(A):TiO<sub>2</sub>(T): 95A:T5, 90A:T10; con 1 % en peso de polielectrolito orgánico libre de álcalis como defloculante. Un estudio detallado de la optimización de las propiedades reológicas fue desarrollado anteriormente por Wohlfromm et al. [20]. Las suspensiones fueron dispersadas presentando comportamiento pseudoplástico y bajas viscosidades (t<10 mPas) para gradientes de velocidad de 500 s<sup>-1</sup>. El estudio del comportamiento reológico de las suspensiones con diferente contenido en alúmina fué estudiado mediante un viscosímetro de rotación (Haake Rotovisco RV 20, Karlsruhe, FRG). La viscosidad y la tensión de cizalla de las suspensiones fueron determinados para gradientes de velocidad entre 0 y 1000 s<sup>-1</sup>. Todas las medidas fueron realizadas a temperatura constante de 25 °C. Las suspensiones para realizar las medidas de viscosidad, fueron homogeneizadas en un molino de bolas de alúmina de alta pureza durante 4 horas. Antes de realizar las medidas, las suspensiones fueron sometidas a agitación para eliminar las burbujas y posteriormente se colaron sobre moldes de escayola obteniendo barras cilíndricas (6mm de diámetro y longitud de 70 mm) y placas (15 x 70 x 70 mm). Las muestras fueron calcinadas en aire en un rango de temperaturas entre 1300 °C y 1600 °C. La densidad de los materiales fué medida usando el método de Arquímides con mercurio como medio de inmersión.

El análisis cuantitativo de las diferentes fases fue determinado mediante DRX siguiendo el método de Klug y Alexander [22].

#### 2.3 Ensayos mecánicos

La resistencia a la flexión,  $\sigma_f$ , fué determinada mediante ensayo de flexión en tres puntos sobre barras cilíndricas con un diámetro de  $\approx 5$  mm usando una maquina universal Instron. El ensayo se realizó con una velocidad de aplicación de carga de 0,01 cm/min y una separación entre apoyos de 50 mm. El factor de intensidad de tensiones, K<sub>IC</sub>, fue determinado sobre superficies pulidas mediante indentación Vickers [23]. El módulo de Young se obtuvo a partir de las pendientes de las curvas tensión-deformación. En el ensayo de fatiga se utilizaron probetas tipo "Wedge opening loaded" (WOL). La morfología y dimensiones se pueden ver en la figura 1. Estas probetas WOL fueron mecanizadas a partir de las placas sinterizadas, consiguiéndose un material uniforme. Antes de realizarse el ensayo, las probetas fueron pulidas por una cara hasta 1 µm. Se hizo una entalla en la probeta con un disco de diamante de 0,7 mm de espesor. Esta entalla tiene en todos las probetas una longitud a/w  $\approx 0,1$ .



**Fig. 1.** Geometría y dimensiones de las probetas WOL utilizadas en el ensayo de fatiga.

El ensayo de fatiga se llevó a cabo en una máquina servohidráulica MAYES, que había sido cuidadosamente alineada con una frecuencia de carga sinusoidal de 10 Hz controlando la carga. Todo el ensayo de fatiga se realizó a temperatura ambiente y con una humedad relativa entre el 50 y 60 %. Para mantener un buen alineamiento y rigidez, la probeta fue montada usando sujeciones que fueron introducidas y pegadas en los agujeros de la probeta sometiéndola a una pequeña carga en tensión. Durante el ensayo el radio de carga,  $R=P_{min}/P_{max}$ , fué R=-1 (tensión compresión).

Se situó una galga cerca de la entalla, para medir el desplazamiento de apertura de la misma. La sensibilidad de esta galga usada junto a un palpador Wayne-Kerr fué de 0,2  $\mu$ m/mV. Las curvas de carga-desplazamiento fueron obtenidas con intervalos periódicos durante el ensayo en un registrador gráfico X-Y con una resolución de alrededor de 0,1  $\mu$ m. Para reducir los errores producidos por las diferencias existentes entre la medida de carga y la del desplazamiento, las curvas de carga-desplazamiento fueron trazadas con una frecuencia menor a 0,1 Hz de la usada para el ensayo de fatiga. Las longitudes de grieta fueron medidas durante el ensayo mediante un microscopio móvil con una resolución de 5 $\mu$ m y monitorizadas continuamente en una pantalla de televisión.

# **3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

Se utilizaron dos diferentes ciclos térmicos: a) 1600 °C 2 horas con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de 5 °C/min (ciclo I) y b) 1300 °C 20 horas - 1500 °C 1 hora con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de 5 °C/min (ciclo II).

La microestructura de las probetas fué estudiada en secciones pulidas y atacadas térmicamente a 1200 °C en aire durante una hora, usando un microscopio óptico de luz reflejada y un microscopio eléctronico de barrido (MEB). Las micrografias obtenidas mediante electrones retrodispersados (Fig. 2) muestran el efecto dramático del ciclo térmico en la morfología del titanato de aluminio [24]. En la muestra sometida a dos palieres a más baja temperatura, se forman un determinado número de núcleos de titanato de aluminio dando lugar a aglomerados grandes y bien texturados con un tamaño medio de partícula de 50 µm y formados por cristales individuales (A90I). Por el contrario, cuando la muestra es sometida a alta temperatura (1600 °C) con un sólo palier, se forman un gran número de núcleos dando lugar a pequeños granos policristalinos no texturados de titanato de aluminio con un tamaño medio de partícula de  $\approx 10 \,\mu\text{m}$  como se observa en la muestra A90II. En la composición A95, la morfología de la microestructura es similar, pero en el caso de la A95II el número de aglomerados formados es sensiblemente menor. El tamaño medio de la matriz de alúmina ha sido determinado usando un método de intersección lineal [25] en micrografías de MEB representativas. El tamaño medio de los granos de la matriz de alúmina es mayor en el caso de las muestras calcinadas según el ciclo I. En el caso de la A95I es = 15  $\mu$ m y para la A90I de  $\approx$  10  $\mu$ m. Para el ciclo II los valores son de  $\approx 6 \ \mu m \ y \approx 7 \ \mu m$  para la A95II y la A90II respectivamente. Las micrografías de MEB de las superficies de fractura (Fig. 3), muestran claramente la diferencia del tamaño de grano de la matriz de alúmina como se puede apreciar en la Tabla 1.

## 3.3 Crecimiento lento de grieta por fatiga

La figura 4 muestra las gráficas de la longitud de grieta normalizada (con la entalla) y la carga cíclica frente al número de ciclos de fatiga. En todos los casos las amplitudes de carga han sido elegidas para conseguir una velocidad de crecimiento razonable. Esta carga fue reducida cuando la velocidad de propagación de grieta aumentaba rápidamente, para estabilizar su crecimiento, consiguiendo así realizar la mayor cantidad de medidas posibles. Bajo una amplitud de carga constante las grietas tienden a disminuir su velocidad hasta detenerse. Esto es una prueba evidente de que desarrollan resistencia al crecimiento de grieta. La carga debe ser aumentada para que la grieta reanude su crecimiento.

Las gráficas del doble logaritmo de da/dn frente al valor máximo del factor de intensidad de tensiones aplicado,  $K_{max}$ , se muestran en la figura 5. Los resultados han sido obtenidos



**Fig. 2.** Micrografias obtenidas mediante electrones retrodispersados correspondientes a: (A) A90I y (B) A90II. A: alumina, T: titania, AT: titania de aluminio.



Fig. 3. Micrografias de superficie de fractura correspondientes a: (A) A90II, (B) A90I, (C) A95II y (D) A95I.

según la ley de Paris (1):

$$da/dN = A \cdot (K_{max})^n \qquad (1)$$

donde A y n son constantes del material. Los valores del exponente n oscilan entre 5 y 13 (Fig. 5).

El mayor responsable de la tenacidad, o de la resistencia a la propagación de grietas, en cerámicas basadas en alúmina es la presencia de ligaduras, puentes en los labios de grieta, en forma de asperezas enganchadas, granos rotos, granos. alargados incompletamente arrancados y regiones de desajuste cerca de la punta de grieta [9, 26-28]. Algunos de estos puenteos pueden ser debidos, particularmente en alúmina, al efecto de esfuerzos residuales resultantes del grado de anisotropía del material cuando se enfría [10,30]. Incorporar a estos materiales una segunda fase de B-titanato de aluminio dentro de una matriz de a-alúmina aumentará este efecto de esfuerzos residuales. El titanato de aluminio es un compuesto singular que posee un coeficiente de dilatación muy pequeño (  $\alpha$  = -1 x 10<sup>-6</sup> °C) y un bajo módulo elástico ( E = 20 GPa) comparado con los correspondientes a la  $\alpha$ -alúmina ( $\alpha = 8 \times 10^{-6}$  °C, E = 380 GPa). La anisotropía debida al diferente grado de expansión térmica del titanato de aluminio cuando se añade a una matriz de alúmina es por tanto extremadamente alto.

Estos puenteos producen tracciones de cierre en los labios de la grieta y generan un "factor de intensidad de tensiones de puenteo" negativo,  $K_{i_p}$  y una reducción en la velocidad de propagación de grieta. El factor de intensidad de tensiones real o efectivo en la punta de grieta,  $K_{i_p}$ , es igual a la diferencia entre el valor del factor de intensidad de tensiones,  $K_{j_p}$  dependiente de la carga aplicada y el valor de

K<sub>b</sub>, es decir (2):

$$K_{tip} = K_a - K_b$$
 (2)

Teniendo en cuenta que este tipo de puenteo está relacionado con aspectos microestructurales y esfuerzos residuales, es razonable pensar que la magnitud de las tracciones de los puenteos, y por tanto  $K_b$ , dependerán de la morfología y tamaño de grano de la alúmina y de la distribución y cantidad de titanato de aluminio. Por tanto se puede establecer un estrecha relación entre el tamaño medio de grano, la resistencia a la propagación de grieta y la tenacidad de fractura en cerámicas basadas en alúmina [11, 27, 30].

Cuando las grietas son cortas (a/w<0,2), el factor de intensidad de tensiones debido al puenteo, K<sub>b</sub>, aumenta de forma más rápida con la longitud de grieta que el factor de intensidad de tensiones debido a la carga aplicada, Ka, dando como resultado un decrecimiento del factor de intensidad de tensiones efectivo, K<sub>tip</sub>, y por tanto, un descenso de la velocidad de crecimiento de grieta. Después de una cierta longitud de grieta, K, crece más rápidamente que la K, y se produce una mayor velocidad de propagación, aumentando por tanto la longitud de grieta [31]. En ambos casos la grieta pasa a través de los granos, pues la velocidad de propagación es "normal", siendo el tipo de fractura intergranular (Fig. 6a). Cuando K<sub>a</sub> >> K<sub>b</sub> se observa una grieta de tipo transgranular (Fig. 6b), ya que en este caso, la grieta se propaga de forma catastrófica. Este tipo de grieta se produce en la parte final de la probeta.

La longitud de grieta, cuando  $K_a$  empieza a crecer más rápidamente que  $K_b$ , no es la misma para los diferentes

Material	Composición de las fases (vol %) A T AT		Tratamiento térmico	Tamaño medio de partícula (μm) A AT		Densidad (g/cm³) [% teórica]	σ <sub>f</sub> (MPa)	K <sub>IC</sub> (MPam <sup>1/2</sup> )	E (GPa)	
A95T5	92,5	2,9	4,6	1600°C 2h	15	10	3.81 [96.1%]	189±22	5±0,06	193±38
A90T10	85,1	5,9	9	1600°C 2h	10	10	3.73 [94.2%]	158±21	4,4±0,2	171±15
A95T5	91,5	2,3	6,2	1300°C 20h 1500°C 1h	6	30	3.7 [93.4%]	216±13	4.3±0,6	208±9
A90T10	77,1	0,7	22,2	1300°C 20h 1500°C 1h	7	50	3.64 [93.1%]	158±33	3,8±0,3	152±28

Tabla 1. Composición de las fases, tratamiento térmico, tamaño medio de partícula, densidad y parámetros mecánicos de los compuestos alumina-titanato de aluminio.



Fig. 4. Longitud de grieta normalizada y cargas cíclicas vs. el número de ciclos de fatiga: (A) A90II, (B) A90I, (C) A95II, (D) A95I.

compuestos alúmina-titanato de aluminio. En el caso del A90I, cuando la grieta empieza a propagarse a alta velocidad, la longitud de la misma, (a/w), alcanza un valor de 0,182 y el valor de la K, en este punto es de 3,37 MPa·m<sup>1/2</sup>. En el caso del A90II, la longitud de grieta (a/w) es de 0,227 y el valor de K<sub>a</sub> es 3,55 Mpa·m<sup>1/2</sup>. Como se puede deducir de la figura 4 los valores de K, y K, son del mismo orden, ya que la velocidad de propagación de la grieta hasta este punto es baja. Considerando estos valores de factor de intensidad de tensiones calculados a partir de la fórmula clásica para las probetas de nuestra morfología (WOL) [32] según los datos representados en la figura 4, podemos decir que la probeta A90II tiene más resistencia a la propagación de grieta cuando las grietas son cortas (a/w<0,2). Los valores de K<sub>a</sub>, y por tanto de K<sub>b</sub>, correspondientes al compuesto A90II antes de que la grieta se propague a una velocidad muy alta, son mayores que los correspondientes al compuesto A90I.

Las composiciones A95 muestran un comportamiento similar. Los valores de K<sub>a</sub> son 3,24 MPa m<sup>1/2</sup> para longitudes de grieta (a/w) de 0,21 y 2,73 MPa·m<sup>1/2</sup> para a/w=0,17 para los compuestos A95I y A95II respectivamente. Por tanto, para grietas cortas (a/w<0,2) desarrollará más resistencia a la propagación de grietas el compuesto A95I que el A95II .La figura 5a muestra en el caso de la composición A95 el doble logaritmo de da/dN frente el máximo valor de factor de intensidad de tensiones aplicadas, K<sub>max</sub>. Los puntos se desplazan a valores más altos de K cuando el tamaño de la matriz de alúmina es mayor (A95I). Cuando se comparan velocidades de propagación de grieta para un mismo valor de Kmax, se puede ver que para el compuesto A95II, la velocidad de propagación es mayor que para el compuesto A95I. En el caso de las composiciones A90 (Fig. 5b) se observa un comportamiento parecido cuando la longitud de la grieta (a/w) es mayor de 0,2. Para longitudes de grieta más bajas el efecto



Fig. 5. Doble logaritmo de da/dn frente al valor máximo del factor de intensidad de tensiones aplicado, K<sub>max</sub>: (A) A95, (B) A90.



Fig. 6. Micrografias de MEB de superficie de fractura de fatiga que muestra: (A) fractura intergranular, (B) fractura transgranular.



Fig. 7. Microfotografias de MEB: (A) efecto de puenteo realizado por un grano grueso de alumina de la matriz en el labio de grieta, (B) grieta transgranular en titanato de aluminio.

dominante no es el tamaño de grano de la alúmina de la matriz, como ocurría en la A95, sino el contenido en titanato de aluminio. Esto está de acuerdo con los resultados obtenidos por Padture et al. [12, 15, 16] y Runyan et al. [17] en compuestos similares conteniendo grietas de indentación menores de 2000  $\mu$ m de longitud, que corresponderían en nuestro caso a valores de longitud de grieta (a/w) de 0,2. Para longitudes de grieta mayores se observa claramente el efecto de puenteo producido por los granos grandes de alúmina de la matriz (Fig. 7a). En estos casos los aglomerados de titanato de aluminio no juegan un papel importante en la resistencia a la propagación de grietas como se puede observar en la figura 7b.

## 4. CONCLUSIONES

De la discusión de los resultados experimentales obtenidos en este trabajo se pueden puntualizar las siguientes conclusiones:

1. Se obtuvieron compuestos de alúmina-titanato de aluminio reaccionados "in situ" utilizando un ciclo térmico apropiado con las siguientes microestructuras:

(i) homogénea con pequeños granos de titanato de aluminio (10  $\mu$ m) uniformemente distribuidos en una matriz de alúmina con un tamaño medio de partícula entre 10-15  $\mu$ m.

(ii) heterogénea con grandes aglomerados de titanato de aluminio (30-50  $\mu$ m) en una matriz de alúmina con un tamaño medio de partícula de  $\approx 6 \mu$ m.

**2.** Ambos tipos de compuestos muestran puenteo localizado entre granos en el labio de grieta, y desarrollan apantallamiento.

**3.** En el caso de los compuestos con un contenido < 20 % en volumen de titanato de aluminio (A95I, A95II y A90I) el mayor tamaño de los granos de la matriz de alúmina producen un mayor apantallamiento que el debido a la presencia de titanato de aluminio.

4. En el compuesto con un contenido  $\ge 20$  % en volumen de titanato de aluminio (A90II), se observa un comportamiento similar cuando la longitud de grieta es mayor de 2000 µm. El efecto dominante en este caso será el mayor tamaño de grano de la matriz de alúmina. Para grietas más cortas el efecto dominante no es el tamaño de grano de la matriz de alúmina como en los compuestos A95I, A95II y A90I, sino el contenido en titanato de aluminio.

5. El aumento de tamaño en la microestructura resulta un efecto importante en la resistencia a la propagación de grieta cuando ésta tiene una longitud superior a 2000  $\mu$ m. La adición de titanato de aluminio mejora la resistencia a la propagación de grieta sólo en el caso en que la cantidad de este titanato de aluminio sea de alrededor de un 20 % en

volumen y la longitud de grieta sea menor de 2000 µm.

6. Cuando las grietas son mayores de 2000  $\mu$ m el apantallamiento más eficaz es el producido por los granos de alúmina. Esto nos hace pensar que la fuerza elástica producida por enganches mecánicos es más importante que el apantallamiento debido a las fuerzas de fricción producidas por el diferente grado de expansión térmica de los aglomerados de titanato de aluminio frente a la matriz de alúmina.

#### **5. AGRADECIMIENTOS**

Este trabajo ha sido financiado por la CICYT dentro del proyecto MAT-94-0974 y por la "Acción Integrada Hispano-Británica 1994-1995" nº145B.

## 6. REFERENCIAS

[1] (a) Lange F. F., "Processing-Related Fracture Origins:
I, Observations in Sintered and Isostatically Hot-Pressed
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub> Composites", J. Am. Ceram. Soc., 66, 396-98 (1983). (b) Lange F. F. and Metcalf M., "Processing Related Fracture Origins: II, Agglomerate Motion and Cracklike Internal Surfaces Caused by Differential Sintering", *ibid.*, 66, 398-406 (1983). (c) Lange F. F., Davis B. I., and Aksay I. A., "Processing-Related Fracture Origins: Differential Sintering of ZrO<sub>2</sub> Agglomerates in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO2 Composite", *ibid.*, 66, 407-408 (1983).

[2] Niihara K. and Nakahira A., "Particulate Strengthened Oxide Ceramics-Nanocomposites", pp. 637-64 in *Advanced Structural Inorganic Composites*, Proceedings of the World Ceramic Congress and satellite Symposia (Montecatini, Italy, June 27-30, 1990). Edited by P. Vincenzini. Elvesier Scientific Publishing Co., 1990.

[3] French J. D., Chan H. M., Harmer M. P. and Miller G. A., "Mechanical Properties of Interpenetrating Microstructures: The Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/c-ZrO2 System", J. Am. Ceram. Soc., **75**, 418-23 (1992).

[4] Hübner H. and Jillek W., "Sub-Critical Crack Extension and Crack Resistence in Polycrystallite Alumina", *J. Mater. Sci.*, **12**, 117-25 (1977).

[5] Knehans R. and Steinbrech R. W., "Memory Effect of Crack Resistence During Slow Crack Growth in Notched Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Bend specimens", *J. Mater. Sci. Lett.*, **1**, 327-29 (1982).

[6] Cook R. F., Lawn B. R.and Fairbanks C. J., "Microstructure-Strength Properties in Ceramics: I. Effect of crack Size on Toughness", *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**, 604-15 (1985). [7] Braun L. M., Bennison S. J. and Lawn B. R., "Objetive Evaluation of Short-Crack Toughness Curves Using Indentation Flaws: Case Study on Alumina-Based Ceramics" *J.Am. Ceram. Soc.*, **75**, 3049-57 (1992).

[8] Benninson S. J.and Lawn B. R., "Flaw Tolerance in Ceramics with Rising Crack-Resistence Characteristics", *J. Mater. Sci.*, **24**, 3169 (1989).

[9] Swanson P. L., Fairbanks C. J., Lawn B. R., Mai Y-W.and Hockey B. J., "Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistence Mechanism in Ceramics: I, Experimental Study of Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 279-89 (1987).

[10] Benninson S. J. and Lawn B. R., "Role of Interfacial Grain-Bridging Sliding Friction in the Crack-Resistance and Strength Properties of Non-transforming Ceramics", *Acta Metall.*, **37**, 2659-71 (1989).

[11] Chantikul P., Benninson S. J., and Lawn B. R., "Role of Grain in the Strength and R-curve Properties of Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 2419-27 (1990).

[12] Padture N. P., "Crack Resistence and Strength Properties of Some Alumina-Based Ceramics with Tailored Microstructures"; Ph. D. Thesis. Lehigh University, Bethlehem, PA, 1991.

[13]Stuart M. D., "Dual Phase, Dual Scale Microstructures", J. Am. Ceram. Soc., 74, back cover (1991).

[14] Cook R. F. and Clarke D. R., "Fracture Stability, Rcurves, and Strength Variability", *Acta Metall.*, **36**, 555-62 (1988).

[15]Padture N. P., Bennison S. J., Runyan J. L., Rödel J, Chan H. M., Lawn B. R., "Flaw Tolerant Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> Composites", *Advanced Composite Materials*, **19**, 715-721.

[16] Padture N. P., Bennison S. J., and . Chan H. M, "Flaw-Tolerance and Crack-Resistance Properties of Alumina-Aluminium Titanate Composites with Tailored Microstructures" *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**, 2312-20 (1993).

[17] Runyan J. L., and Bennison S. J.," Fabrication of Flaw-tolerant Aluminium-titanate reinforced Alumina", *Journal of the European Ceramic Society*, 7, 93-99 (1991).

[18] Guiu F., Li M. and Reece M. J., "Role of Crack-Bridging Ligaments in the Cyclic Fatigue Behavior of Alumina", J. Am. Ceram. Soc., 75, 2976-84 (1992).

[19] Kato E., Daimon K., Takahasi J.," Descomposition Temperature of β-Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>", *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**, 355-56 (1980). [20] Wohlfromm H., Pena P., Moya J. S., Requena J., "Preparation of Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> ceramics by slip casting" pp 1083-1094 in Ceramics Today Tomorrow's Ceramics. Ed P. Vincenzini. Elsevier Sc. Pu. B. V. (1991)

[21] Wohlfromm H., Pena P., Moya J. S., Requena J., "Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> formation in alumina/titania multilayer composites", *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**, 3473 (1992).

[22] Klug, H. P. y Alexander, L. E. "Xray Diffraction Procedures" Edit. by John Wiley, 410, N. York (1954).

[23] Miranzo P., and Moya J. S., "Elastic/Plastic Indentation in Ceramics: a Fracture Toughness Determination Method", *Ceramics International*, **10**, 147 (1984).

[24] Requena J., Moya J. S., Pena P., "Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Functionally Gradient Materials Obtained by Sequential Slip Casting", *Ceramic Transactions* v. **34**: Functionally Gradient Materials, 203-210. Eds. J. B. Holt, M. Koizumi, T. Hirai Z.A. Munir. The American Ceramic Society(1993).

[25] Fulman P. L., "Measurement of Particles Size in Opaque Bodies", Trans. AIME, 197, 447-452 (1953).

[26] Reichl A. and Steinbrech R. W., "Determination of Crack Bridging Forces on Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, c-299-c-301 (1988).

[27] Vekinis G., Ashby M. F. and Beamont P. W. R. , "R-curve Behavior of  $Al_2O_3$  Ceramics", Acta. Metall., **38**, 1151-62 (1990).

[28] Rödel J., Kelly J. F. and Lawn B. R., "In Situ Measurements of Bridged Crack Interfaces in the Scanning Electron Microscope", *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 3313-18 (1990).

[29] Lewis D. and Rice R. W., "Comparison of Static, Ciclyc and Thermal-Shock Fatigue in Ceramics Composites", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **3**, 714-21 (1982).

[30] Steinbrech R. W., Reichl A. and Schaarwächter W., "R-curve Behavior of Long Cracks in Alumina", J. Am. Ceram. Soc., 73, 2009-15 (1990).

[31] M. Li, "Microstructure, Thermal Stability and Fatigue Crack Growth in Ceramics"; Ph.D. Thesis, Universitry of London, 1993.

[32] A. Saxena and S. J. Hudak Jr., "Review and Extension of Compliance Information for Common Crack Growth Specimens", *Int. J. Fract.*, **14**, 453 (1978).

## THEORETICAL ANALYSIS OF HYDROGEN ASSISTED CRACKING IN METALS: VALIDITY OF FRACTURE MECHANICS APPROACH

V. Kharin and J. Toribio

Universidad de La Coruña (ULC) Departamento de Ciencia de Materiales ETSI Caminos, Campus de Elviña, 15192 La Coruña, Spain

Abstract. This paper offers a theoretical analysis of hydrogen assisted cracking (HAC), with special emphasis on the validity of fracture mechanics approach. First of all, an analysis is presented of the various mechanism of hydrogen supply to prospective fracture sites, hydrogen entry into metal and hydrogen transport within metal. In addition, mechanical pre-damage and hydrogen facilitated damage are evaluated. Finally, the prerequisites of validity of current fracture mechanics approach are analyzed and some steps towards its rigourous re-assessment are undertaken.

**Resumen.** Este artículo ofrece un análisis teórico de la fisuración en ambiente de hidrógeno, con especial énfasis en la validez de la aproximación según la mecánica de fractura. En primer lugar se analizan los diferentes mecanismos de suministro de hidrógeno a los lugares potenciales de fractura, entrada de hidrógeno en el metal y transporte del mismo dentro del metal. Se evalúa además el daño previo de origen mecánico, así como el daño producido por el hidrógeno. Finalmente se analizan los pre-requisitos de validez de la actual aproximación según la mecánica de fractura, con la intención de avanzar en la dirección de una formulación más rigurosa.

## 1. INTRODUCTION

The effect of hydrogen environments on the deformation and fracture of metals is an interdisciplinary problem of mechanics, physics and chemistry. Time dependent crack growth in metals subjected to hydrogenation results from the participation of several processes. To achieve correct unders' inding of the phenomenon and provide reasonable capability of its assessment and control, the key factors should be identified and receive proper accounting using adequate set of well-defined variables. To achieve this, few basic issues of the phenomenon are distinguished which are characterised in the following sections, with the final aim of establishing the validity of fracture mechanics approach.

## 2.MECHANISMS OF HYDROGEN SUPPLY

#### 2.1. Hydrogen transport to metal

It includes: (*i*) transport of chemical species to the vicinity of cracking sites; (*ii*) release of hydrogen from bonded states in molecules. Environmental transport is influenced by characteristics of a crack as mass transfer canal. The overall (*output*) rate is controlled by the slowest of participating stages (*rate determining step*). In corrosive environments metal hydrogenation near prospective fracture sites is governed by *crack tip* electrochemical conditions which can be represented through electrode potential  $E_V^{CT}$  and hydrogen ion exponent pH<sup>CT</sup>. These two can significantly differ from bulk characteristics of surrounding environment  $E_V$  and

pH [1,2]. Relations of bulk and local environmental parameters are governed by environmental currents and mass-charge transfer processes, and thus are dependent on time t. It may be expressed as:

$$pH^{CT} = pH^{CT} (pH, E_{\nu}, t, l, \delta)$$
(1)  
$$E_{\nu}^{CT} = E_{\nu}^{CT} (pH, E_{\nu}, t, l, \delta)$$
(2)

where parameters l and  $\delta$  of opened crack geometry represent, respectively, characteristic transportation distance to crack tip and canal (i.e., crack) width. The intensity of hydrogen evolution near crack tip may be estimated [2] by comparing local electrochemical conditions with the thermodynamic stability line for water given by the Nernst equation:

$$E_{\nu}^{*} = a^{*} + b^{*} p H^{CT}, a^{*} = -0.014 V, b^{*} = -0.059 V$$
 (3)

The shift of electrode potential (overpotential) may be taken as a measure of hydrogen evolution [2]:

$$\Delta E_V^{\rm CT} = E_V^* - E_V^{\rm CT} \tag{4}$$

The correlation between cracking susceptibility of metal and the value of overpotential (4) was confirmed by tests on environmental cracking [2,3]. Correspondingly, hydrogen activity coefficient (thermodynamic activity factor) in near tip environment which directly controls subsequent process of metal hydrogenation may be supposed to be proportional to the overpotential, i.e.:

$$a_{\rm H}^{\rm CT} \simeq -\Delta \ E_{\rm V}^{\rm CT} \tag{5}$$

which may be converted into units of equivalent hydrogen gas pressure or equilibrium concentration  $C_0$ .

#### 2.2. Hydrogen entry into metal

This topic includes: (*i*) physical adsorption of hydrogencontaining species on metal surface; (*ii*) dissociative chemisorbtion of atomic hydrogen; (*iii*) dissolution of atomic hydrogen in surface layer of metal lattice [4]. These three main stages may be complicated with other catalytic and surface processes, e.g., contamination with corrosion products. It also has links with stress state in a solid due to strain-dependent penetrability of surface layers (integrity under straining), and dependence of metal surface catalytic efficiency on lattice strains The governing physical parameters, namely, process rate coefficients [4], will depend on stresses  $\sigma_i$ , strains  $\varepsilon_i$ (*i*=1,2,3) and surface/environment chemistry represented by crack tip activity coefficients  $a_j^{CT}$ :

$$k_m = k_m (\sigma_i, \varepsilon_i, a_j^{\text{CT}}) \ (m=1,...,6, j=1,...)$$
 (6)

Concentrations (activities) of catalysing species depend on mass transfer processes within crack canal, and relations similar to (1)-(2) describe their evolution, i.e.,

$$a_i^{\text{CT}} = a_i^{\text{CT}} (\text{pH}, E_v, t, l, \delta, a_j...) \quad (i, j=1,...; i \neq j)$$
(7)

The surface sorbtion phase of transport process may be the rate controlling step for HAC under relatively weak hydrogenation conditions at crack tip. As follows from sorbtion kinetics studies [4,5], this may take place under low activity of hydrogen. This situation is unusual for electrochemical hydrogenation under corrosion conditions when at entry sites rather high magnitudes of hydrogen activity are achieved [6]. Then entry conditions at the crack tip can be characterised by equilibrium value  $C_0$  of hydrogen concentration.

#### 2.3. Hydrogen transport within metal

Two main transport modes can be distinguished: (i) diffusion driven by the gradient of chemical potential; (ii) transport by moving dislocations in the course of straining process. Driving force for hydrogen diffusion is determined by its chemical potential [7]:

$$X_{\rm D} = \nabla \mu_{\rm H} \tag{8}$$

which is related to hydrogen solubility coefficient  $K_s$ :

$$\mu_{\rm H} = RT \ln \frac{C}{K_s} \tag{9}$$

where  $K_s$  depends on temperature T, hydrostatic stress  $\sigma$ , alloy composition and hydrogen traps density [8]. Traps for hydrogen in metals are formed by lattice imperfections. Among them dislocations are nearly the strongest kind of traps [9] but *not* the only one. The overall density of traps depends on plastic strain  $\varepsilon_p$ . Thus, hydrogen solubility coefficient is:

$$K_{S} = K_{S} \left( T, \, \sigma, \, \varepsilon_{D} \right) \tag{10}$$

On the basis of relation between hydrostatic stress and solubility [10], the latter may be broken down into hydrostatic stress and plastic strain dependent parts [8]:

$$K_{S} = K_{S0} \left( \varepsilon_{p}, T \right) exp\left( \frac{V_{\rm H} \sigma}{R T} \right) \tag{11}$$

Gradient (inhomogeneity) of any of mentioned solubility affecting factors can induce hydrogen diffusion flux. Thus, the *plastic strain* magnitude  $\varepsilon_p$ should be placed amongst governing factors of hydrogen diffusion (cf. [8]). In addition, traps density can affect also the average mobility of diffusable specie, i.e., diffusion coefficient, which then depends on plastic strain, too:  $D=D(\varepsilon_p)$  [11]. Finally, assuming uniform temperature distribution in a solid, hydrogen diffusion flux in metal may be expressed as [7]:

$$J_{\rm H} = -DC \ \nabla ln \frac{C}{K_s} \tag{12}$$

or after substitution of the expression (11) this gives:

$$J_{\rm H} = -D \left\{ \nabla C - C \left[ \frac{V_{\rm H}}{RT} \nabla \sigma(t) + \frac{\nabla K_{S0} \left( \varepsilon_p(t) \right)}{K_{S0} \left( \varepsilon_p(t) \right)} \right] \right\}$$
(13)

Obvious condition of mass balance

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -\operatorname{div} \boldsymbol{J}_{\mathrm{H}} \tag{14}$$

leads to the equation of stress *and* strain assisted diffusion with respect to hydrogen concentration C:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left[ \nabla^2 C - M \bullet \nabla C - NC \right] + \nabla D \bullet \left[ \nabla C - MC \right]$$
(15)

where  $M = \nabla lnK_s$  and  $N = \nabla^2 lnK_s$ . If only gradient of stress exists among solubility affecting factors, equations (11)-(15) reduce to well known ones for stress assisted hydrogen diffusion [12].

On the other hand, when considering hydrogen transport by dislocations, another governing variable arises. This is dislocations mean velocity which can be expressed in macroscopic terms through plastic strain rate [13]. Both transport modes --- diffusional and dislocational--are essentially different. The first one is operative under both sustained and transient (time dependent) stressstrain states, has *plastic strain* as one of responsible variables, and evolves towards equilibrium hydrogen distributions (cf. [8]). In contrast, the other one proceeds only during continuing (dynamical) straining, has plastic strain rate as the governing variable, and results in non-equilibrium hydrogen distributions (temporal over-saturations) which relax to equilibrium by diffusion after termination of progressing straining. Under sustained or quasi-static loading, the significance of dislocational transport may be negligible because local oversaturations in damage sites created by hydrogen supply by dislocations have enough time to be suppressed due to local (short range) diffusion. In such processes, long range diffusion is the main operative mode of hydrogen supply to damage sites in metals. This transport stage is often the slowest one among all the phases of hydrogen transportation, and thus crack growth kinetics is often diffusion controlled.

# 3. MECHANICAL STRESS-STRAIN STATE

This section deals with the mechanical background which creates the scene for hydrogen damage and drives it. No way exists to choose *a priori* the proper responsible variable —stress or strain— for particular application, i.e., to define the fracture criterion. This is the subject of experiment and experience. Obviously more brittle fractures are treated as stress-controlled, whereas more ductile ones are considered to be straincontrolled. Operative fracture criterion predetermines the variable(s) to be involved into consideration.

Concerning hydrogen assisted fracture (HAF) the elucidation of governing mechanical variables is complicated. Depending on the amount of hydrogen in process sites, different degree of embrittlement occurs. The fracture event may convert thus from strain- to stress-controlled one. Thus, to quantify mechanical conditions responsible for prospective HAF both stress and plastic strain components should be monitored. There is no reason to neglect one in favour of another. Studies on physics of cleavage fracture [14] and ductile microvoid coalescence [15] show that no reason exists for abrupt demarcation between stress- and straincontrolled fracture process whichever micromechanism dominates the process. The set of responsible mechanical variables to characterise the prefracture state consists of the following three : effective plastic strain  $\varepsilon_p$ , effective stress  $\sigma_e$ , and hydrostatic stress  $\sigma$  (or, equivalently, maximal tensile stress  $\sigma_1$  in plane strain states). The combination of all these three variables quantifies the closeness of material's state to rupture, and afterwards, the amount of hydrogen required for its termination. The change of any of them generally alterates all the prefracture situation, i.e., alterates the critical values of remained others for fracture.

Evaluation or control of the mentioned mechanical variables in the vicinity of crack tip with nonlinear material behaviour would be a too complicated problem but, fortunately, this region possesses the feature of self-similitude which enables one to quantify completely the stress-strain state in implicit manner. All continuum mechanics analyses, from small strain elastic to large strain elastoplastic ones (cf. [16]), show that displacements and components of stress-strain state in the vicinity of crack tip acquire the universal appearance of invariable functions of polar coordinates r and  $\varphi$  attached to crack tip, as follows:

$$u_{i} = \delta_{t} u_{i}^{*} \left( \frac{r}{\delta_{t}}, \varphi \right); \ \varepsilon_{i} = \varepsilon_{i} \left( \frac{r}{\delta_{t}}, \varphi \right); \ \sigma_{i} = \sigma_{i} \left( \frac{r}{\delta_{t}}, \varphi \right)$$
$$(i = 1, 2, 3) \quad (16)$$

where  $\delta_t$ , the crack tip opening displacement (CTOD), scales the intensity of crack tip fields. Under smallscale yielding (SSY) when crack tip fracture process zone (FPZ) is embraced within an annular region of elastic field dominated by stress intensity factor (SIF) K, the latter may serve as near tip nonlinear field intensity nominator according to well known relation between CTOD and SIF,  $\delta_t \propto K^2$  [17]. However, existence of SIF controlled zone does not ensure the self-similitude of the very near tip nonlinear region. Analyses of the evolution of nonlinear near tip zone within SIF-dominated region (cf., e.g., [17]) show that self-similitude of the plastic state does not arise from the very beginning of straining, but establishes after some amount of crack opening have been achieved dependent on initial "physical" bluntness of crack tip.

Unfortunately, the afore mentioned facts are strictly valid only for non-propagating cracks, i.e., up to initiation of crack growth. Findings from evaluations of elastoplastic near tip fields [16,18-20] reveal a breakdown of previously existed self-similitude in plastic zone when crack extends. Both the orders of rsingularities and angular variations of strains and stresses vary. In general, weakening of strain- and rising of stress-concentration accompany crack propagation. Thus, the very near tip fields further cannot be characterised with the use of single parameter of the stress-strain intensity, as it was before. The effect is very pronounced under large-scale yielding. It also takes place under SSY, although here it is quantitatively much less severe. One more peculiarity of the near-tip state is that after some amount of crack extension under constant intensity of embracing Kdominated field the inelastic near tip one stabilises. It becomes self-similar anew, i.e., returns to be governed by a single parameter of field intensity.

## 4. HYDROGEN DAMAGE FACILITATION

The terminal aspect of the analysis of HAC concerns about how hydrogen promotes material damage. Following the purpose of present consideration it is desired to trace the way how to reflect them while characterising HAC with a set of proper variables.

Hydrogen damage proceeds by very different physical mechanisms. As a first approximation, elementary fracture events correspond to critical combination of instantaneous values of hydrogen concentration and responsible components of stress-strain state in material point. According to micromechanical considerations [21], fracture criterion may be presented in terms of critical concentration of hydrogen :

$$C_{cr} = C_{cr} (\varepsilon_p, \sigma_I, \sigma_e). \tag{17}$$

Explicit expression for criterion (17) can be found in [2,21] which allows one to elucidate preconditions for stress- or strain-controlled fracture. Apart from the nature of alloy, this strongly depends on both concentration and stress triaxiality (on the ratio  $\sigma_l/\sigma_e$ ).

Nevertheless, criterion (17) has almost no practical significance as far as local concentration is poorly evaluabable (measurable or calculable). However, under certain circumstances some kind of similitude of the local events may occur which can be controlled using well-defined macroscopic variables. This is just what provides validity of fracture mechanics approach to characterisation and quantification of HAC.

## 5. FRACTURE MECHANICS APPROACH

The key element of fracture mechanics approach to HAC is the crack growth kinetics (CGK) curve: crack growth rate (CGR or v) versus stress intensity factor (SIF or K). It is supposed to depend only on the specific couple "material -environment" in the form [2]:

$$v = v(K; \phi_1, \phi_2, ..., \phi_n)$$
. (18)

Local environmental parameters  $\phi_1, \phi_2, ..., \phi_n$  are to define *hydrogenation of FPZ*. In case of gaseous hydrogen this set consists of one variable (*n*=1) of gas pressure just near rack tip [22], whereas for aqueous corrosive media it comprises at least two parameters (*n*=2) [2], namely, hydrogen ion index pH<sup>CT</sup> and electrode potential  $E_V^{CT}$ .

The CGK curve (18) is a powerful tool for solving practical problems of HAC evaluation and control as far as it contains comprehensive information concerning a particular material-environment system. Actually, CGK defines the differential equation of crack growth :

$$\frac{dl}{dt} = v\left(K(F,l); \phi_1, \phi_2, \dots \phi_n\right)$$
(19)

from which crack extension may be calculated depending on load magnitude F and initial crack size  $l_0$  [23], i.e., the durability of a solid can be estimated for a variety of solid/crack geometries and loadings. Thus, approach provides valuable predictive tools.

In addition to equations of mechanics and governing equation (18), the system of equations to predict HAC in solids must be closed with equations of evolution of *local* (crack tip) hydrogenation parameters  $\phi_1, \phi_2, ..., \phi_n$ dependent on global physico-chemical characteristics  $\Phi_1, \Phi_2, ..., \Phi_n$  of the environment and on parameters of a crack as a canal of environmental mass transfer to FPZ. This requires an evaluation of non-local processes within a growing crack for a particular history of its development in time. It might include consideration of items such as transfer of environmental components in the canal of the crack (cf. [22,24,25]). Solutions of these transport equations quantify the variables which control hydrogenation of metal just at crack tip, and thus, directly govern crack growth:

$$\phi_i = \phi_i (t; l, \delta; \Phi_1, \Phi_2, ...) (i=1,2,...,n).$$
 (20)

This task is of the same sort as the evaluation of crack tip mechanical governing variable, i.e. SIF. Thus, in general, predictive ability concerning HAC under different circumstances is provided by the set of coupled equations which comprises:

(*i*) equations of mechanics of solids to determine local stress-strain state around FPZ (e.g., SIF) and shape of crack as a space where physico-chemical processes act causing metal hydrogenation;

(*ii*) equations of mass and charge transfer (physicochemical kinetics) within a crack to evaluate governing variables (20) of local hydrogenation at the crack tip; (*iii*) CGR governing equation (19) which couples physico-chemical and mechanical factors of HAC.

In this set of equations the last one is assigned with a significance of constitutive-like equation dependent *only* on material and environment. To define it, CGK curve (18) must be determined either experimentally or through the use of more deeper physical theory. In fact, for the moment the first way is more feasible and commonly followed in engineering.

The predictive capability of fracture mechanics approach to HAC relies on the uniqueness of CGK curve as characteristic of the specific *material-environment* couple. It is supposed to be unique provided SIF is the adequate parameter to characterise mechanical situation in crack tip zone. This matter is considered to be granted in usual linear elastic fracture mechanics terms (SSY condition maintained during the whole crack propagation). Nevertheless, despite the vital importance of the uniqueness of CGK curve for the whole fracture mechanics approach to HAC, this topic have never been firmly verified. Experimental manifestations of nonuniqueness of CGK curve [26] call for re-assessment of the approach backgrounds.

# 6. PREREQUISITES OF VALIDITY OF FRACTURE MECHANICS APPROACH

It is commonly believed that fracture mechanics approach to HAC provides *sufficient* means to match similitude of participating process, from hydrogen entry into metal to crack advance event. This is supposed to be achieved implicitly through co-relation of CGR vwith a set of variables which refer to mechanical state and environmental physico-chemistry just at the crack tip (SIF and  $\phi$ 's). However, it is clear only *the necessity* of crack tip *autonomy*, i.e., of simultaneous monitoring of *both* local (crack tip) mechanics and environment physico-chemistry. To assess the validity of fracture mechanics approach to HAC it is necessary to appeal to some model considerations of the processes.

Commonly accepted view on HAC under (quasi)static load is as follows. In real (imperfect) crystals at SIF values well below the fracture toughness limit  $K_c$ (micro)plastic deformation near crack tip produces precursors of local fracture: blocked dislocation arrays, microcavities, etc. If some level of  $K < K_c$  is maintained and metal at crack tip is not sufficiently saturated with hydrogen, this pre-damaged state remains stable and crack advance does not occur. If the environment provides hydrogen with significant activity, it flows towards FPZ, and thus hydrogenation proceeds in this area. After some time elapsed, the amount of hydrogen in damage sites may be enough to produce degradation effect sufficient to breakdown the stability of fracture precursors and cause crack extension. This occurs when hydrogen concentration in fracture sites reaches critical value dependent on the intensity of mechanical action in FPZ (instantaneous SIF magnitude),  $C = C_{cr}(K)$ . When crack tip enters the zone of insufficiently hydrogenated metal  $(C < C_{cr})$  it is arrested and hydrogenationfracturing processes loop repeats. Periods of these cycles  $\Delta t$  and lengths of crack increments  $\Delta l$  define CGR  $v = \Delta l / \Delta t$ . The threshold of crack nonpropagation as the limit when still remains v=0, i.e.,  $\Delta t = \infty$ , is associated with stationary hydrogen concentration distribution in metal  $C_{\infty}$  which yet does not exceeds  $C_{Cr}$ .

With regard to similitude of the listed above HACprocess components, it will be granted by similitude of both the near-tip mechanical states and hydrogenation evolutions, i.e., *distributions* of  $\sigma_i$  and  $\varepsilon_i$  and hydrogen concentrations  $C(t^*)$ , *around* all sequential physical FPZs within every *loop* of hydrogenation-fracturing sequences. Here  $t^*$  denote the "local times" which start to run at moments of crack jumps terminating the preceding hydrogenation-fracturing loops and initiating of the subsequent ones ("internal times" in loops).

Therefore, to provide uniqueness of the CGK curve the uniqueness of crack jumps lengths  $\Delta l$  and waiting periods  $\Delta t$  must be ensured. This can be achieved with two preconditions. The first is *K*-controlled similitude (uniqueness) of distributions around sequential FPZs of critical hydrogen concentration which must be reached at some point in the FPZ to cause crack advance:

$$C_{CT}(K, x) = C_{CT}\left(\sigma_{I}(K, x), \varepsilon_{D}(K, x)\right)$$
(21)

where x is local coordinate associated with current position of the crack tip. The second one requires the same kind of similitude regarding FPZ hydrogenation process, i.e., uniqueness of hydrogen concentration evolutions within the loops:

$$C(K, x, t^*) = C(\sigma(K, x), \varepsilon_p(K, x), x, t^*)$$
(22)

To illustrate this point the criterion of crack advance may be used according to which the curves given by (21) and (22) should meet at some point  $x_c$  to cause crack extension over  $\Delta l$  (here  $\Delta l$  is not obligatory equal to  $x_c$ ). Then, it is clear that the uniqueness of the solution of this problem of touching of two curves necessitates the uniqueness of the curves themselves in some vicinity of the instantaneous crack tip.

Thus, in essence, the validity of the described above fracture mechanics approach to HAC —the uniqueness of CGK curves— will be ensured by the two simultaneously fulfilled preconditions:

(1) SIF is the only variable which controls near-tip stress and strain fields ( $\sigma_i$ ,  $\varepsilon_i$ ) around physical FPZ and, consequently, it controls the mechanical aspects of (pre)damage and hydrogenation during whichever process of slow crack propagation in specified material.

(2) The family of crack tip (local) hydrogenation controlling parameters  $\{\phi_1, \phi_2, ..., \phi_n\}$  closes the set of variables governing every hydrogenation-fracture loops in the region embracing current FPZ during arbitrary run of HAC in specified material.

It should be noticed that the couple of these two is *sufficient* guarantor of the uniqueness of the CGK curve. Therefore, it is the time to address examination if they are (and can be) really fulfilled.

With regard to the first pre-condition, the keystone of the whole philosophy and applications of fracture mechanics is the idea of autonomy of the crack tip region. It suggests (cf. [15,16]) that near crack tip exists process zone: a region where used constitutive equations of macroscopic (continuum) mechanics of solids fail to give adequate description. This zone contains the physical FPZ of microscopic damaging processes where any macroscopic model conceptually fails, and some surrounding area where the specific model in use is not further accurate (e.g., plastic region if elastic constitutive equations are used). In any case, it is a place where solid's behaviour significantly deviates from utilised constitutive relations. However, this zone is assumed to be so small that within some sufficiently extended area it does not significantly disturb the solution of a problem of (continuum) mechanics obtained without accounting for this special zone. Consequently, the behaviour within the latter is completely controlled by quantities obtained from this macroscopic solution.

Particularly, within the range of applicability of linear elastic fracture mechanics (LEFM), SIF solely dictates the autonomous elastic stress-strain field around the crack tip in real solids. As far as it is *apparently* the only influence from exterior which reaches the very special near tip region, despite the lack of explicit treatment of microfracture events in FPZ, the situation in its interior is usually supposed to depend only on material and SIF. Consequently, this remains valid also for HAC regarding the amount of hydrogen to be accumulated in FPZ to cause local rupture,  $C_{cr}$ . Thus, the first of the above preconditions of validity of the fracture mechanics approach to HAC appears to be the same as for LEFM as a whole. It concerns about ensuring the SSY situation, i.e., proper limitation of the crack tip plastic zone size [16] which should lie within SIF-controlled asymptotic elastic field.

he second prerequisite of fracture mechanics treatment of HAC currently is commonly quietly supposed to be fulfilled. This is guaranteed by referring to selfsimilitude of mechanical factors --stress and strain distributions- influencing hydrogen transport within metal into the damaging sites, cf. equation (13), under fixed hydrogen entry conditions (boundary conditions) governed by  $\phi$ 's. And it is really well grounded for the threshold conditions characterised by SIF value  $K_{th}$ . This is because the limit of crack non-propagation is associated with the unique steady state (i.e., reached at  $t \rightarrow \infty$ ) hydrogen concentration distribution near a tip of stationary crack. It is independent of any initial conditions for diffusion. In addition, this stationary state is exactly the equilibrium one of the system under consideration. Correspondingly, the steady-state hydrogen distribution  $C_{\infty}(x)$  is the equilibrium one, i.e., it nullifies diffusion driving force (8). Thus, the

stationary solution of the equation (15) of stress-strain assisted diffusion with accounting for the expression (11) for arbitrary  $\sigma(x)$  and  $\varepsilon_p(x)$  takes the form:

$$C_{\infty}(x) = C_0 K_S \left(\sigma(x), \varepsilon_p(x)\right) = \\ = C_0 exp\left(\frac{V_{\rm H}\sigma(x)}{RT}\right) K_{S0}\left(\varepsilon_p(x)\right)$$
(23)

This is obvious generalisation of known solution for stress-only assisted diffusion, cf. [12]. It is clear that this concentration distribution has exactly the same self-similitude properties as the mechanical stress-strain fields. Equilibrium concentration  $C_0$  is a single-value function of local hydrogenation parameters  $\phi_i$ .

However, regarding CGR v and CGK curve as a whole more rigourous analysis reveals that with monitoring of  $\phi$ 's the accuracy of granting similitude of hydrogen accumulation within hydrogenation-fracturing cycles depends not only on ensuring of SIF control over mechanical impetus for diffusion. It should be noticed two factors which may violate the similitude of hydrogen accumulation in the FPZs by diffusion. The first is the effect of remote SIF not-controlled stress field (the far-field) on diffusion. The other one concerns about varying initial conditions for diffusion within each subsequent hydrogenation-fracturing loop which are dependent on particular HAC process histories. Explicit quantitative assessment of the influence of these factors on the uniqueness of CGK curve requires representative non-steady state solutions of full-scale diffusion problems with moving cracks to compare them with available [2,12,23] near-field ones for stationary crack. For the moment they are not available. Nevertheless, some useful estimations can be done [27].

#### 7. CLOSURE

In the matter of the present study, i.e., the mechanical background for hydrogenous effects on crack growth under SSY when nonlinear near tip zone is surrounded with SIF dominated elastic field, it may be concluded the next. For quantification of HAC is important to monitor both strain and stress components of mechanical situation in the nonlinear zone near the crack tip, because each of them can become dominant during the HAC process course. Due to the selfsimilitude of crack tip fields all the potentially responsible mechanical variables may be characterised implicitly and incorporated in crack growth evaluation with the use of single parameter of the fields intensity, (SIF in LEFM). But this is strictly valid only for stationary crack, i.e., it allows one to define starting conditions for HAC, and for propagating crack after the stable regime of growth has been achieved. Otherwise, the unloading in the wake behind the tip of extended crack affects the prefracture situation for its further growth. The very near tip fields loose the selfsimilitude. However, under SSY exists a possibility that this conceptual breakdown of SIF control over the near tip situation is rather insignificant quantitatively and practically may be neglected in HAC analyses.

#### Acknowledgements

This work was funded by the Spanish DGICYT (Grant CE94-001) and Xunta de Galicia (Grant XUGA 11801A93). One of the authors (V. Kharin) is also indebted to the Spanish Office of NATO Scientific Affairs Division for supporting his stay as a Visiting Professor at the University of La Coruña (Spain).

#### REFERENCES

- 1. Brown, B.F., Fujii, C.T. and Dahlberg, E.P., J. Electrochem. Soc. 116, 218 (1969).
- 2. Panasyuk, V., and Kharin, V., in: Environment Assisted Fatigue, MEP, London, 123 (1990).
- 3. Ratych, L.V., Dmytrach, I.N., Timofeyev, B.T., et al, Soviet Materials Sci., 20 (3), 69 (1984).
- 4. Shanabarger, M.R., Surface Sci., 150, 451 (1985).
- 5. Kuhn, D.K., and Shanabarger, M.R., in: Hydrogen Effects on Behavior of Materials. Proc. 4th Int. Conf., AIME, New York, p.33 (1989).
- 6. Gangloff, R.P., Mat. Sci. Eng. A103, 157 (1988).
- 7. Bokshtein, B.S. *et al*, Thermodynamics and kinetics of diffusion in solids. Metallurgiya, Moscow (1974); in Russian.
- 8. Kronshtal, O.V., and Kharin, V.S., Soviet Materials Sci., 28, 475 (1992).
- 9. Hirth, J.P., Met. Trans., A11, 861 (1980).
- 10. Li J.C.M., Oriani, R.A., and Darken, L.S., Z. phys. Chemie (N.F.), 49, 271 (1966).
- 11. Ochiani, S., Yoshinaga, S. and Kikuta, Y., J. Iron and Steel Inst. Japan, 15, 503 (1975).
- 12. Van Leeuwen, H.-P., Eng. Fract. Mech., 6, 141 (1974).
- 13. Tien, J.K., Thompson, A.W., Bernstein, I.M., Richards, R.S., Mat. Trans., A7, 821 (1976).
- Kharin, V.S., in: Defect Assessment in Components - Fundamentals and Applications (ESIS/EGF 9), London, MEP, 489 (1991).
- 15. Atkins, A.G., and Mai, Y.-W., Elastic and Plastic Fracture, Ellis Horwood Ltd., Chichester (1988).
- 16. Kanninen M.F., Popelar C.H. Advanced Fracture Mechanics, Oxford Univ. Press, N.York (1985).
- McMeeking, R.M., J. Mech. Phys. Solids, 25, 357 (1977).
- Amazigo, J.C., and Hutchinson, J.W., J. Mech. Phys. Solids, 25, 81 (1977).
- 19. Shih, C.F., J.Mech. Phys. Solids, 29, 305 (1981).
- Tvergaard, V., and Hutchinson, J.W., J. Mech. Phys. Solids, 40, 1377 (1992).
- 21. Panasyuk, V.V., Andrejkiv, A.Ye., and Kharin, V.S., Soviet Materials Science, 23 (2), 3 (1987).
- Wei, R.P., and Simmons, G.W., Int. J. Fract., 17, 235 (1981).
- 23. Kharin, V.S., in: Localized Damage 90, Vol. 1. Comp. Mech. Publ., Southampton, 405 (1990).
- 24. Doig, P., and Flewitt, P.E.J., Met.Trans., A9, 357 (1978).
- 25. Cherepanov, G.P., Mechanics of Brittle Fracture, McGraw-Hill, New York, (1979).
- 26. Kharin, V. and Toribio, J., "Manifestations of nonuniqueness of the crack growth kinetics curve in environmentally assisted cracking" (in this issue).
- 27. Kharin, V. and Toribio, J., "Effects of far field and history on hydrogen assisted cracking" (in this issue).

## EFFECTS OF FAR FIELD AND HISTORY ON HYDROGEN ASSISTED CRACKING

#### V. Kharin and J. Toribio

### Universidad de La Coruña (ULC) Departamento de Ciencia de Materiales ETSI Caminos, Campus de Elviña, 15192 La Coruña, Spain

Abstract. This paper deals with the effects of *far field* (not controlled by the stress intensity factor SIF) and *history* on hydrogen assisted cracking in metals and alloys. Emphasis is given to the influence of these two factors on hydrogen diffusion to prospective damage sites and ulterior fracture process. The analysis demonstrates the minor importance of far field on near-tip hydrogen diffusion. On the other hand, it is shown that coupling of hydrogenation and crack growth processes has direct influence on crack growth kinetics (CGK) curve.

**Resumen.** Este artículo trata de los efectos del *campo remoto* (no controlado por el factor de intensidad de tensiones FIT) y de la *historia* en la fisuración inducida por hidrógeno de metales y aleaciones. Se estudia especialmente la influencia de ambos facores en la difusión de hidrógeno a los lugares potenciales de daño, así como en el proceso de fractura ulterior. El análisis demuestra la poca importancia relativa del campo remoto en la difusión de hidrógeno cerca del extremo de la fisura. Por otra partese demuestra que el acoplamiento entre el proceso de hidrogenación y el crecimiento de la fisura tiene una influencia directa en la curva de cineética de crecimiento de fisuras.

#### **1. INTRODUCTION**

In the companion paper [1], two factors are mentioned which could violate the similitude of hydrogen accumulation by diffusion in fracture process zones (FPZs) near propagating crack tip, thus affecting the validity of fracture mechanics approach to characterization of hydrogen assisted cracking (HAC). The first is the effect on diffusion of remote stress-strain field not controlled by stress intensity factor: the far-field. The other one concerns about varying initial conditions for diffusion within each of sequential *FPZ hydrogenationcrack advance event* in HAC which depend on particular process histories. Emphasis is given to the variability of *coupled* hydrogenation-propagation processes.

This paper offers some estimates of the afore mentioned effects on crack growth kinetics (CGK) curve, i.e., on the relationship between crack growth rate (CGR or v) and stress intensity factor (SIF or K). The aim is to elucidate some issues related to the uniqueness of CGK curve, i.e., its intrinsic character as a phenomenological

relationship dependent —by hypothesis— solely on specific material-environment couple. Analysis is restricted to small-scale yielding (SSY) situation. Following common concepts of fracture mechanics [2], it is suggested that near crack tip exists nonlinear zone where elastic constitutive equations fail to give adequate description. Nevertheless, this zone is assumed to be so small that within sufficiently extended surrounding area it does not sensibly disturb the SIF-dominated elastic solution not accounting for this special region. Consequently, the mechanical situation within the latter is also completely controlled by SIF.

The analysis of the first of the mentioned factors is performed within discontinuous modelling of HAC (hydrogenating-fracturing loops and *jump-like crack extension*), whereas the second one is assessed using continuous treatment of cracking process (*smooth or continuous crack growth*). Two model approaches are treated as analytic tools and any discrimination between them with respect to imaginary conceptual background distinctions is irrelevant.

## 2. THE EFFECT OF DISTANT NOT SIF-CONTROLLED STRESS-STRAIN FIELD

This section analyzes the role of non-autonomous farfield (i.e. the exact stress-strain field containing the whole series) on hydrogen diffusion. In stress-strain analysis, this is the question about the accuracy of the approximate near-tip asymptotic field (K-governed) to represent the exact far-field (containing the whole series development and not SIF controlled). To this end, CGR and uniqueness of CGK curves, as well as relative extensions of specific near-tip regions are of interest. Validity requirements of standard linear elastic fracture mechanics (LEFM) obviously concern about ensuring the size of crack tip plastic zone  $r_y$  to be small compared with dimensions of a solid and with crack size l at given SIF value K (cf. [3]). Sufficient criteria of validity were empirically established, and among them is:

$$l \ge 2.5 \left(\frac{K}{\sigma_{\rm y}}\right)^2$$
 (1)

where  $\sigma_y$  is the yield strength. Using the approximation for plain strain state [2]:

$$r_{\rm y} = \frac{1}{3\pi} \left(\frac{K}{\sigma_{\rm y}}\right)^2 \tag{2}$$

empirical validity condition (1) may be expressed in terms of plastic zone size as follows:

$$r_{\rm y} \le \frac{l}{7.5\pi} \approx 0.04 \ l \tag{3}$$

On the other hand, the size  $R_{SIF}$  of the SIF-dominated region —region where K-field represents accurately enough full-scale solutions of elasticity problem for cracked solid— may be estimated as follows (cf. [4]):

$$R_{\rm SIF} \approx 0.1 \ l \tag{4}$$

Thus, from empirical relation (3) and estimated radius of K-dominant region (4) follows the estimate for the range where SIF control over the whole elastoplastic crack-tip situation can be granted:

$$\frac{r_{\rm Y}}{R_{\rm SIF}} \le 0.4 \tag{5}$$

The soundness of this estimate depends on the accuracy of evaluation of the plastic zone size based on continuum elastoplastic solution. To ensure this, the size of the physical FPZ,  $R_{FPZ}$ , where continuum elastoplastic mechanics fails, should be small enough in order to avoid significant alteration of the above approximation of the plastic zone extend. On the basis of available large-strain elastoplastic solutions for cracks [5] and recent simulations of crack tip damage process [6,7], the following estimation seems to be conservative:

$$R_{\rm FPZ} \approx 2.5 \, \delta_t$$
 (6)

which associates possible extension of FPZ with the spread of the highest plastic strains and tensile stresses near crack tip. Then, taking into account that [5]:

$$\delta_t = 1.2 \, \frac{K^2}{E \, \sigma_{\rm V}} \tag{7}$$

(here E is Young modulus), from relations (2) and (6) it follows that:

$$\frac{R_{\rm FPZ}}{r_{\rm y}} \approx 28 \, \frac{\sigma_{\rm y}}{E} < \frac{1}{4} \tag{8}$$

The last inequality is quite proper for steels as far as they usually have  $\sigma_V < E/100$ .

Now, regarding groundness of the fracture mechanics approach to HAC the question is if the smallness of plastic zone and FPZ according to (5) and (8) -which provide SIF governing over crack tip mechanical situation-also ensure the SIF control over hydrogen accumulation by stress-strain assisted diffusion in the vicinity of FPZ. As in the case of crack tip stressstrain fields, this is now the question about the accuracy —in near tip region— of hydrogen concentration distribution driven by the asymptotic (near-tip) stress field (asymptotic H-distribution) to represent the transient hydrogen concentration distribution driven by the far field (far-field Hdistribution). Along the time t the discrepancy T between the exact far-field controlled concentration  $C_f$ (not K-controlled) and approximate near-tip asymptotic one  $C_a$  (K-dominated) depends on point position r and time t being the solution of the equation of stressassisted diffusion (for details see Appendix):

$$\frac{\partial \mathsf{T}}{\partial t} = D\left[\nabla^2 \mathsf{T} - M_f \bullet \nabla \mathsf{T} - N_f \mathsf{T}\right] + Q \qquad (9)$$

where D is diffusion coefficient, coefficients M and N depend on hydrogen solubility  $K_s$  influenced by stressstrain field [1], and the source term is:

$$Q = -D (M_f - M_a) \bullet \nabla C_a \tag{10}$$

Initial and boundary conditions for T are always zero. Herein subscripts f and a denote, correspondingly, quantities determined by *far*-field influence (exact stressstrain distribution) and by its *asymptotic K*-governed component. The source term is:

$$Q = \begin{cases} \frac{DV_{\rm H}}{RT} \nabla(\sigma_f - \sigma_a) \bullet \nabla C_a \neq 0 & \text{at } r > R_{\rm SIF} \\ 0 & [\sigma_f \approx \sigma_a] & \text{at } r \le R_{\rm SIF} \end{cases}$$
(11)

where  $V_{\rm H}$  is the partial molar volume of hydrogen in metal, *R* the ideal gas constant, *T* the absolute temperature and  $\sigma$  the hydrostatic stress. Along the straight crack line beyond the tip,  $x \ge 0$ , approximate solution of

the equation of stress assisted diffusion was found as follows [8]:

$$C_a(x,t) = C_0 \exp\left(\frac{V_{\rm H}\sigma_a(x)}{RT}\right) \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (12)$$

or in generalised form suitable for stress-strain assisted diffusion in near tip zone (cf. [1]):

$$C_a(x,t) = C_0 K_s(x) \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$$
(13a)

$$= C_{\infty}(x) \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$$
(13b)

where  $C_0$  is the strain-free equilibrium concentration (hydrogen solubility) in metal for given environmental conditions and  $C_{\infty}$  is the stationary hydrogen distribution in loaded metal determined exclusively by local stress and strain. If compared with other available solutions (also asymptotic [9] and more accurate full time-scale ones [10]), this expression is asymptotically exact for long diffusion times, is good upper-bound approximation at intermediate and noticeable overestimation at short ones (cf.[8]). This ensures conservatisms of subsequent estimates of the far-field effect, i.e., it will not be underestimated.

From relations (13) follows that the delay of activation of the source (11) situated at  $r>R_{SIF}$ , if compared with the time of hydrogenation of the process zone  $r \leq R_{FPZ}$ , is as large as  $(R_{SIF}/R_{FPZ})^2$ . For the range of applicability of linear fracture mechanics from the estimates (5) and (8) it may be evaluated as follows:

$$\left(\frac{R_{\rm SIF}}{R_{\rm FPZ}}\right)^2 \approx \left(0.1 \ \frac{E}{\sigma_{\rm y}}\right)^2 > 100 \tag{14}$$

for steels with  $E/\sigma_{\rm Y}$ >100. This means that the source Q starts to produce the "error" T with efficiency comparable with concentration level in the process zone 100 times later the moment of reaching this degree of hydrogenation. The response of the source to reach the process zone  $r < R_{FPZ}$  from distance  $r > R_{SIF}$  and cause there perceivable deviation of T from initial zero value also needs time of the same order of magnitude. Thus, the effect of remote stress field on the diffusion of hydrogen entering at crack tip comes back to near tip zone and causes in FPZ discrepancy between faR- field and asymptotic one controlled hydrogen concentrations with a delay of about twice the value given in (14), i.e., a 200-times delay looks like a reasonable estimate. In other words, in arbitrary time units  $\tau$  at the moment  $200\tau$  the asymptotic-field controlled concentration in FPZ,  $C_a$  (x<R<sub>FPZ</sub>, t=200 $\tau$ ), can be disturbed with the value of T created according to equation (9) by the source situated at  $r > R_{SIF}$  and having a magnitude succeeding the value of  $C_a$  ( $x < R_{FPZ}$ ,  $t = \tau$ ).

In particular, considering the evolution of concentration in the point  $x=x_m\approx 2\delta_t$  of maximum tensile stress near crack tip [5],  $C_a(x_m, t)$  according to relation (13), in dimensionless time units of  $\tau = Dt/x_m^2$ , one could guess that noticeable near tip hydrogenation  $C_a$  able to emit the impetus to activate the source Q is achieved at  $\tau = 1$ to 10. Then the reply can be driven back by near/far field discrepancy and arrive in FPZ at times  $\tau > 200$ , i.e., when steady-state hydrogen distribution in crack tip vicinity have been nearly achieved. Here, due to rather low slope of the curve concentration vs time, small deviations of concentration lead to great discrepancies regarding the time of reaching some fixed value of C, in particular the critical one for fracture  $C_{cr}$ . This may have as a consequence the great scatter of CGR values v in the near-threshold part of CGK curve (the region I). Nevertheless, for the value of  $C_{cr}$ , being dependent on local fickleness of alloy microstructure is peculiar some statistical scatter which also leads to manifold increased scatter of near-threshold CGR. On this background of random microstructurerelated natural scatter, the systematic fault with respect to autonomy of FPZ hydrogenation which could cause the imperfection of the fracture mechanics approach to HAC may be considered to be of minor, if any, importance. Note, in addition, that threshold SIF for crack non-propagation, being connected with equilibrium hydrogen distribution, is not affected by distant stress-strain field.

## 3. THE INFLUENCE OF HISTORY OF COUPLED HYDROGENATING-CRACKING PROCESS

Metal hydrogenation in the vicinity of crack tip is not limited with current (instantaneous) FPZ but extends more or less significantly beyond its bounds (see scheme in Fig. 1).



Fig.1. Scheme of metal hydrogenation in the vicinity of the crack tip: coupling of hydrogenation and fracturing processes.

During each hydrogenation-fracturing cycle some amounts of hydrogen reach sites of possible subsequent FPZs. Thus, process zones hydrogenation is a sole entire process which runs from the very beginning of metal-environment interaction and along with the whole HAC proceeding. It depends on initial conditions at the very initiation of interaction and on HAC history, on elevations of crack size l=l(t) and SIF K = K(t) in particular. If hydrogenation-fracturing cycles are considered separately as in above jump-like treatment, initial conditions for hydrogen accumulation during each particular cycle within correspondent process zone are, in general, different than for preceding and subsequent ones. Thus, hydrogenation of FPZs is not purely local autonomous process but proceeds along its specific way at every run of HAC. Roughly speaking, when all key process variables are fixed, i.e., crack grows under maintained constant values of SIF, critical concentration  $C_{cr}$ , and crack jump length  $\Delta l$ , at the beginning of every *i*th hydrogenation-fracturing loop at the critical points  $x=x_{ci}$  of corresponding instantaneous FPZs, hydrogen concentrations  $C_i$ , will be different. Correspondingly, it will necessitate different times  $\Delta t_i$  to rise the concentration from  $C_i$  to  $C_{cr}$  (Fig. 1).

Here the smooth (continuum) modelling of crack growth seems to be appropriate tool for the purposes of elucidation of the topic under consideration. Crack size is assumed to vary continuously, i.e., l=l(t) being smooth function. To analyse diffusion coupled with crack growth we involve into analysis the movement of coordinate system together with a crack in distinct to previous considerations [1]. In fixed rectangular coordinate system  $r=(x_1,x_2)$  attached to a solid hydrogen diffusion equation has the form presented in [1]. Introduce coordinate system (x,y) attached to moving crack tip such that  $x=x_1-l(t)$ ,  $y=x_2$ . Then the total time derivation of concentration is:

$$\mathring{C} = \frac{\partial C}{\partial t} - \frac{dl}{dt} \frac{\partial C}{\partial x}$$
(15)

This modifies equation of stress-strain assisted diffusion [1] which in moving coordinates takes the form :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left[ \nabla^2 C - (M - \nu_x) \bullet \nabla C - NC \right]$$
(16)

where appears the vector of instantaneous CGR  $v_x$  colinear with crack growth direction (x-direction):

$$|\mathbf{v}_X| = \mathbf{v} = d\mathbf{l}/dt \tag{17}$$

Coefficients in the equation (16) are known functions of crack tip stress-strain field (cf. [1]), i.e., of SIF, and thus, of crack size:

$$M = M [K(l)], N = N [K(l)]$$
(18)

Differential equations (16) and (17) being supplemented with some criterion of crack extension provide the closed system of equations of crack growth. For the moment the criterion could be accepted as a requirement of crack extension so that concentration derived from equation (16) at a distance  $x_c$  ahead of the tip is maintained equal to critical value:

$$C(x_c, t, v, K) = C_{cr}(K)$$
 (19)

Relations (16) - (19) form the system of partial and ordinary differential equations with respect to C and ldescribing the *coupled* process of hydrogen diffusion and crack growth. The presence of argument t in the left hand part of equation (19) means that at constant Kand  $x_c$  its solution with respect to CGR is time dependent, i.e., v = v(t), but not remains constant. Thus, variability of CGR at the same SIF is unavoidable. Really, supposing CGR to be dependent only on SIF but not on time, owing to very similar appearances of equations of stress-strain assisted diffusion near stationary crack [1] and moving one (16), the crude approximate solution of the latter could be obtained by analogy with the one of the former given by formulae (13). Correspondingly, for the left hand part of equation (19) we obtain:

$$C(x_c, t, v, K) = C_0 K_s(K, x_c) \exp(-vx_c) \operatorname{erfc}\left(\frac{x_c}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (20)$$

Now it is easy to solve equation (19) with the left hand part (20) getting CGR:

$$v(K,t) = -\frac{1}{x_c} ln \left[ \frac{C_{cr}(K)}{C_0 K_s(K,x_c) erfc\left(\frac{x_c}{2\sqrt{Dt}}\right)} \right]$$
(21)

This explicitly shows that maintaining of constant SIF does not provide the single value of  $\nu$  during HAC. Consequently, CGR is not obligatory a single-value function of SIF, and CGK curve does not possess intrinsic uniqueness of a material's curve.

However, possible variability (the scatter) of values v(K) may be narrow enough to ensure practically reasonable approximate uniqueness of CGK curve. Unfortunately, it is quite difficult to check this through proper quantitative assessment. Expressions like (13) and its related one (20) could hardly serve this purpose even as a rough estimate because solution (13) was derived reclining on time-independence of the coefficients of diffusion equation like (16) which is not now the case because v=v(K,t) (apart from other variables).

Nevertheless, CGK curves obtained following some special way of testing may possess uniqueness. Namely, when controlling parameters of the process are maintained constant, time dependent fractures stabilise and reach the regime of steady-state crack growth [2]. During steady state growth all near-tip processes are time independent when viewed by an observer fixed to moving crack tip (in continuum treatment of growth process; in jump-like consideration this corresponds to stable periodic regime of hydrogenation-fracturing sequences). Existence of this regime in HAC becomes obvious because of existence of stationary solution of the equation (16), i.e., when there  $\partial C/\partial t=0$ . Comparing the shape of equation (16) of stress-strain assisted diffusion with the one for stationary crack [1] it is easy to get the exact stationary solution for the first following the way [1] of getting equilibrium concentration distribution correspondent to the second one:

$$C(x) = C_0 K_s(K, x) exp(-vx) =$$
 (22a)

$$= C_0 K_{s0} \left( \varepsilon_p(K, x) \right) exp\left( \frac{V_{\rm H} \sigma(K, x)}{RT} \right) exp(-vx) \quad (22b)$$

where  $K_{s0}$  denotes the component of hydrogen solubility coefficient dependent on plastic strain  $\varepsilon_p$  [1]. Because in steady-state growth this distribution of diffusible hydrogen around crack tip is determined completely by SIF and hydrogenation controlling parameters  $\phi_i$  (*i*=1,...), *i.e.*,  $C_0 = C_0(\phi_1,...)$  [1], whichever concentration-dependent criterion of local crack-tip fracture -e.g., like used in the right hand part of equation (19)- provides the steady-state CGR to be single-value function of mentioned governing variables of HAC process. Thus, CGK curve as a plot of steadystate CGR values vs SIF possesses uniqueness of a material's characteristic curve. (Of course, in this consideration it was guessed that near-tip stress-strain states are controlled solely by SIF, i.e., steady elastoplastic state near growing crack tip [6] has also been achieved.)

Experimental determination of these "reference" CGK curves under steady-state regimes requires the use of special types of specimens or loading modes [11] to provide negligible (slight enough) variability of SIF with crack extension over sufficiently long propagation distance to ensure reaching steady-state mode of HAC. This is rather costly and time-consuming procedure. In addition, this sort of CGK curves is of limited (or doubtful) practical significance because in real cases a diversity of behaviours of K(l) is usually met and steady-state mode of crack growth could hardly be expected. Nevertheless, this kind of experiments would be highly beneficial for elucidation of the matters of uniqueness of CGK curve.

## 4. CONCLUSIONS

From performed analysis of the supposed factors able to influence the validity of fracture mechanics approach to characterisation of HAC follows that the effect of remote not SIF-controlled stress field (the far field) on near tip hydrogen diffusion is of minor importance and can have rather weak influence on the uniqueness of CGK curve only within its near-threshold part (and, remind, has no effect on the threshold SIF). Moreover, it could be nearly lost on the background of natural random scatter of CGR data. Correspondingly, standard linear fracture mechanics preconditions regarding adequate characterisation of the mechanical state in crack tip FPZ with the use of SIF also seem to remain sufficient to ensure negligible effect of diverse remote stress distributions on kinetics of near tip hydrogenation, and thus, on uniqueness of CGK curve in case of environmental HAC.

In contrast, analysis of the coupling of hydrogenation and crack growth processes reveals that it has direct influence on CGK curve v = v(K) depriving its uniqueness as intrinsic curve of the materialenvironment system. However, if it has practically significant consequences, i.e., if this is pronounced quantitatively, remains an open question. To elucidate this matter further systematic studies of the considered effect are desired.

#### Acknowledgements

This work was funded by the Spanish DGICYT (Grant CE94-001) and Xunta de Galicia (Grant XUGA 11801A93). One of the authors (V. Kharin) is also indebted to the Spanish Office of NATO Scientific Affairs Division for supporting his stay as a Visiting Professor at the University of La Coruña (Spain).

## 5. REFERENCES

- Kharin , V., and Toribio, J. "Theoretical analysis of hydrogen assisted cracking in metals: validity of fracture mechanics approach" (in this issue).
- [2] Kanninen, M.F., and Popelar, C.H. Advanced Fracture Mechanics, Oxford Univ. Press, New York (1985).
- [3] Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. E399-81. In: ASTM Annual Book of Standards, Pt. 10, ASTM, Philadelphia, pp. 588-618 (1981).
- [4] Atkins, A.G., and Mai, Y.-W., Elastic and Plastic Fracture, Ellis Horwood Ltd., Chichester (1988).
- [5] McMeeking, R.M., "Finite deformation analysis of crack tip opening in elastic-plastic materials and implications for fracture", J. Mech. Phys. Solids, 25, pp. 357-381 (1977).
- [6] Tvergaard, V., and Hutchinson, J.W., "The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids", J. Mech. Phys. Solids, 40, pp. 1377-1397 (1992).
- [7] Narasimhan, R., "A numerical studyof fracture initiation in a ductile material containing dual population of second-phase particles. – I. Static loading", Eng. Fract. Mech., 47, pp. 919-934 (1994).
- [8] Kharin, V.S., Crack Growth in Metals Under Sustained Load and Hydrogen Effect. PhD Thesis. Lvov (1984); in Russian.

- [9] Panasyuk, V., Andrejkiv, A., and Kharin, V., "Theoretical analysis of crack growth in metals under hydrogen effect", Soviet Materials Science, 17 (4), pp. 61-75 (1981).
- [10] Kharin, V., "Crack growth in deformed metals under the action of hydrogen", Soviet Materials Science, 23, pp. 348-357 (1987)
- [11] Dietzel, W. and Schwalbe, K.-H., "Aplication of the rising displacement test to SCC investigations", ASTM STP 1210, 134-148 (1993).

## APPENDIX. Stress-strain assisted diffusion of hydrogen: the discrepancy between Hconcentration distributions controlled by farfield and near-tip asymptotic stress field.

On the basis of the general form of equation of stressstrain assisted diffusion [1], equations with respect to exact far-field controlled concentration distribution  $C_f(r,t)$  and approximate near-tip asymptotic one  $C_a(r,t)$ are, respectively, the following:

$$\frac{\partial C_f}{\partial t} = D \left[ \nabla^2 C_f - M_f \bullet \nabla C_f - N_f C_f \right] \quad (A1)$$

and

$$\frac{\partial C_a}{\partial t} = D \Big[ \nabla^2 C_a - M_a \bullet \nabla C_a - N_a C_a \Big] \quad (A2)$$

where coefficients M and N with subindices f and a are determined by corresponding stress-strain fields according to formulae  $M = \nabla lnK_s(\sigma, \varepsilon_p)$  and  $N = \nabla^2 lnK_s(\sigma, \varepsilon_p)$ . The SSY situation is under consideration when near crack tip exists the zone of SIF-dominated elastic stress-strain field. The subject of interest now is the discrepancy  $T = C_a - C_f$  between these two concentration distributions in order to estimate the effect of remote not SIF-controlled stress-strain field in cracked solid on hydrogenation of FPZ. For this reason hydrogenation conditions are supposed to be the same for both cases, i.e., the two equations have identical initial and boundary conditions. Subtracting one of the above equations from another the following equation can be derived:

$$\frac{\partial \mathsf{T}}{\partial t} = D \Big[ \nabla^2 \mathsf{T} - M_f \bullet \nabla \mathsf{T} - N_f \mathsf{T} - \Delta M \bullet \nabla C_a - \Delta N C_a \Big]$$
(A3)

with  $\Delta M = M_a - M_f$  and  $\Delta N = N_a - N_f$ . The last equation may be represented in the form of diffusion-like equation with respect to discrepancy T which is similar to (A1) but has additional source-type term:

$$\frac{\partial \mathsf{T}}{\partial t} = D \Big[ \nabla^2 \mathsf{T} - M_f \bullet \nabla \mathsf{T} - N_f \mathsf{T} \Big] + \mathsf{Q} \quad (A4)$$

$$Q = -D(\Delta M \bullet \nabla C_a + \Delta N C_a)$$
(A5)

Initial and boundary conditions for  $C_f(r,t)$  and  $C_a(r,t)$ also should be subtracted one from another to give the ones for T. Finally, the evolution of the discrepancy is governed by the equation (A4) with zero initial and boundary conditions. The latter allows to get some useful estimates to compare the two concentration distributions much easier than through direct evaluation of  $C_f$  from equation (A1) and correspondent physical initial and boundary conditions.

Regarding the source term (A5) some simplifications can be done. Recalling that  $R_{SIF}$  is the outer radius of the near-tip zone where the exact whole-field solution for stress-strain state practically coincides with its leading SIF-controlled term, i.e., where  $\sigma_a = \sigma_f$ , and  $\varepsilon_{pa} = \varepsilon_{pf}$ , we obtain:

$$\Delta M = 0$$
 and  $\Delta N = 0$  (A6)

and hence:

$$Q = 0 \quad \text{at} \quad r \le R_{\text{SIF}} \tag{A7}$$

Besides, the region  $r > R_{SIF}$  surely is the domain of elastic deformation (within reasonable eye-shot, i.e., not taking into account possible grip effects or other remote plasticity zones of no interest). Consequently, hydrogen solubility coefficients  $K_s$  for the two stressstrain states under consideration will have there different only their stress-dependent components. With this in mind, taking known expression for stressdependence of hydrogen solubility:

$$K_{s} = K_{s0}(\varepsilon_{p}) \exp\left(\frac{V_{\rm H}\sigma}{RT}\right) \tag{A8}$$

after obvious transformations it is easy to get:

$$\Delta N = \frac{V_{\rm H}}{RT} \nabla^2 (\sigma_a - \sigma_f) \tag{A9}$$

In elasticity theory it is well known that hydrostatic stresses are harmonic functions, i.e.,  $\nabla^2 \sigma_a = \nabla^2 \sigma_f = 0$ , and thus  $\Delta N = 0$  at  $r > R_{\text{SIF}}$ . Therefore:

$$Q = -D \Delta M \bullet \nabla C_a \quad \text{at } r > R_{\text{SIF}} \tag{A10}$$

Finally, taking into account that here  $\varepsilon_{pa} = \varepsilon_{pf} = 0$ , it follows:

$$Q = \frac{DV_{\rm H}}{RT} \nabla(\sigma_f - \sigma_a) \bullet \nabla C_a \text{ at } r > R_{\rm SIF} \quad (A11)$$

which represent the source term for diffusion.

## MECANICA DE LA FRACTURA Y MANTENIMIENTO DE ESTRUCTURAS DELGADAS

#### J. M. Mínguez

## Universidad del País Vasco Departamento de Física Aplicada II Facultad de Ciencias. Aptdo. 644. 48080 Bilbao.

**Resumen.** En este trabajo se integra la ecuación de Foreman, para obtener la curva de crecimiento de una grieta sobre una placa metálica sometida a esfuerzos alternos. Ello permite estudiar la influencia en la velocidad con que se propaga la grieta de diversos factores, como las características del material, la geometría del elemento estructural y las condiciones de carga. Además esto hará posible programar la inspección de la estructura, su calidad y su frecuencia, desde el diseño de la misma, lo cual tiene especial importancia en estructuras ligeras como las aeronáuticas.

Abstract. In this work the Foreman's equation is integrated to obtain the crack growth curve over a metallic plate under fatigue. Thus, the influence of different parameters upon the grack growth rate, such as the material characteristics, the geometry of the structural element and the loading conditions, can be studied. Besides, this allows us to plan the inspection of the structure, its quality and frequency, from the very design, which is specially important when dealing with thin-walled elements of aeronautic structures.

#### 1. INTRODUCCION

Las estructuras ligeras deben tener la resistencia adecuada para soportar las cargas que se esperan durante su uso y en muchas aplicaciones esta resistencia debe mantenerse durante una vida útil muy prolongada. Si, además, la estructura debe trabajar sometida a esfuerzos alternos que producen la fatiga de los distintos elementos estructurales y en condiciones ambientales adversas, como es el caso de las estructuras aeronáuticas, la conjunción de las citadas circunstancias propiciará la aparición de grietas durante las etapas avanzadas de la vida útil de estas estructuras.

Ante esta perspectiva el diseño de la estructura podría poner su objetivo en evitar las grietas, fortaleciendo sus elementos, pero esto conllevaría un incremento del peso contrario a la función específica de la estructura ligera.

Por ello, actualmente, la filosofía del "fail safe design", más que a evitar absolutamente las grietas, apunta a controlarlas y remediarlas y evitar efectivamente el colapso de la estructura y la consiguiente catástrofe.

Para lograr con éxito este objetivo hay que garantizar que al menos una inspección va a tener lugar después de que cada grieta tenga un tamaño suficiente para su detección y antes de que la misma alcance su longitud crítica.

En este contexto es evidente que el estudio del crecimiento de las grietas es de importancia capital. De ahí que actualmente haya una literatura abundante sobre el tema [1-5]. Efectivamente, conociendo cómo será el desarrollo de una grieta puede programarse la inspección necesaria para su oportuna detección a tiempo desde el mismo diseño de la estructura, lo cual es la esencia del "fail safe design".

# 2. ECUACIONES DEL CRECIMIENTO DE UNA GRIETA

La aplicación de los ciclos sucesivos de carga alterna sobre una estructura y la consiguiente fatiga de sus elementos contribuye a la aparición y al desarrollo de las grietas.

La dependencia entre el número de ciclos de carga y el tamaño de las grietas fue formulada matemáticamente por Paris [6-8] mediante la relación empírica

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \tag{1}$$

en la que *a* es la semilongitud de la grieta, *N* el número de ciclos de carga,  $\Delta K$  el intervalo del factor de intensidad de los esfuerzos durante el ciclo de carga y *C* y *m* dos parámetros fracturales que dependen de la naturaleza del material.

El mérito y la utilidad de esta expresión radica fundamentalmente en su simplicidad y en la sencillez de su aplicación. Por ello puede considerarse como una buena primera aproximación, para entender cualitativamente la influencia de los distintos factores que intervienen en el desarrollo de las grietas, como son las condiciones de carga ( $\Delta K$ ), los ciclos de ésta (N) y las características del material (C y m).

Sin embargo la precisión de la misma resulta bastante limitada, como puede deducirse de una crítica inmediata.

Efectivamente, en la ecuación (1) no aparece la tenacidad, que se define como el valor crítico  $K_c$  del factor de intensidad de los esfuerzos, a pesar de su influencia obvia en el desarrollo de una grieta. Esta influencia tiene dos aspectos. Primero, si durante un ciclo de carga el valor máximo  $K_{max}$  del factor de intensidad de los esfuerzos se iguala con la tenacidad  $K_c$ , la grieta se desarrolla bruscamente y el colapso es inmediato. Esto representaría un punto crítico que no aparece en la ecuación de Paris, pero que en realidad daría lugar al súbito final del elemento estructural. Y segundo, es evidente que la velocidad del desarrollo de una grieta se acelera a medida que  $K_{max}$  se aproxima a  $K_c$ , lo cual tampoco se refleja en la ecuación de Paris.

Además, aparte de los efectos del valor de la tenacidad, es conocido el hecho de que la relación entre los valores mínimo y máximo del factor de intensidad de los esfuerzos  $R = K_{\min}/K_{\max}$  influye en la expansión de una grieta, en el sentido de que, si varía R, tanbién varía la velocidad de su crecimiento, aun cuando  $\Delta K = K_{\max}-K_{\min}$  permanezca constante.

Por estas razones la ecuación (1) fue corregida por Foreman de la siguiente manera

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \frac{\Delta K}{(1-R)K_c - \Delta K}$$
(2)

La nueva ecuación tiene ventajas evidentes sobre la de Paris y recoge el hecho fundamental y definitorio de la tenacidad de que cuando K iguala a  $K_c$  la grieta se desarrolla bruscamente y se hace infinita. Esto se aprecia mejor si se sustituye R por su valor y se escribe

$$\frac{da}{dN} = \frac{C(\Delta K)^m}{\frac{K_c}{K_{max}} - 1}$$
(3)

Consequentemente la ecuación de Foreman se ajusta a la realidad mejor que la ecuación original de Paris. Su único inconveniente radica en que no se puede integrar analíticamente, al menos con la sencillez con que podía integrarse la de Paris. No obstante, la integración de la ecuación de Foreman, incluso teniendo en cuenta los factores geométricos correspondientes a placas delgadas finitas, puede efectuarse numéricamente sin demasiada dificultad.

Por este procedimiento es posible estudiar el crecimiento de las grietas en unos elementos muy utilizados en estructuras ligeras de paredes delgadas, como son los paneles metálicos.

# 3. INTEGRACION DE LA ECUACION DE FOREMAN

Para integrar la ecuación (3) en el caso de las placas delgadas, hay que considerar que el factor de intensidad de los esfuerzos en ellas viene dado por la expresión

$$K = Y\sigma_a \sqrt{\pi a} \tag{4}$$

que puede encontrarse en [6-8] y en la que Y es un factor geométrico que relaciona un elemento real de dimensiones finitas con la placa ideal de ancho infinito y  $\sigma_{\alpha}$  es la tensión unitaria aplicada. En particular, si se trata de una placa finita con una grieta transversal central, el factor geométrico Y adquiere el valor

$$Y = \sqrt{\sec \frac{\pi a}{2w}}$$
(5)

con w = semiancho de la placa, dado por Feddersen [9] y que concuerda muy precisamente con lo calculado por Isida [10,11].

Entonces, después de las sustituciones pertinentes, la ecuación de Foreman se transforma en la siguiente

$$dN = \frac{\frac{K_c}{\sigma_{a\,\text{max}}}\sqrt{\pi}\sqrt{\cos\frac{\pi a}{2w}} - \sqrt{a}}{C\left(\Delta\sigma_a\sqrt{\pi}\right)^m a^{(m+1)/2}} \left(\cos\frac{\pi a}{2w}\right)^{m/2} da$$
(6)

De esta manera se obtendrá la función  $a = a(\Delta N)$ , en la que aparecen diversos parámetros, que pueden clasificarse en tres grupos:

1) las propiedades del material descritas por los parámetros fracturales m y C y la tenacidad  $K_c$ ,

2) los parámetros geométricos como la semilongitud inicial  $a_o$  de la grieta (tamaño mínimo detectable) y el semiancho de la placa w, y

3) las condiciones de carga dadas por el intervalo de la tensión unitaria aplicada  $\Delta \sigma_a$  durante un ciclo y el valor máximo de ésta  $\sigma_{amax}$ .

#### 4. RESULTADOS

La integración de la ecuación (6) se realizó numéricamente mediante un sencillo programa de ordenador, tomando  $da = \Delta a = 1$  mm. y transformando la integral en una suma finita. En esta sección se presentan los resultados de la misma de acuerdo con la anterior clasificación de los parámetros. En todos los casos se muestra la dependencia del tamaño de la grieta con respecto al número de ciclos desde que la semigrieta tiene un tamaño  $a_o$  hasta que adquiere un tamaño variable a.

El tamaño de una grieta que la hace detectable es obvio que es muy variable y depende fundamentalmente de la clase y calidad de la inspección que se lleve a cabo, así como del lugar y de las circunstancias en que la grieta deba ser encontrada. En todas las figuras que siguen la semilongitud de la grieta inicial se ha tomado  $a_o = 20$ mm., como un valor típico, de modo que todos los gráficos son consistentes en este punto. No obstante, la lectura de todos ellos es sencilla e inmediata para cualquier otro valor de  $a_o>20$  mm.

La semilongitud final  $a_c$  de una grieta se calcula igualando el factor de intensidad de los esfuerzos en la placa con la tenacidad del material, lo que da la ecuación

$$\frac{a_{c}}{\cos\frac{\pi a_{c}}{2w}} = \frac{K_{c}^{2}}{\sigma_{a\max}^{2}\pi}$$
(7)

Esta ecuación se ha resuelto por iteraciones sucesivas y en la figura 1 se muestra el tamaño crítico de una grieta para distintas anchuras del panel, en función de la relación entre la tenacidad del material y la tensión aplicada máxima. Cuando la grieta alcanza este tamaño tiene lugar el colapso y las curvas de crecimiento de las grietas deducidas de la ecuación de Foreman adquieren una pendiente infinita y se interrumpen. En cambio, este punto crítico no queda determinado en la ecuación de Paris, sino que en las curvas resultantes de integrar la misma habría que introducirlo como un final brusco, previamente calculado aparte a través de la ecuación (7) (ver figura 6).



Fig. 1. Tamaño crítico de una grieta en placas de varios anchos frente a la relación entre la tenacidad y la máxima tensión unitaria aplicada.

El valor del parámetro *m* correspondiente a las aleaciones de aluminio está aproximadamente en el intervalo 3-4 según [7], por lo cual en los cálculos se han tomado los valores característicos de 3'5 y 3'6, mientras que al parámetro *C* se le ha atribuído un valor del orden de  $10^{-13}$  mm<sup>3m/2+1</sup>/ciclo N<sup>m</sup>.



Fig. 2. Dependencia del crecimiento de una grieta en una placa de ancho 2w = 400 mm. con respecto a los parámetros m y C.  $K_c$ =5000 N/mm<sup>3/2</sup>,  $\sigma_{amax}$ =200 N/mm<sup>2</sup>,  $\Delta \sigma_a$ =150 N/mm<sup>2</sup>.

A este respecto conviene notar que el parámetro m es adimensional, mientras que las unidades de C dependen precisamente del valor que adquiera m.

En las figuras 2 y 3 aparece la dependencia del desarrollo de una grieta con respecto a los parámetros fracturales m y C y a la tenacidad del material. Es indudadble que la determinación experimental de estos parámetros es un asunto de la mayor importancia.



Fig. 3. Desarrollo de un grieta sobre un panel de 400 mm. de anchura, dependiendo de la tenacidad.  $m=3^{\circ}5$ ,  $C=10^{-13} \text{ mm}^{3m/2+1}/\text{ciclo N}^m$ ,  $\sigma_{amax}=200 \text{ N/mm}^2$ ,  $\Delta\sigma_a=150 \text{ N/mm}^2$ .



Fig. 4. Expansión de una grieta para varios intervalos de la tensión unitaria aplicada, dejando constante la tensión máxima.  $m=3^{5}$ ,  $C=10^{-13}$  mm<sup>3m/2+1</sup>/ciclo N<sup>m</sup>,  $K_c=5000$  N/mm<sup>3/2</sup>,  $\sigma_{amax}=200$  N/mm<sup>2</sup>, 2w=400 mm.

Por otra parte, en las figuras 4 y 5 se muestra la influencia que las condiciones de carga alterna pueden tener sobre el crecimiento de las grietas. Para ello se ha

integrado la ecuación de Foreman en varios supuestos de carga. Primero se ha considerado una tensión máxima determinada y se ha variado la mínima, como aparece en la figura 4, en la que se varía el parámetro  $\Delta \sigma_a$ . Luego, en la figura 5, se varía la tensión máxima para un  $\Delta \sigma_a$  determinado, con lo cual varía el cociente  $R=\sigma_{amin}/\sigma_{amax}$ .



Fig. 5. Crecimiento de una grieta sobre una placa, variando la máxima tensión unitaria aplicada y la relación  $R. m=3^{5}$ ,  $C=10^{-13}$  mm<sup>3m/2+1</sup>/ciclo N<sup>m</sup>,  $K_c=5000$  N/mm<sup>3/2</sup>,  $\Delta\sigma_a=150$  N/mm<sup>2</sup>, 2w = 400 mm.



**Figura 6.** Desarrollo de grietas en placas de distintas anchuras.  $m=3^{\circ}5$ ,  $C=10^{-13}$  mm<sup>3m/2+1</sup>/ciclo N<sup>m</sup>,  $K_c=4000$  N/mm<sup>3/2</sup>,  $\sigma_{amax}=200$  N/mm<sup>2</sup>,  $\Delta\sigma_a=150$ N/mm<sup>2</sup>. A trazos aparece la curva deducida de la ecuación de Paris para una placa infinita.

Finalmente, también se ha estudiado la influencia del ancho de la placa metálica en la velocidad con que se desarrolla una grieta sobre ella. La figura 6 representa el resultado de integrar la ecuación de Foreman, variando la semianchura del panel w desde 100 mm. hasta infinito.

# 5.- COMENTARIOS Y OBSERVACIONES

Del análisis anterior se deduce que el colapso de una placa agrietada sometida a tensión alterna tendrá lugar cuando la longitud de la grieta alcance un tamaño crítico determinado. La figura 1 muestra la dependencia de esta longitud crítica con respecto a la relación entre la tenacidad y la tensión máxima aplicada, para varias anchuras de la placa. Cuando la tenacidad es muy baja, el tamaño crítico de la grieta es muy reducido independientemente del ancho de la placa. Esto concuerda perfectamente con la idea definitoria de fragilidad que indica que un material frágil no soporta ninguna grieta en absoluto, sino que cualquier grieta, por pequeña que sea, se expande inmediatamente y provoca su colapso.

También hay que notar que el tamaño crítico de la grieta depende del ancho de la placa, en el sentido obvio de que al crecer este ancho crece el tamaño crítico.

Consecuentemente, la longitud crítica de una grieta es el resultado de la combinación de tres parámetros, la tenacidad del material, la anchura geométrica de la placa y la carga que soporta, en particular la tensión aplicada máxima. Por ello, la elección de estos parámetros determinará si una estructura está aproximándose a su colapso o todavía tiene por delante una vida prolongada.

De cualquier manera, cuando una grieta alcanza su longitud crítica la velocidad de su crecimiento se hace infinita, según la ecuación de Foreman, y el fallo es inminente. Esto es lo que aparece en todas las figuras siguientes.

En la figura 2 se representa el crecimiento de una grieta sobre un panel, considerando distintos valores de los parámetros fracturales m y C del material. Puede apreciarse que, aunque estos parámetros no influyen en el tamaño crítico de la grieta, el crecimiento de ésta es muy diferente dependiendo de sus valores y, como consecuencia, el número máximo de ciclos de carga está muy influenciado por los mismos. Ello significa que cualquier análisis de la seguridad de la vida de una estructura mediante los principios de la Mecánica de la Fractura debe estar basado en una estimación cuidadosa de los parámetros m y C.

De acuerdo con la figura 2, el número máximo de ciclos de carga, que determina la vida segura de un elemento estructural, es más alto cuando ambos parámetros fracturales disminuyen. Es decir que la calidad de un material, desde este punto de vista, viene dada por un valor reducido de sus parámetros fracturales m y C.

La figura 3 muestra el crecimiento de una grieta sobre distintas placas de materiales con diferente tenacidad.

Como las condiciones de carga no varían de una placa a otra, el tamaño crítico de la grieta cambia con la tenacidad, al igual que las curvas del desarrollo de la grieta. Evidentemente, el crecimiento de la grieta es más lento a medida que la tenacidad se hace más alta. Por lo tanto, la vida del elemento agrietado es función de su tenacidad y, de acuerdo con la figura, la relación entre ambas, vida y tenacidad, es lineal con mucha aproximación.

La relación entre la amplitud del intervalo de la tensión aplicada en cada ciclo de carga y la velocidad de expansión de las grietas parece ser muy significativa en la figura 4, a pesar de que, mientras la tensión máxima no varíe, tampoco variará la longitud crítica de las grietas. Esto lleva consigo importantes consecuencias en lo que se refiere a la vida de un elemento estructural. Efectivamente, aun cuando la carga máxima permanezca la misma, la vida de un panel metálico puede verse muy reducida por un pequeño incremento del rango de la tensión unitaria aplicada. Esto significa que la disminución de la carga mínima implica un acortamiento relevante de la vida del elemento estructural, lo cual puede parecer paradójico, pero en realidad revela muy patentemente los efectos negativos de la fatiga debida a la carga alterna en cuanto a la resistencia de un material.

A continuación, en la figura 5 el intervalo de la tensión aplicada se mantiene constante, pero se varía la tensión máxima. Entonces, al disminuir la tensión máxima, la longitud crítica de las grietas aumenta, lo cual, juntamente con la disminución de la velocidad de crecimiento de las mismas, da lugar a un amplio incremento del número de ciclos de carga que puede soportar la estructura. En todas las curvas de esta figura se indica el valor de la relación entre las tensiones aplicadas mínima y máxima que aparece en la ecuación de Foreman.

Por último, la figura 6 evidencia el hecho de que el incremento de la anchura de una placa prolonga su vida en la eventualidad de una grieta, pero asímismo es notorio y patente que este procedimiento no debe ni puede emplearse con carácter indefinido. Efectivamente, en primer lugar, el número de ciclos de carga  $\Delta N$  que determina la vida del elemento estructural agrietado tiene un límite que corresponde a  $w = \infty$  y, en segundo lugar, a medida que w crece este límite se hace más próximo y la ganancia en  $\Delta N$  debida a un incremento de w disminuye hasta hacerse imperceptible.

La integración de la ecuación de Foreman para obtener la función  $a = a(\Delta N)$  estudiada en diversos casos, además de servir para el diseño de ciertos elementos estructurales proclives al agrietamiento, será de utilidad fundamentalmente para programar la frecuencia de su inspección. Efectivamente, de esta manera puede garantizarse una inspección de tales elementos en el intervalo de tiempo que transcurre desde que la grieta tiene el tamaño mínimo detectable hasta que alcanza su longitud crítica, con lo cual puede descubrirse y ser remediada antes de que provoque el colapso de la estructura y la consiguiente catástrofe.

Ya se ha dicho que ésta es la filosofía del "fail safe design", en el cual la resistencia de la estructura en sí misma no es algo absoluto, sino relativo, en función de las condiciones del mantenimiento que se programen para su vida útil. Estas condiciones incluirán el procedimiento y la calidad de la inspección, que determinarán a su vez el tamaño mínimo de una grieta detectable, y la frecuencia de la misma.

# **6.-** CONCLUSIONES

Se ha integrado numéricamente la ecuación de Foreman que se ajusta a la realidad mejor que la ecuación de Paris. Esto permite evaluar con mayor precisión el número de ciclos de carga que un panel metálico agrietado puede soportar a partir del momento en que la grieta es detectable en una inspección. Por consiguiente la frecuencia de la inspección puede determinarse de acuerdo con el tiempo que ese número de ciclos representa en las condiciones reales de carga.

Todos los parámetros que intervienen en el crecimiento de las grietas han sido estudiados y se ha determinado su influencia en el punto crucial de este problema, que no es sino el máximo número de ciclos de carga que una estructura puede sobrellevar antes de su colapso.

Se ha probado la importancia de determinar con precisión los parámetros fracturales m y C, de modo que las previsiones derivadas a partir de la Mecánica de la Fractura y a aplicar en el diseño de una estructura ofrezcan la confianza requerida.

La longitud crítica de las grietas y la velocidad de su crecimiento dependen muy fuertemente de las propiedades del material, de la geometría del elemento estructural y de las condiciones de carga reales, de tal manera que la influencia de todas y cada una de estas variables es muy relevante y deber ser considerada en todos los casos. Sin embargo, al diseñar una estructura, en la que pueda aparecer una grieta, es especialmente importante tener en cuenta el efecto de la alternancia de la carga y de la fatiga que ocasiona, y estudiar en particular el intervalo de la tensión aplicada, que puede acortar la vida del elemento agrietado aun cuando la tensión máxima permanezca constante.

Igualmente, hay que resaltar que, si bien incrementar las dimensiones de ciertos elementos puede ser efectivo para prolongar su vida una vez agrietados, este criterio no es válido más allá de cierto punto, después del cual no merecerá la pena ningún posterior incremento del tamaño de los mismos.

Todo lo anterior posibilitará en la práctica el "fail safe design", relativizando en efecto la resistencia de la estructura, para diseñarla en función del mantenimiento requerido.

### 7. REFERENCIAS

- [1] Kocak, M., "Fatigue crack growth in aircraft structures", Ph. D. Thesis, University of Bath (1982).
- [2] Iida, J., Hasebe, N. y Nakamura, T., "Approximate expressions for SIF of crack initiating from notch for thin plate bending and plane problems", Engng. Fracture Mech. 36, 819-825 (1990).
- [3] Butler, S. y Mínguez, J. M., "Implications of fracture mechanics in engineering design", Engng. Fracture Mech. 42, 339-346 (1992).
- [4] Mínguez, J. M. y Vogwell, J., "Safe life of cracked structural elements", Engng. Fracture Mech. 46, 143-150 (1993).
- [5] Mínguez, J. M., "Foreman's crack growth rate equation and the safety conditions of cracked structures", Engng. Fracture Mech. 48, 663-672 (1994).
- [6] Knott, J. F., Fundamentals of Fracture Mechanics. Butterworths, London (1973).
- [7] Parker, A. P., The Mechanics of Fracture and Fatigue. E. & F. N. Spon Ltd., London (1981).
- [8] Broek, D., The Practical Use of Fracture Mechanics. Kluwer, Dordrecht (1988).
- [9] Feddersen, C. E., "Discussion to: Okabe strain crack toughness testing of metallic materials", ASTM STP 410, 77 (1966).
- [10] Isida, M., Stress-intensity factors for the tension of an eccentrically cracked strip, J. Appl. Mech. 33, 674-675 (1966).
- [11] Isida, M., Effect of width and length on stress intensity factors of internally cracked plates under various boundary conditions, Int. J. Fracture Mech. 7, 301-316 (1971).

## FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES EN UN DETALLE CONSTRUCTIVO PARA ESTRUCTURAS METALICAS

#### A. Valiente y M. Elices

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

**Resumen**. Este trabajo tiene como finalidad evaluar el margen de seguridad frente a la rotura frágil que ofrece un detalle constructivo típico de estructuras metálicas en celosía. El detalle se emplea para resolver las uniones de las barras a los nudos cuando aquellas son de sección tubular, y por tanto transmite los esfuerzos de tracción a que están sometidas las barras. La magnitud empleada para evaluar el margen de seguridad ha sido el factor de intensidad de tensiones correspondiente a la fisura cuya formación es propiciada en mayor medida por la tipología del detalle. El factor de intensidad de tensiones ha sido determinado mediante aproximaciones ingenieriles y métodos analíticos modelizando para ello la transmisión de fuerzas en el detalle. Los resultados obtenidos no sólo reflejan los efectos del detalle sobre el coeficiente de seguridad frente a la rotura frágil, sino que también permiten conocer la influencia de los distintos parámetros de diseño.

Abstract. The aim of this paper is to evaluate the safety margin against brittle fracture for a constructional detail usual in truss steel structures. The function of the detail is to connect truss members having hollow circular cross section, so it transfers tensile forces from a tubular member to the joint at which the member is connected. Safety margin has been evaluated through the stress intensity factor corresponding to the type of crack more likely to appear according to the configuration of the detail. Stress intensity factor values were determined on the basis of engineering approaches and analytical methods, as well as the force distribution due to the detail which was derived by modelling its mechanical action on the structural member. The results not only show the effects of the detail on the safety against the brittle fracture, but they also give the quantitative influence of the different design parameters.

### **1. INTRODUCCION**

El bajo número de fallos por rotura frágil en estructuras metálicas se debe fundamentalmente a la alta tenacidad de los aceros empleados. Dados los procedimientos de ejecución que se emplean en la construcción metálica, por mucho que se cuide el proyecto, sería materialmente imposible asegurar la integridad estructural frente a esa clase de fallo si los aceros utilizados fuesen de tenacidad media o baja. Las medidas de seguridad a adoptar con tales aceros se basan en evitar las concentraciones de tensión y en eliminar los defectos que pudieran llegar a convertirse en fisuras y actuar como desencadenantes de una rotura frágil, lo que las hace virtualmente incompatibles con una parte esencial de la construcción metálica como son los detalles constructivos. Las concentraciones de tensión y los defectos que los detalles llevan aparejados, además de inevitables, son difícilmente controlables en la práctica, porque la ejecución in situ, unida a la cantidad y complejidad de los detalles, da lugar a desviaciones del proyecto y a la aparición de acciones parásitas que pueden alterar cualquier previsión.

Estas limitaciones de la construcción metálica para ase-

gurar la integridad estructural contra la rotura frágil se compensan empleando aceros de alta tenacidad y ductilidad, capaces de deformarse plásticamente para diluir las concentraciones de tensión y de desgarrarse dúctilmente si se alcanza la condición de rotura. Por ello, no suele valorarse el efecto que la tipología de un detalle pueda tener sobre la posibilidad de una rotura frágil, y aunque los códigos y normas recomiendan genéricamente evitar formas que provoquen fuertes concentraciones de tensión, no aportan criterios para poder valorar ese tipo de efectos. No obstante, las cualidades del acero estructural pueden resultar insuficiente contra la rotura frágil si los factores que la propician se unen. Así lo reconoce el eurocódigo EC3 [1], que limita los espesores utilizables en función de la temperatura mínima de servicio, la velocidad de deformación, el nivel de solicitación y las consecuencias de una eventual rotura.

Este trabajo está dedicado a un detalle constructivo típico de estructuras metálicas y tiene por objeto analizar las características del detalle que pueden incidir sobre su integridad respecto a la rotura frágil, así como valorar cuantitativamente la influencia de cada una. El análisis consiste en: a) establecer el tipo y tamaño de fisura cuya
formación es más probable por verse favorecida tanto por la concepción como por la ejecución del detalle, y b) determinar el factor de intensidad de tensiones correspondiente para los esfuerzos a transmitir por el detalle, según el proyecto. En esta segunda parte del análisis se ha evitado la modelización numérica del detalle en beneficio de los modelos analíticos, porque aparte de la mayor generalidad de los resultados, el coste y la complejidad de la modelización numérica en un detalle constructivo constituyen un freno casi insuperable para extender y fomentar el uso de la Mecánica de Fractura como medio de asegurar la integridad estructural frente a la rotura frágil en la construcción metálica.

### 2. DESCRIPCION DEL DETALLE

El detalle constructivo objeto de este trabajo se emplea para materializar nudos de unión en estructuras metálicas de celosía cuando entre las barras que confluyen en el nudo las hay con sección tubular con pared delgada. Como elemento de conexión entre las barras se usan cartelas metálicas que en el caso de los tubos penetran en ellos a lo largo de dos ranuras paralelas cortadas según dos generatrices diametralmente opuestas. Cada cara de las ranura se une a la cara de la cartela enfrentada a ella mediante una soldadura en ángulo. Por lo tanto, la unión entre las barras tubulares y las cartelas queda asegurada con cuatro cordones longitudinales de soldadura. La figura 1 muestra el detalle constructivo y en ella aparecen las dimensiones más relevantes: el radio R y el espesor e del tubo, y la anchura 2a y la longitud s de la ranura.





La misión del detalle es transmitir al nudo los esfuerzos a que se encuentran sometido el tubo, principalmente esfuerzos axiles y excepcionalmente momentos flectores. Por ello, como se indica en la figura 2, se ha considerado que el tubo sólo transmite al nudo una fuerza de tracción  $N_0$  aplicada sobre el eje de revolución, y que lo hace a través de la cartela.

En un detalle con esta tipología, aunque la cartela no suele estar en contacto con el plano de fondo de las ranuras porque se deja deliberadamente un pequeño espacio entre ambos, hay varias razones relacionadas con la ejecución del detalle, por las cuales dicho fondo puede llegar a actuar como una fisura:

- El corte de las ranuras puede hacerse en taller suavizando los cambios de plano entre los bordes y el fondo mediante acuerdos curvos, pero la celosía ha de montarse in situ y la precisión con que puede hacerse el montaje es limitada. En caso de estructuras diseñadas para salvar grandes luces, las celosías pueden medir decenas de metros y las distancias que separan los nudos entre los cuales hay que encajar las barras pueden ser de varios metros. Dado que el espesor de las cartelas y la anchura de las ranuras es de milímetros es casi inevitable tener que retocar las ranuras para montar las barras. Esto supone efectuar cortes en condiciones que hacen muy difícil el control, tanto de la geometría como del estado superficial en que queda el material, por lo cual no es infrecuente observar ángulos de corte en arista viva y superficies de corte muy fragilizadas. Estas condiciones propician que el fondo de la ranura acabe convertido en una fisura metalúrgica.
- En ocasiones, con el fin de hacer inaccesible el interior de los tubos, y quizás para evitar la concentración de tensiones que ocasiona un orificio rectangular, el espacio dejado entre las cartelas y el fondo de las ranuras se rellena con soldadura. Frecuentemente el relleno se fisura al contraerse durante el enfriamiento y las fisuras así formadas cruzan la ranura de un lado a otro.

De acuerdo con estas consideraciones, la fisura postulada en el detalle constructivo es una fisura circunferencial pasante coincidente con el fondo de la ranura. Así pues, estaría situada en la sección transversal del tubo donde termina la ranura y tendría una longitud 2a igual a la anchura de ésta. Para el cálculo del factor de intensidad de tensiones es conveniente tener en cuenta este último dato, que representa una importante restricción en cuanto al tamaño de fisura. La presencia de las ranuras reduce la sección resistente del tubo y por ello la suma de sus anchuras siempre es un porcentaje reducido del perímetro del tubo. Esto justifica que sólo sea necesario considerar porcentajes menores del 10 %, con lo cual la longitud de la fisura será inferior a 0,05 veces el perímetro del tubo.

La figura 2 muestra el tubo con la fisura y las acciones a que estaría sometido: la fuerza de tracción  $N_0$  y las fuerzas distribuidas linealmente con densidades f(x) y f'(x), que la cartela ejerce a través de los cordones de soldadura. Las fuerzas resultantes de las distribuciones f(x) y f'(x) se obtienen en función de  $N_0$  imponiendo el equilibrio de fuerzas y momentos. Ambas son iguales a  $N_0/2$ .





## 3. CALCULO DEL FACTOR DE INTENSI-DAD DE TENSIONES

El principio de superposición permite demostrar que los factores de intensidad de tensiones correspondientes a las figuras 2 (estado de cargas 1) y 3 (estado de cargas 2) son iguales, y por tanto basta resolver el caso de la figura 4 para hallar la solución buscada.



Fig. 3. Caso equivalente para determinar el factor de intensidad de tensiones.

En efecto, el estado 2 es el resultado de superponer el estado 1 y su simétrico respecto al plano de la fisura, ambos con las cargas divididas por dos. Ahora bien, el estado 1 y su simétrico son un mismo estado contemplado desde posiciones distintas y por tanto tienen el mismo factor de intensidad de tensiones. Como esta magnitud es aditiva respecto a las cargas que la originan, la superposición del estado 1 y su simétrico da lugar a un estado cuyo factor de intensidad de tensiones es dos veces el de 1 pero con las cargas divididas por dos, y por tanto es igual al del estado 1.

En consecuencia, si K<sub>N</sub>, K<sub>f</sub> y K'<sub>f</sub> son las contribuciones

al factor de intensidad de tensiones del estado **2** (figura 3), debidas respectivamente al esfuerzo axil  $N_0/2$ , a la fuerza lineal f/2 y a la fuerza lineal f/2, dicho factor y el del estado **1** (figura 2) serán:

$$K = K_N + K_f + K'_f$$
(1)

Entre los factores de intensidad de tensiones publicados para tuberías de pared delgada con fisuras circunferenciales pasantes, se encuentran los debidos a tracción simple y a flexión pura [2]. Para el esfuerzo axil de la figura 3 la expresión correspondiente es:

$$K_{\rm N} = \frac{N_0 \sqrt{\pi a}}{4\pi Re} H_{\rm N} \left(\frac{a}{R}, \frac{e}{R}\right) \approx \frac{N_0 \sqrt{\pi a}}{4\pi Re}$$
(2)

donde  $H_N(\cdot)$  es una función adimensional cuyo valor para el máximo tamaño de fisura considerado difiere de la unidad en menos de un 5 % si e/R = 10 y en menos de un 9% si e/R = 20.

Para fuerzas distribuidas sobre el eje de la fisura como las que ejerce la cartela no se dispone del factor de intensidad de tensiones. No obstante, hay datos suficientes para calcularlo si se desprecia el efecto de la curvatura del tubo y se asimila a una placa de anchura  $2\pi R$  y espesor e con una fisura en el centro de longitud 2a. El error cometido con esta aproximación, que será tanto más pequeño cuanto menor sea la longitud de la fisura comparada con el radio del tubo, se puede estimar por analogía, comparando los factores de intensidad de tensiones del tubo y la placa en el caso de tracción simple. Para una placa de las dimensiones indicadas, con una fisura y una carga de tracción iguales a las del tubo, la expresión del factor de intensidad de tensiones que puede encontrarse en la referencia [3] sólo se diferencia de (2) en que la función  $H_N(\cdot)$  es distinta. Sin embargo, al particularizar en ambas funciones las dimensiones máxima de la fisura, los valores que se obtienen difieren en menos del 5 %, una diferencia del mismo orden que el propio error de la función  $H_N(\cdot)$  dada en la referencia [2]. En consecuencia, el factor de intensidad de tensiones K, del tubo se ha sustituido por el de la placa representada en la figura 4.



Fig. 4. Tubo asimilado a una placa.

La solución de este problema para una distribución de fuerzas lineales cualesquiera no aparece explícitamente entre las soluciones publicadas, pero puede calcularse por superposición a partir del caso en que la distribución se reduce a dos fuerzas puntuales opuestas, situadas a la misma distancia y de la fisura pero a distinto lado, y con valor unidad por unidad de espesor. Si el factor de intensidad de tensiones para ese problema es  $k_f$ , el de la figura 4 sería:

$$K_{f} = \int_{0}^{s} \frac{f(x)}{2e} k_{f} dx$$
(3)

De acuerdo con la referencia [3], para fisuras inferiores al máximo tamaño supuesto, el factor  $k_f$  puede calcularse con un error menor del 1 % empleando una función adimensional  $\kappa(\cdot)$ , dependiente del coeficiente de Poisson del material, v:

$$k_{f} = \frac{\sqrt{\pi a}}{2\pi R} \kappa \left(\frac{a}{R}, \frac{x}{2R}\right)$$
(4)  
$$\kappa \equiv \frac{\operatorname{Ch} \frac{x}{2R} \left(1 + \frac{1 + v}{2} \frac{\frac{x}{2R} \operatorname{Th} \frac{x}{2R} \cos^{2} \frac{a}{2R}}{\operatorname{Ch}^{2} \frac{x}{2R} - \cos^{2} \frac{a}{2R}}\right)}{\sqrt{\operatorname{Ch}^{2} \frac{x}{2R} - \cos^{2} \frac{a}{2R}}}$$
(4)

Sustituyendo (4) en (3) e introduciendo la fuerza  $N_0/2$  resultante de la distribución f(x), la expresión del factor de intensidad de tensiones K<sub>f</sub> adopta la forma:

$$K_{f} = \frac{N_{0}\sqrt{\pi a}}{4\pi Re}H_{f}$$
(5)

$$H_{f} \equiv R \int_{0}^{\frac{s}{2R}} \frac{2f}{N_{0}} \kappa \left(\frac{a}{R}, \overline{x}\right) d\overline{x}$$
(5')

La contribución  $K'_f$  que resta por determinar es la de las fuerzas lineales f'(x)/2 ejercidas por la cartela sobre la generatriz del tubo diametralmente opuesta al eje de la fisura (figura 4). Teniendo en cuenta que es un sistema fuerzas alejadas de la fisura, su acción sobre ésta se puede estimar mediante la de otro sistema estáticamente equivalente. Un sistema que cumple esa condición es el formado por las dos fuerzas y los dos momentos de la figura 5. El factor de intensidad de tensiones correspondiente a la pareja de fuerzas es la mitad del dado por la ecuación (2), mientras que el debido a la pareja de momentos será negativo, y de acuerdo con la referencia [2] vendrá dado por:

$$K_{f2}' = -\frac{\frac{N_0 R}{4} \sqrt{\pi a}}{\pi R^2 e} H_M\left(\frac{a}{R}, \frac{e}{R}\right) \approx -\frac{N_0 \sqrt{\pi a}}{4\pi R e} \quad (6)$$

ya que, como ocurriera con (2), el error que se comete haciendo  $H_M(\cdot)$  igual a la unidad es muy pequeño, incluso para el tamaño de fisura máximo. Así pues:

$$K'_{f} = \frac{N_{0}\sqrt{\pi a}}{8\pi Re} - \frac{N_{0}\sqrt{\pi a}}{4\pi Re} = -\frac{N_{0}\sqrt{\pi a}}{8\pi Re}$$
(7)



Fig. 5. Tercera contribución al factor de intensidad de tensiones del detalle constructivo.

$$K'_{f} = \frac{N_{0}\sqrt{\pi a}}{8\pi Re} - \frac{N_{0}\sqrt{\pi a}}{4\pi Re} = -\frac{N_{0}\sqrt{\pi a}}{8\pi Re}$$
(7)

Sustituyendo (2), (5), y (7) en (1) se obtiene finalmente:

$$K = \frac{N_0 \sqrt{\pi a}}{4\pi Re} \left(\frac{1}{2} + H_f\right)$$
(8)

La influencia de la tipología del detalle sobre el factor de intensidad de tensiones se puede evaluar comparando el factor dado por (8) con el que ocasionaría la misma fisura si el tubo pudiera transmitir el esfuerzo axil  $N_0$  sin necesidad de detalle. Puesto que dicho factor es el doble del dado por (2), se sigue que el detalle multiplica el factor de intensidad de tensiones por:

$$\frac{K}{K_0} = \frac{1}{4} + \frac{H_f}{2}$$
(9)

Tanto este factor multiplicativo como el propio factor de intensidad de tensiones (8) dependen de la distribución de fuerzas f(x) a través de la función  $H_f$ . Es imprescindible pues conocer esa distribución.

#### 4. FUERZAS EN EL DETALLE

De acuerdo con (5), la función H<sub>f</sub> depende del modo como la cartela distribuye la fuerza  $N_0/2$  sobre el tubo a través de los cordones de soldadura, lo que permite acotar su valor bajo dos hipótesis límite: a) la unión tubo-cartela es infinitamente rígida y la fuerza  $N_0/2$  se concentra al comienzo de la zona de transmisión, es decir, sobre la fisura, y b) la flexibilidad de la unión es suficiente para que la fuerza  $N_0/2$  se distribuya uniformemente. La distribución real será una solución intermedia, pero sólo mediante un modelo que tenga en cuenta la deformabilidad de los elementos integrantes de la unión tubo-cartela es posible obtener una solución teórica. El modelo de este tipo que se ha desarrollado se basa en admitir que la cartela es infinitamente rígida, que en el tramo de unión con ella el tubo se deforma con arreglo a la hipótesis de Navier de Resistencia de Materiales, y que los cordones de soldadura trabajan a corte simple en régimen elástico.

Las fuerzas por unidad de longitud f y f', transmitidas a lo largo de las dos generatrices de unión entre el tubo y la cartela (figura 2), hacen disminuir los esfuerzos en el tubo a lo largo del detalle hasta anularse en el extremo del tubo. Imponiendo la condición de equilibrio de fuerzas y momentos entre dos secciones del tubo separadas por una distancia elemental dx (figura 6), se deduce inmediatamente la relación existente:



Fig. 6. Transmisión de esfuerzos en el detalle.

$$f = \frac{1}{2} \left( \frac{dN}{dx} + \frac{1}{R} \frac{dM}{dx} \right)$$
(10)

$$f' = \frac{1}{2} \left( \frac{dN}{dx} - \frac{1}{R} \frac{dM}{dx} \right)$$
(11)

Las deformaciones longitudinales del tubo  $\varepsilon$  y  $\varepsilon'$  en las generatrices de unión están relacionadas con los esfuerzos a través de las fórmulas de Resistencia de Materiales basadas en la hipótesis de Navier. Si el módulo de elasticidad del tubo es E, se tiene:

$$\varepsilon = \frac{1}{E} \left( \frac{N}{2\pi Re} + \frac{M}{\pi R^2 e} \right)$$
(12)

$$\varepsilon' = \frac{1}{E} \left( \frac{N}{2\pi Re} - \frac{M}{\pi R^2 e} \right)$$
(13)

La superficie de la soldadura en contacto con la cartela no se deforma, pero si lo hace la que está unida al tubo.y su deformación ha de ser la misma calculada a partir del tubo o de la soldadura. Si c representa la flexibilidad a cortante de las soldaduras por unidad de longitud, los elementos de longitud dx a través de los cuales se transmiten las fuerzas fdx y f'dx experimentan alargamientos de valor respectivo ɛdx y ɛ'dx o cfdx y cf'dx, según que se consideren como efecto de la deformación angular de los cordones o de la deformación longitudinal de las generatrices del tubo unidas a la cartela:

$$\varepsilon = c \frac{df}{dx} \tag{14}$$

$$\varepsilon' = c \frac{df'}{dx} \tag{15}$$

Las igualdades (10) a (15) constituyen un sistema de seis ecuaciones diferenciales de primer orden que permiten determinar las seis funciones  $\varepsilon(x)$ ,  $\varepsilon'(x)$ , f(x), f'(x), N(x) y M(x) al añadir las condiciones de contorno:

$$N(0) = N_0 \quad N(s) = M(0) = M(s) = 0$$
 (16)

La distribución de fuerzas f(x) que se obtiene como solución del sistema es:

$$f = \frac{N_0 \lambda}{2s} \frac{Ch(\lambda - \lambda \frac{X}{S})}{Sh\lambda}$$
(17)

donde  $\lambda$  es una constante adimensional de valor:

$$\lambda \equiv \frac{s}{\sqrt{Ec\pi Re}}$$
(18)

En la figura 7 se han representado las distribuciones correspondientes a dos valores típicos de la constante  $\lambda$ , junto con la distribución uniforme. Como puede verse la fuerza transmitida tiende a concentrarse en el comienzo de la unión, siendo más acusado ese efecto cuanto mayor es  $\lambda$ , esto es, cuanto más rígida es la unión tubo-cartela. En cualquier caso, la figura 7 pone de manifiesto que la hipótesis de distribución uniforme infravalora considerablemente el efecto de concentración de fuerzas.



Fig. 7. Distribución de fuerzas en el detalle.

#### 5. VALORES DEL FACTOR DE INTENSI-DAD DE TENSIONES

Conocida la distribución de fuerzas f(x), basta sustituirla en las ecuaciones (8) ó (9) para obtener finalmente la expresión buscada del factor de intensidad de tensiones:

$$\frac{K}{K_0} = \frac{1}{4} + \frac{\lambda R}{2s} \frac{\int_0^{\frac{5}{2}R} Ch\left(\lambda - 2\overline{x}\lambda\frac{R}{s}\right)\kappa\left(\frac{a}{R}, \overline{x}\right)d\overline{x}}{Sh\lambda}$$
(19)

De acuerdo con la ecuación (19), las variables adimensionales que determinan el factor de intensidad de tensiones son las relaciones a/R y s/R y la constante  $\lambda$ . En la figura 8 se ha representado gráficamente el factor adimensional K/K<sub>0</sub> en función de la relación s/R para valores particulares de las otras dos variables adimensionales. La integral de la ecuación (19) se ha calculado numéricamente. neales sobre el eje de la fisura [3].

## 6. CONCLUSIONES

El análisis fractomecánico de un detalle constructivo típico para transmisión de esfuerzos entre elementos de estructuras metálicas ha permitido evaluar la influencia de su tipología y de los parámetros de diseño sobre el riesgo de una rotura frágil. Los resultados obtenidos ponen de relieve a través del factor de intensidad de tensiones que el coeficiente de seguridad es al menos la mitad, pero puede ser varias veces inferior, al que se estimaría te-



Fig 8. Valores del factor de intensidad de tensiones del detalle constructivo

Las curvas de la figura 8 revelan ante todo que el detalle ejerce un importante efecto amplificador sobre el factor de intensidad de tensiones. Comparado con el que produciría el mismo esfuerzo axil transmitido sin detalle, inmediatamente se duplica y puede llegar a cuadruplicarse o quintuplicarse para valores de los parámetros de diseño del detalle que no son en absoluto inusuales. La influencia de cada uno de dichos parámetros también queda establecida en las curvas de la figura 8. La tendencia decreciente del cociente K/K<sub>0</sub> con s/R indica que, como era de esperar, el efecto amplificador es menos acusado cuanto mayor es la longitud del detalle, ya que al aumentar la longitud de las soldaduras para transmitir una fuerza dada, ésta se concentra más débilmente en las proximidades de la fisura. Como también era de esperar por la misma razón, el efecto amplificador crece con la rigidez de los cordones (representada por el parámetro \lambda), pero en cambio disminuye con la anchura de la ranura, sin que esto signifique que con el propio factor K suceda lo mismo, ya que Ko depende de la anchura de la ranura. Este efecto es típico en placas cuando hay fuerzas concentradas o liniendo en cuenta únicamente el esfuerzo transmitido y no el modo de transmitirlo por parte del detalle.

# 7. REFERENCIAS

- Eurocode 3 Editorial Group, "Eurocode 3: Design of Steel Structures", Commission of the European Communities, Bruselas (1990)
- [2] A. Zahoor, "Closed Form Expressions for Fracture Mechanics Analysis of Cracked Pipes", ASME Journal of Pressure Vessel Technology, 107, pp 203–205, (1985)
- [3] H. Tada, P. Paris y G. Irwin "The Stress Analysis of Cracks Handbook". Paris Productions Inc., St. Louis (1985)

#### RECONSTRUCCION DE PROBETAS CHARPY: ESTUDIO COMPARATIVO MEDIANTE PENDULO INSTRUMENTADO

#### J. Lapeña, F. J. Perosanz, J. Serrano

# CIEMAT Centro de Investigaciones Energéticas Medioambientales y Tecnológicas Avda. Complutense 22, Madrid 28040 (ESPAÑA)

**Resumen**: La posibilidad de extensión de vida de las Centrales Nucleares actualmente en explotación reviste ciertos problemas en cuanto al número de probetas de material irradiado existentes en las cápsulas de vigilancia. Un método muy útil para incrementar el número disponible de estas probetas es la reconstrucción de las mismas previo ensayo. En el presente trabajo, ha sido llevada a cabo la reconstrucción de probetas Charpy-V mediante "Stud Welding", y posteriomente ensayadas en un péndulo instrumentado. Los resultados muestran una buena correlación entre las probetas originales y las reconstruidas. Han sido detectadas desviaciones de los datos a altas temperaturas de ensayo, justificadas por la existencia de la ZAT que interfiere en el crecimiento dúctil de la grieta.

Abstract: The possibilities of life extension of nuclear power plants cause a problem because the specimens introduced in the surveillance capsules, to assess the material behaviour, are limited. Reconstitution after testing is a very useful method to increase the number of these specimens. In this paper, reconstitution of Charpy-V specimens has been carried out by Stud Welding, followed by testing in an instrumented Charpy. Results show a good correlation between normal and reconstituted specimens. Discrepance at high temperature is justified by the existence of a heat affected zone that interferes the ductile crack growth.

# INTRODUCCION

La reutilización de material irradiado perteneciente a las cápsulas de vigilancia de reactores mucleares es un tema que desde comienzos de los años ochenta hasta la actualidad viene siendo estudiado por diversos grupos de investigación en todo el mundo. Este interés viene apoyado por la posibilidad de alargar la vida útil de plantas actualmente en explotación que se acercan al final de su vida prevista de diseño. La reutilización de este material ya irradiado representativo del daño acumulado de la vasija, es de vital importancia de cara a la prolongación de vida propuesta.

En principio, para dicha reutilización cualquier procedimiento de reconstrucción podría ser válido, incluyendo la unión de implantes a la probeta charpy ya ensayada por medio de adhesivos. Este procedimiento ha sido llevado a cabo con éxito por otros grupos de investigación, si bien se trataba en su caso de probetas charpy miniatura, en las que las menores solicitaciones mecánicas permitían el uso de esta técnica. En nuestro caso particular las probetas objeto de estudio son las Charpy-V convencionales, de dimensiones  $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}$ , por lo que se hizo necesario recurrir a técnicas de soldadura para realizar la unión en cuestión, si bien se ha de tener en cuenta que el citado proceso no ha de alterar las constantes mecánicas del material a ensayar, ni producir ningun efecto de tratamiento térmico que recupere el daño producido por la irradiación neutrónica.

Por este motivo, el procedimiento de reconstrucción sugerido fue el de "Stud Welding", dado que asegura unas mínimas dimensiones del baño de fusión y de la ZAT (Zona afectada térmicamente), por lo que la alteración de cualidades mecánias asociadas a la heterogeneidad que representa la soldadura, se reducen notoriamente.

Nuestro objetivo a lo largo del presente trabajo, es delimitar los límites de aplicación de este procedimiento de unión, verificando para ello la inalterabilidad de resultados mediante comparación entre las probetas originales y las reconstruidas utilizando para tal fin un péndulo Charpy instrumentado.

# PARTE EXPERIMENTAL

El procedimiento de reconstrucción sugerido "Stud Welding" pasa primero por la unión de unos implantes mediante soldadura de cara a garantizar una continuidad mecánica total en la pieza (Figura 1)[1]. Sin embargo cualquier unión soldada presenta una serie de problemas:

- Aparición de un baño de fusión y una zona afectada por el calor, las cuales confieren una zona de heterogeneidad en el material.
- Aporte de calor controlado, evitando producir efectos de tratamiento térmico en el material irradiado que modifique sus propiedades mecánicas.
- Aparición de tensiones residuales, evitables únicamente con un tratamiento térmico posterior de la zona de unión (descartable en nuestro caso).



Figura 1 Procedimiento de reconstrucción de probetas Charpy-V

#### Materiales

El material utilizado en la experimentación ha sido un acero al carbono no irradiado convencional (F111) generalmente empleado en construcción. Las características que hicieron aconsejable emplear este material son su bajo límite elástico y su alta tenacidad. Igualmente, el material seleccionado como implante es también un acero al carbono de fácil mecanización (F211), dada la evidente necesidad de ajustar las dimensiones de la probeta tras su soldadura para ceñirse a las estrictas tolerancias que marca la norma de ensayo ASTM E 23-91[2].

La composición química atendiendo a la catalogación de estos aceros es la señalada en la tabla I.



Figura 2. Metalografía del material original

La microestructura de ambos materiales es muy similar, con grandes granos de ferrita y pequeños granos de perlita (fina) a lo largo de una dirección preferente, lo que hace pensar en un proceso de laminación o de extrusión en su fabricación. (Figura 2).

La Micrografía de SEM del material original de la Figura 3 permite comprobar su estructura ferríticoperlítica, al igual que una estructura perlítica fina, lo que induce a pensar en una velocidad de enfriamiento moderada-alta.



Figura 3. Fotografía de SEM (1000 aumentos) del material original

С		Mn	Si	Р	s	
F 111	0.1-0.2	0.4-0.7	0.15-0.4	< 0.035	< 0.035	
F 211	< 0.20	0.60-1.20	0.10	< 0.10	< 0.30	

 Tabla I. Composición química en % de los materiales

 empleados

El menor contenido en carbono del acero F211 favorece la dilución del mismo desde el baño de fusión hacia el material del implante, reduciendo por tanto la cantidad de martensíta en la ZAT y las tensiones residuales generadas por el acomodo de las dos estructuras reticulares presentes, de un lado la ferrita cúbica centrada en el cuerpo del material original y del implante, y de otro la citada marténsita de la ZAT, con estructura tetragonal centrada y con parámetros de red en función de la cantidad de carbono

Ambos materiales presentan un bajo límite elástico y una gran tenacidad, lo que desde el punto de vista del ensayo Charpy conlleva una zona plástica asociada al crecimiento de la grieta de grandes dimensiones. Esta zona plástica para temperaturas de ensayo elevadas ( $\approx$ 120 °C) puede ser de suficiente extensión para interaccionar con la ZAT y por la presencia de la fase martensítica antes mencionada dar lugar a una discrepancia de resultados entre las probetas originales y soldadas. Este efecto será comentado a continuación en la sección de resultados.

#### Equipo utilizado



Figura 4. Colocación de las probetas a soldar en las mordazas

Para efectuar la unión por soldadura de las probetas Charpy una vez ensayadas, se empleó equipo de soldadura por "Stud Welding" de la marca SCHLATTER que proporciona una corriente de soldadura de 1000 A de intensidad con una diferencia de potencial en el arco de 20 - 30 V, estableciendose un arco con una duració controlada de 0,2 s.

Este proceso consta de tres fases que pueden ser simultáneas (algunas de ellas) o sucesivas en el tiempo (Figura 4). Primeramente, se ubican las partes a soldar en las mordazas de la máquina, asegurándose una buena fijación a las mismas para evitar indeseables desplazamientos durante el proceso de soldadura. Seguidamente, se acercan las mordazas entre sí, hasta una distancia mínima por encima de la cual no se establece arco eléctrico entre las partes a soldar. Una vez alcanzado este punto, se inicia el arco entre las piezas, que para el caso que nos compete se forma con una pequeña caída de potencial (del orden de 20 V) pero con una alta intensidad (alrededor de 1000 A). Este arco, se establece durante un tiempo aproximado a 0,2s (impuesto por las dimensiones de la unión a realizar) por encima del cual, la cantidad de material fundido supera la deseable, produciéndose proyecciones de dicho metal al ambiente circundante. Como paso final, una vez finalizado el arco se proyectan las piezas una contra otra a gran velocidad, consiguiendo la expulsión del baño fundido por proyección lateral del mismo, a la vez que un efecto de foria sobre la unión, hecho que confiere a la soldadura unas buenas cualidades resistentes.

Para el ensayo posterior de las probetas una vez soldadas se utilizó un péndulo instrumentado de la marca WOLPERT con una tarjeta de adquisición de datos de 1 Kb y el software necesario para su adquisición.

Para la interpretación y el tratamiento de estos datos se implementó el equipo con software de desarrollo propio, encaminado a filtrar y tratar la señal procedente del ensayo. El desarrollo de este software ha sido una de las partes mas importantes del trabajo y sin el cual, cualquier tratamiento posterior de los datos hubiera sido imposible.

## **RESULTADOS Y DISCUSION**

Se efectuaron un total de 10 ensayos a temperaturas comprendidas entre - 20 y 150 °C en las probetas originales, y otros tantos en el mismo espectro de temperaturas para las probetas reconstruidas. Los esultados obtenidos y la representación de las curvas aparecen en la Figura 5





La aparición tanto de la ZAT como del baño de fusión introducen en el material una zona de elevada dureza y baja tenacidad ocasionada por la formación de martensíta, Esta fase provocada por el fuerte gradiente térmico necesario para que el resto de la probeta no sufra el indeseable efecto de tratamiento térmico (mordazas refrigeradas). origina una pérdida de cualidades del material en una zona muy restringida del mismo, pudiendo hablar literalmente de una barrera que impide el flujo plástico dentro del material.

El gradiente térmico necesario para preservar al material original de un tratamiento térmico durante el proceso de soldadura adopta el perfil señalado en la Figura 6[3]. La fuerte pendiente de la curva de temperatura da lugar a una elevada velocidad de enfriamiento, la cual, a su



Figura 6. Distribución de temperaturas desde la intercara de unión



Figura 7. Perfil de dureza Vickers a través de la soldadura.

vez, es la causante de la formación de la fase martensítica.

La aparición de esta barrera viene confirmada por el perfil de dureza a través de la unión soldada (Figura 7), donde se aprecia que a ambos lados del baño de fusión (línea central del gráfico) existen dos zonas con un máximo de dureza flanqueadas por dos zonas a ambos lados de dichos máximos (A-B y C-D) originadas por las tensiones residuales subsiguientes al proceso de unión.

Observando la curva de la Figura 5 se aprecia que a partir de 100 °C no existe buena concordancia entre los valores de energía pertenecientes a probetas originales y sus homólogas reconstruidas. En el ajuste de las curvas a un modelo de tangente hiperbólica, no se han tenido en cuenta los puntos de 110 y 150 °C de la probeta reconstruida. Para tratar de explicar este efecto recurrimos a las gráficas obtenidas durante el ensayo Charpy en el péndulo instrumentado.

Antes de cualquier intento de interpretación de los registros de señal obtenidos se hizo necesario un filtrado de la señal, para lo cual, como se ha comentado con anterioridad se desarrolló un software específico para el procesado digital de la señal.

La potencia de cálculo del programa desarrollado permitió analizar el espectro de la señal recibida y aplicarle todos los tipos de filtros digitales comercialmente utilizados (Chebysev, Butterworth Windows, etc) comprobando que los mejores resultados se obtenían aplicando un filtro Window tipo Hanning con 50 coeficientes y realizando posteriormente una convolución de dichos coeficientes con la señal original. El resultado de dicho tratamiento puede observarse en la Figura 8.

Del análisis de las curvas de la Figura 5, se aprecia con facilidad que para temperaturas de ensayo superiores a



Figura 8. Filtrado digital de la señal procedente del péndulo instrumentado

100 °C los datos pertenecientes a las probetas reconstruidas sufren un importante incremento de energía con respecto a las originales, si atendemos a las curvas Fuerza-Tiempo-Energía (Figura 9) obtenidas del péndulo instrumentado para una temperatura de ensayo de 110 °C, se puede intentar explicar este comportamiento.



Figura 9. Registro Fuerza-Tiempo del ensayo a 110 °C

De las dos probetas reconstruidas 1 y 2 (usando las dos mitades de la Charpy-V original ensayada), la denominada como "1" una tiene una concordancia casi completa con la de partida, mientras que sin embargo, la denominada como "2" muestra un notable incremento del área plástica encerrada por la curva Fuerza-Tiempo. No obstante se puede apreciar también como su comportamiento elástico es identico al de la original y el máximo alcanzado en la curva es igualmente comparable.

Si analizamos más detalladamente los registros de ambas probetas, representando las variaciones de flexibilidad del martillo, obtenidas dividiendo el valor de la fuerza en cada punto por el valor de desplazamiento obtenido de la ecuación[4]:

 $v(t) = v_o - \frac{\Delta t}{2m} \sum_{i=t_i}^{t} F_i - F_{i+1}$  [1]

y:

$$s(t) = \frac{\Delta t}{2} \sum_{i=t_i}^{t} v_i + v_{i+1}$$
 [2]

Donde  $V_0 =$  Velocidad inicial

F = Fuerza

 $\Delta t$  = Intervalo de tiempo (1/ Frecuencia) m = masa de la cabeza del péndulo.

se puede apreciar una curva como la de la Figura 10, donde se aprecian ciertos cambios de concavidad a convexidad característicos para todos los ensayos, además de un máximo claramente definido y desplazado de la curva original Fuerza-Tiempo.

Si hacemos coincidir el instante en que se produce dicho máximo en la curva de flexibilidad, con el mismo instante de tiempo en la curva original de Fuerza-Tiempo se aprecia fácilmente que el punto obtenido concuerda favorablemente con el valor del "General Yield" según los criterios generalmente utilizados para su determinación (Figura 10)[5].



Figura 10. Determinación de los puntos críticos en la curva F-t mediante las variaciones de flexibilidad

Del mismo modo, si tenemos en cuenta que la variación de flexibilidad esta en directa correspondencia con el momento de progresión de la grieta durante el ensayo, podemos ajustar la curva de flexibilidad en el rango comprendido entre el máximo y la rama asintótica de cero a un polinomio (en nuestro caso de grado 9) y derivar dos veces con respecto al tiempo para obtener las máximas variaciones de la pendiente de la curva (velocidad de cambio en la flexibilidad)[6].

Igualando a cero esta segunda derivada obtenemos los puntos de inflexión de dicha curva (Figura 11), los cuales, podemos asociarlos a fenómenos como crecimiento dúctil de la grieta, punto de detención y enromamiento del borde de la entalla.

Mediante esta representación podemos comprobar como dichos puntos no son coincidentes en las tres probetas estudiadas, siendo incluso inexistentes algunos de ellos como por ejemplo en el caso de la muestra original, donde solamente existe un punto de inflexión, pudiendo hablar por lo tanto de un crecimiento dúctil contínuo de la grieta a partir de dicho punto.

El diferente comportamiento de la curva de flexibilidad para estos dos casos (original y reconstruida a 110 °C) es el factor determinante para explicar el brusco



Figura 11. Variaciones de flexibilidad en las tres probetas a 110 °C

aumento de energía consumida en la probeta reconstruida.

Así, por ejemplo para el caso de la probeta original se puede observar en la Figura 12 como la curva de flexibilidad tiene una caida suave al igual que su correspondiente curva Fuerza-Tiempo de origen. Del mismo modo (Figura 9), en el caso de la probeta reconstruida, se presentan hasta un total de tres puntos de inflexión a partir del máximo, que podemos asociar



Figura 12. Probeta original mostrando un crecimiento de grieta dúctil estable

de forma creciente en el tiempo con: enromamiento del borde de la entalla, crecimiento dúctil estable de la fisura y propagación inestable de la misma hasta la rotura completa.

El otro punto anómalo en cuanto energía (150 °C) tiene un análisis en todo similar al ya comentado de 110 °C, por lo cual, todo lo hasta ahora señalado es extensivo también a su caso.

Todas las temperaturas analizadas siguiendo esta sistemática han mostrado un comportamiento similar,

por lo que de los datos obtenidos y repetitividad de resultados, cabe pensar en la posibilidad de evaluar directamente los valores de K y J dinámicos sin utilizar probetas preagrietadas, siendo objeto de un futuro trabajo la demostración de su viabilidad sin necesidad del establecimiento de una pregrieta de fatiga [7].

#### **CONCLUSIONES**

De lo hasta ahora comentado, surge como primera pregunta la calidad del proceso de reconstrucción descrito, el cual, para materiales muy dúctiles y a elevada temperatura, introduce una auténtica barrera que frena el flujo plástico asociado al crecimiento estable dúctil de la grieta.

La extensión de esta zona plástica es función del tipo de material ensayado y de la temperatura a la que se verifique el mismo, por lo que de cara a evaluar el cambio en la energía de transición dúctil-frágil (41J) que se suele dar a temperaturas por debajo de 100 °C, no parece un factor condicionante .

Sin embargo, en el otro dato de interés de cara a la fragilización por irradiación neutrónica como es el descenso del UPPER SHELF" [8] (rama asintótica superior), el efecto de la heterogeneidad provocada por la unión soldada es muy acusado, falseando claramante los resultados obtenidos y por consiguiente la previsión de daño por irradiación.

Como observación final cabe señalar que la posible reorientación del plano de crecimiento de la grieta, pasando por ejemplo de T-L a L-T o viceversa, es en principio desaconsejable, dado que el pequeño cubo de material de 10x10x10 mm necesario, restringe severamente la zona plástica asociada, pudiendo interaccionar desde bajas temperaturas con la ZAT.

# REFERENCIAS

- Valo, M. and Ahlstrand, R., "Application of Reconstitution Welding Technique for Studying Base Metal of Novovoronesh Unit-1 Trepan Sample" Small Specimen Test Techniques Applied to Nuclear Reactor Vessel Thermal Annealing and Plant Life Extension, ASTM STP 1204, W. R. Corwin, F. M. Haggag, and W. L. Server, Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1993, pp. 440-456.
- [2]. Norma ASTM E 23-91 "Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials" ASTM Standards (1991).
- [3]. Pedro Luis y Luis, "Transporte de Calor por Conducción", D. Legal M-28.725-83.

- [4]. Coz Díaz, J. J. del, Fdez. Canteli, A., Kalthoff, J. F., "Caracterización Dinámica de varios aceros de Via", Anales de Mecánica de Fractura, Vol. 11. pág 170-177. (1994).
- [5]. A. Fabry, E. van Walle, R. Chaouadi, J. P. Wannijn, A. Verstrepen, J. L. Puzzolante, Th. Van Ransbeeck, J. Van de Velde., "RPV STEEL EMBRITTLEMENT: Damage modeling and micromechanics in an engineering perspective", INRNE, 1784 Sofia, Bulgaria, Oct 1993.
- [6]. L. Sánchez, F. Gutierrez Solana, J. Fordeyn, S, Verstraeten. "Relación entre Resiliencia y Tenacidad a Fractura en Aceros Inoxidables Dupex Envejecidos a Baja Temperatura", Anales de Mecánica de Fractura, Vol. 11, (1994).
- [7]. ASTM E 24.03.03, "Proposed Standard Method of Test for Instrumental Impact Testing of Precracked Charpy Specimens of Metallic Materials". Draft 2d, ASTM, 1981.
- [8]. American Nuclear Regulatory Commission, "Radiation Embrittlement of Reactor Vessel Materials". Guide 1.99 Rev. 2, U.S.N.R.C. (1988).

# ANÁLISIS DE ÁLABES DE TURBINA Y DETERMINACIÓN DE LAS POSIBLES CAUSAS DE SUS FISURAS.

#### Armando Priegue\*, Enrique Porto\*, Fernando Iglesias\* y Pedro Merino\*\*.

# \* ASOCIACIÓN DE INVESTIGACIÓN METALÚRGICA DEL NOROESTE (AIMEN). Vigo. \*\* Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales. Universidad de Vigo.

**Resumen**. Se ha estudiado un grupo de 23 álabes de turbina fisurados, construidos de acero inoxidable martensítico DIN x20CrMo13, que pertenecen a una turbina de vapor de baja presión con 90.537 horas de funcionamiento. Las fisuras que aparecen en todos los álabes son perpendiculares al eje longitudinal de la pieza. La superficie de fractura está recubierta de óxidos de hierro, Magnetita y Hematites. Igualmente, en la superficie de fractura, aparecen las típicas marcas concoidales propias de un proceso de fatiga progresivo y que ha comenzado en puntos definidos de la superficie externa de los álabes. Los estudios metalográficos señalan la existencia de una corrosión por picaduras. En el fondo de los pozos de corrosión, y por su efecto de entalla, se han iniciado grietas de fatiga que han ido desarrollándose hacia el interior del álabe por la acción combinada de la agresión química y las solicitaciones mecánicas cíclicas.

Abstract. This paper study a group of 23 cracked blades, made of martensitic stainless steel DIN x20CrMo13, that belong to a low pressure steam turbine with 90,537 working hours. The fissures are perpendicular to the longitudinal axis of the blades. The fracture surface is covered by iron oxides, Magnetite and Hematites. Also, typical beach marks of a fatigue process appear on the fracture surface. They started in well defined points of the external surface of blades. The metallography studies indicate the presence of a pitting corrosion. Fatigue cracks were initiated in the bottom of pitting due its notch effect, and they were extended to the inside of blade by the combined action of the chemical aggression and cyclic mechanical loads.

# 1. INTRODUCCIÓN

Los dos álabes de acero inoxidable martensítico DIN x20CrMo13, cuya fotografía se muestra en la Figura 1, pertenecen a un grupo de 23 álabes fisurados, todos ellos correspondientes a un misma fila, de una turbina de vapor de baja presión de una central termoeléctrica, que contabilizaba en el momento de la parada y retirada de los álabes, un total de 90.537 horas de funcionamiento a 200°C de temperatura. Todas las fisuras tienen en común el hecho de ser perpendiculares al eje longitudinal del álabe. La fotografía de la Figura 2 muestra detalles de la zona fisurada de uno de los álabes.

# 2. ANÁLISIS QUÍMICOS Y ENSAYOS MECÁNICOS.

Los análisis químicos, realizados por Espectrometría Automática de Fluorescencia de Rayos X, complementada con LECO para las determinaciones de C y S, y la metalografía, confirman que su composición química y su estructura metalográfica - agujas de martensita- son correctas.



Fig. 1. Aspecto general de los álabes de turbina examinados. |(0,20x)|.

También, los ensayos realizados de tracción, a temperatura ambiente y a 200°C, flexión por choque (resiliencia) y dureza indican que las características mecánicas son correctas, ya que están cercanas a las especificadas en las normas, aunque se ha de tener en cuenta que el material ha sufrido un proceso de envejecimiento a a la temperatura de trabajo, 200°C, que habrá originado una elevación en los valores de la tracción y dureza y un descenso en la resiliencia [1].

# 3. ANÁLISIS METALOGRÁFICO. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Estudio de la fisura

Se ha llevado a cabo por Microscopía Óptica, utilizando un banco metalográfico Leitz Wetzlar MM-5. Se ha realizado una preparación metalográfica del corte recto P1 de una fisura que corresponde a la línea de trazos de la Figura 2. De su estudio se puede deducir:

a) La fisura y su plano de desarrollo son perpendiculares al eje longitudinal de la pieza. Esta afirmación puede extenderse, prácticamente, a las fisuras de los 23 álabes.

b) Las fisuras están rellenas de óxidos de hierro (Véase la Figura 3), lo que indica que ha existido una agresión por oxidación-corrosión.

c) Sus ramificaciones son pequeñas y escasas lo que las distingue de las generadas en un proceso de corrosión bajo tensiones (Véase la Figura 4).[2].

## 3.2 Estudio de la superficie de fractura

Mediante el corte apropiado se pudieron separar los labios de la fisura y observar su superficie de fractura. Su aspecto es el propio de una superficie creada progresivamente. Nos lo indican las curvas suaves que señalan las sucesivas etapas de su desarrollo y el color pardo, con diferentes tonalidades, característico de un lento proceso de oxidación [3].

El estudio de la superficie de fractura se realizó con Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), mediante un equipo JEOL JSM 6400, en una de las curvas de la fisura. La superficie aparece cubierta de cristales, angulosos y redondeados, de óxidos de hierro, señal evidente de la existencia de un proceso de oxidación (Véase la Figura 5). La confirmación de la presencia de óxidos se realizó por Difracción de Rayos-X, en cuyo difractograma aparecen los picos correspondientes a la Magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) y Hematites (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).



Fig. 2. Grieta de un álabe. Las líneas de trazos indican la posición de los cortes para las preparaciones metalográficas. (5X).



**Fig. 3**. Masas de óxido formados en el interior de la grieta de un álabe. Estructura martensítica. Ataque Reactivo de Vilella. (200 X)

Después de un ligero decapado, a fin de eliminar parcialmente la capa de óxidos, la superficie de fractura muestra las típicas marcas concoidales (Beach Marks) de un proceso de fatiga, [4] tal como se evidencia en la Figura 6. Su origen parece estar situado en el extremo del borde superior de esta fotografía señalado por la flecha.



**Fig. 4**. Pequeñas ramificaciones y masas de óxidos formados en el interior de la grieta de un álabe. Estructura martensítica. Reactivo de Vilella. (200 X).



**Fig. 5**. Cristales de óxidos recubriendo la superficie de la grieta de un álabe. Microscopía Electrónica de Barrido. (1.000 X).

## 3.3 Estudio de la superficie exterior del álabe.

Aparecen picaduras heterogeneamente distribuidas a ambos lados de la fisura (Figura 2). En la Figura 7 puede verse un detalle de una zona alejada de la grieta. En ambas, la fotografía se ha realizado una vez chorreada la pieza para su limpieza superficial a fin de poder llevar a cabo los ensayos no destructivos pertinentes.



**Fig. 6.** Superficie de una de las caras de la fisura. El lugar de comienzo de las marcas concoidales queda señalado por la flecha. (5,6 X).

La exploración metalográfica de la superficie del álabe se realizó mediante los cortes rectos P2 y P3, señalados con líneas de trazos en las Figuras 2 y 7, respectivamente. Aparecen pozos de corrosión (picaduras) con grietas en su fondo (Figuras 8 y 9).



Fig. 7. Detalle de la superficie del álabe a 10 cm, aproximadamente de la fisura. Picaduras. (5,8 X).





Fig. 8. Corte P2 de la Figura 2. Pozo de corrosión seguido de una pequeña fisura rellena de óxidos. Estas micrografías nos revelan el inicio del proceso siguiente:



**Fig. 9**. Corte P3 de la Figura 7. Grieta de 0,2 mm, aproximadamente, de profundidad, rellena de óxidos, que parte de una pequeña picadura. Estructura martensítica. Ataque Reactivo de Vilella. (200 X).

Aparece, en primer lugar, un fenómeno de corrosiónoxidación que da lugar a la formación de pozos de corrosión o picaduras. Éstas representan puntos concentradores de tensiones por su efecto de entalla y, seguidamente, se formarán microgrietas en su fondo como consecuencia de un proceso superpuesto de fatiga. Las microgrietas irán desarrollándose progresivamente hasta dar lugar a una fisura macroscópica.[5] En el álabe tenemos, en este momento, una fisura desarrollada y otras en crecimiento que parten del fondo de las picaduras. Todas son paralelas.

No se han encontrado señales de que los álabes hayan sufrido un tratamiento superficial previo de granallado de pretensión o "Shot-Peening", que hubiese aumentado simultáneamente la resistencia a la corrosión y a la fatiga [6] los dos factores que interesan en este caso.`

## 4. CONCLUSIONES

4.1. Las fisuras que aparecen en los álabes son perpendiculares al eje longitudinal de la pieza.

4.2. La superficie de fractura está recubierta de óxidos de hierro, Magnetita y Hematites, que se ha podido estudiar con Microscopía Electrónica de Barrido y Difracción de Rayos-X, una vez separados los labios de la fisura.

Estructura martensítica. Ataque Reactivo de Vilella. (500 X).

4.3. Igualmente, en la superficie de fractura aparecen las típicas marcás concoidales propias de un proceso de fatiga progresivo y que ha comenzado en puntos definidos de las superficie externa del álabe.

4.4. Los estudios metalográficos señalan la existencia de una corrosión por picaduras que ha producido pozos de corrosión. En su fondo, y por su efecto de entalla, se han iniciado grietas de fatiga que han ido desarrollándose hacia el interior del álabe por la acción combinada de la agresión química y las solicitudes mecánicas cíclicas.

4.5. En definitiva, la simultaneidad de los fenómenos de corrosión y fatiga da lugar al proceso de CORROSIÓN-FATIGA, que consideramos la causa del fallo. La acción simultánea de los fenómenos de fatiga y corrosión da lugar a un proceso más intenso y rápido que el que se presentaría si actuaran separadamente estos dos factores.

## 5. REFERENCIAS

[1] Sinha A. K., "Ferrous Physical Metallurgy", pp523-608, Butterworths Publishers, Stoneham, MA, USA. [2] Jones D.A., "A Unified Mechanism of Stress Corrosion and Corrosion Fatigue", Metall. Trans. A, **16A**, 1133-1141 (1985).

[3] Devereux O., Mc Evely A. J. y Staehle R. W., Ed., "Corrosion Fatigue-Chemistry, Mechanics, and Microstructure", Proceedings of NACE Conference, Storrs, CT, June 1971, National Association of Corrosion of Corrosion Engineering" (1972).

[4] Hertzberg R.W., "Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials", Third Edition, pp 457-462, John Wiley & Sons, New York.

[5] Pao P. S. y Wei R. P., "Corrosion -Fatigue Failures", en "Failure Analysis an Prevention" Volume 11 of "Metals Handbook", 9th Edition, pp 252- 262, The American Society for Materials, Materials Park, Ohio, USA.

[6] Koibuchi K, Haymama T. y Kaway S., "Residual stress and fatigue strength of surface hardened components", 1ere Conf. Int. sur le Granaillage de **Precontrainte**, París, 1981.

## ROTURA GENERALIZADA DE UN ENREJADO DE ACERO PERTENECIENTE A UNA CENTRAL HIDROELÉCTRICA

#### E.J. HERRERA, L. SORIA Y J.M. GALLARDO

## Universidad de Sevilla Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales E.T.S.I. Industriales, Avda. Reina Mercedes s/n, 41012 Sevilla.

Resumen. Las rejas de los tubos de aspiración de las turbinas-bombas de la central de bombeo de una planta hidroeléctrica se habían destruído a los ocho años de su puesta en servicio. Para conocer el origen de este deterioro prematuro, se nos aporta un trozo de pletina en el que hay varios restos de la soldadura con los redondos de acero desaparecidos. Las observaciones visuales y los ensayos, principalmente metalográficos, realizados han llevado a la conclusión de que la rotura de la reja debe atribuirse a una deficiente ejecución de la soldadura de ensamblaje, unido al empleo de un acero de baja soldabilidad y a un diseño poco conveniente de la estructura. Esto ha dado lugar a la aparición de grietas. La reja, originalmente provista de microfisuras, situada en un medio acuoso natural (pantano) y sometida a vibraciones, ha fallado por fatiga con corrosión. Se hacen recomendaciones relativas a una nueva concepción de las uniones, del diseño del conjunto y de la ejecución de las soldaduras

Abstract. Total failure of the grills used in a hidroelectric power-plant for holding back solids in the dam water had occured after eight years of service. The grills were immersed and placed just at the entrance of the tubes employed to force in the water by pumping. A piece of plate with various remains of welded joints with desappeared steel bars was the only material available for examination. Failure analysis, especially using metallographic techniques, has been carried out. It is concluded that the grills failed by corrosion fatigue. Fatigue was promoted by the presence of cracks originated by the combined effect of an inappropriate welding procedure, including the use of a low-weldability material, and a poor design of the grill. Recommendations concerning detail design of welded joints, welding procedures and design of the structure are made.

# 1. INTRODUCCIÓN

En una inspección industrial realizada a los ocho años de su puesta en servicio, se había detectado que las rejas de los tubos de aspiración de las turbinas-bombas de la central de bombeo de una planta hidroeléctrica se encontraban destruídas. En la figura 1 se presenta un esquema del diseño original de una de las rejas. En un marco constituído por perfiles en U se disponen pletinas horizontales de acero de dimensiones 20x160 mm, separadas entre sí 200 mm; para el arriostramiento vertical se sueldan, entre cada dos pletinas adyacentes, redondos de 20 mm de diámetro y longitud nominal de 180 mm, separados entre sí por una distancia de 200 mm. Las rejas de acero habían sido galvanizadas en caliente.

Para conocer el origen de este deterioro prematuro, juzgado, de entrada, por los técnicos de la empresa como ocasionados por corrosión acuosa, se nos aporta un trozo de pletina en el que hay restos de la soldadura con los redondos desaparecidos de acero (Figs. 2 y 3).

#### 2. ENSAYOS DE CORROSIÓN

En una primera observación, la causa de la destrucción de las rejas no parecía ser un simple fenómeno de corrosión. Sin embargo, dada la presencia de un polvo oscuro en las cercanías de los restos de soldadura (Figs. 2 y 3), se ensayó la posible presencia de bacterias sulforeductoras. Existía, por otra parte, entre el personal técnico de esta planta, una cierta hipersensibilidad hacia el tema de la corrosión microbiana, ya que se habían detectado casos en otros lugares de las instalaciones. El ataque ácido no revela la existencia de sulfuros, por lo que, en principio, puede aceptarse que el resultado del ensayo es negativo.

La observación microscópica permite poner de manifiesto que el recubrimiento de zinc ha sufrido alteraciones (Fig. 4), distando de ser una capa compacta, llegando en algunos puntos a quedar el acero desnudo. No obstante, no existen señales de que este hecho haya influído en la rotura de las rejas.



Fig. 1. Dibujo esquemático de un elemento de reja del enrejado destruído.



Fig. 2. Resto de soldadura pletina-redondo. El redondo parece haberse desprendido por rotura.



Fig. 3. Otro resto de soldadura pletina-redondo. El redondo da la impresión de haberse desprendido por arranque de la raíz.



Fig. 4. Aspecto de la capa de zinc con claros síntomas de deterioro.

# 3. METALOGRAFÍA DE LA UNIÓN SOLDADA

El estudio metalográfico revela que la ejecución de la soldadura ha sido incorrecta. En las macrografías de la figura 5 (a, b y c) puede observarse que se han utilizado redondos cortos, sin preparación, y que, en general, existen grietas (señaladas con flechas), tanto en los redondos como en las pletinas, las cuales se inician en los talones de los cordones de soldadura. También hay alguna porosidad y/o escoria (Fig. 5c).

El examen microscópico permite ver, con mayor detalle, las grietas, señaladas en el párrafo anterior, tal como se muestra en las figuras 6 y 7, correspondientes a la fisura que aparece en la parte superior del cordón de la figura 5a. En la figura 7 puede observarse que la grieta se encuentra inmersa en una estructura típica de la zona afectada por el calor (ZAC). Por su parte, la figura 8 muestra una grieta situada en la pletina. Se trata de la misma grieta señalada en la parte inferior derecha del cordón de la figura 5a. En este caso, la grieta, que comienza en la zona afectada por el calor, ha llegado a penetrar hasta un lugar donde se encuentra la estructura propia del metal de base.





Fig. 6. Aspecto, a mayor tamaño, de la fisura de la parte superior del cordón de la figura 5a.





Fig. 7. Extremo de la fisura de la figura 6, totalmente inmerso en la ZAC.

Además de las grietas visibles macroscópicamente, que se inician en los talones de la soldadura, una inspección metalográfica cuidadosa permite poner de manifiesto la presencia de microgrietas internas, tanto en la zona afectada por el calor de los redondos (Fig. 9), como en el metal fundido (Fig. 10). Existen, además, en las pletinas, grietas formadas en regiones con inclusiones alargadas (stringers) de sulfuros o siguiendo pasos intergranulares (Fig. 11).

## 4. CAUSAS DE LA ROTURA

Las rejas, originalmente provistas de grietas, situadas en un medio acuoso natural y sometidas a esfuerzos periódicos (vibraciones), han fallado por fatiga con corrosión, por corrimiento de las grietas existentes sobre los redondos.



Fig. 5. Tres macrografías (a,b y c) de uniones soldadas donde se aprecia una ejecución defectuosa.



Fig. 8. Montaje micrográfico mostrando la grieta que aparece en la parte inferior derecha del cordón de la figura 5a. La grieta nace en la ZAC y penetra hasta el metal base.



Fig. 9. Microgrieta en una estructura de grano fino de la ZAC. Podría haberse originado por agrietamiento en caliente o, más probablemente, por fisuración por hidrógeno.



Fig. 10. Microgrieta en la región del metal fundido fronteriza con la ZAC (agrietamiento en caliente).



Fig. 11. Agrietamiento a lo largo de stringers, con aspecto de desgarre laminar.

En la aparición de las grietas han contribuído varios factores, a saber: (a) un diseño poco conveniente de la estructura, (b) una deficiente ejecución de la coldadura de ensamblaje y (c) la utilización de un material con baja soldabilidad.

La reja fué diseñada de forma incorrecta, ya que abundan las uniones soldadas en T. Estas soldaduras en ángulo favorecen la aparición de concentración de tensiones, si no se toman las debidas precauciones operatorias. A este efecto, los cordones convexos, que forman un ángulo vivo y originan una peor transmisión de los esfuerzos, facilitan la iniciación de grietas, con la consiguiente disminución del límite de fatiga [1 y 2], por lo que no son recomendables en piezas sometidas a solicitaciones alternadas. Las uniones en T con cordones convexos han generado grietas en los redondos y en las pletinas en los puntos de máxima concentración de tensiones (Figs. 5a y 5b), que corresponden precisamente con zonas afectadas por el calor, de mayor fragilidad (Figs. 6, 7 y 8). Los cordones de soldadura cóncavos permiten una mejor transmisión de los esfuerzos y no presentan ángulos vivos, lo que les hace más aconsejables en estas circunstancias (Fig. 12).

Fig. 12. Aparición de grietas en los talones del cordón de una unión soldada. Los cordones convexos, que forman un ángulo vivo y dan lugar a una peor transmisión de los esfuerzos, no son recomendables en

piezas sometidas a solicitaciones de fatiga.

Otra causa generadora de zonas de concentración de tensiones, y, por consiguiente, de grietas, en el caso estudiado, es la amplia separación entre la pletina y los redondos soldados en T [3]. Esta separación en la raíz de la soldadura, causada por la corta longitud de los redondos, posibilita el agrietamiento en la zona afectada por el calor (Fig. 13). Este efecto parece haber sido la causa del desprendimiento del redondo en la figura 5c. La separación excesiva entre los dos miembros soldados reduce, además, la sección de la gargante del cordón, con lo que los esfuerzos que actúan en esa zona serán proporcionalmente mayores.



Fig. 13. La concentración de tensiones en la raíz de la soldadura, en la entalla existente entre ella y el redondo, debido a la amplia separación redondo-pletina, puede originar grietas en la ZAC.

Por otra parte, la porosidad y escorias (Fig. 5a) presentes en la soldadura también disminuyen la resistencia a la fatiga de los cordones.

Finalmente, las microgrietas internas a que se hizo referencia en el apartado 3, y que se ilustran en las figuras 9, 10 y 11, presentan las características de una fisuración en caliente, fenómeno muy ligado a la presencia de sulfuros. A este respecto, el contenido de azufre de los elementos soldados es cercano al 0,04%S. La grieta de la figura 9, en una estructura de grano fino (más fino que ASTM 8), podría deberse a la presencia de hidrógeno (fisuración por hidrógeno). A su vez, el agrietamiento de la figura 11 es típico del desgarre laminar.

#### 5. RECOMENDACIONES

La resistencia de un ensamblaje soldado se debe a una elección juiciosa del metal de base, de la concepción de las uniones, del diseño del conjunto y de las condiciones de soldadura (procedimientos, metal de aporte, secuencia de soldadura, etc). Dado que la rotura de la reja del tubo de aspiración ha estado causada por una soldadura incorrecta, tanto en diseño como en ejecución (a lo que hay que añadir la baja calidad del acero utilizado), se proponen dos soluciones: una (A), conservando un diseño relativamente parecido al original, y otra (B), con un cambio más notable del mismo.

## 5.1 Solución A

#### Diseño

Perforar las pletinas o llantas de 160x20 mm y pasar a su través redondos de 20 mm de diámetro, según la modificación mostrada en la figura 14. La modificación consiste simplemente en sustituir los redondos cortos por otros largos cuya longitud abarcase la totalidad de la altura de la reja.



Fig. 14. Sección modificada del elemento de reja, consistente, principalmente, en el uso de redondos largos que atraviesan las pletinas.

#### Ejecución de la soldadura

La secuencia de la soldadura sería: (a) puntear las barras a las llantas con un electrodo dúctil, (b) soldar los extremos de las barras a los marcos superior e inferior, (c) soldar los redondos a las llantas, de forma que quede estanco el pasante y evitar así corrosión en el interior y (d) soldar las llantas al marco lateral. En todos los casos emplear electrodos básicos (o eventualmente soldadura semiautomática MAG), siguiendo una secuencia desde el centro hacia la periferia.

# 5.2 Solución B

#### Diseño

La distribución de los redondos de 20 mm sería análoga a la del proyecto original, con la diferencia de que los redondos no se soldarían normales a las llantas. Con objeto de disminuir las tensiones residuales, se daría a los redondos una inclinación de 80°, variando el ángulo hacia la derecha o hacia la izquierda de forma alternativa (Fig. 15).





Fig. 15. Croquis correspondiente a la solución B propuesta en cuanto a diseño y secuencia de la soldadura.

#### Ejecución de la soldadura

La secuencia de soldadura sería la siguiente:

(a) Preparar tres llantas y soldar a ellas los redondos de acuerdo con la figura 15a, en el orden indicado,
(b) continuar montando y soldando a uno y otro lado de este componente, y con la misma secuencia (Fig. 15b), y así sucesivamente hasta soldar toda la reja,

(c) soldar las últimas filas de redondos a los marcos superior e inferior y

(d) soldar los marcos laterales a las llantas. En todos los casos se soldará siempre desde el centro hacia los extremos.

## 5.3 Observaciones generales

(a) Los electrodos deben secarse siempre para evitar la formación y difusión de hidrógeno que podría originar agrietamiento en frío.

(b) Deben tomarse todas las precauciones conocidas [4,5 y 6] para mejorar la resistencia a la fatiga de la unión soldada tales como evitar la existencia de grietas, cualquier tipo de entallas, rugosidad o mordeduras. A este respecto, los cordones de soldadura cóncavos son preferibles.

(c) Se recomienda que una vez terminada la rejilla sea galvanizada en caliente.

# 6. REFERENCIAS

- [1] Richards, K.G., "Fatigue strength of welded structures", The Welding Institute, Cambridge (1969).
- [2] Maddox, S.J., "Designing against fatigue failure", Metals and Materials, 727-731 (1989).
- [3] Richards, K.G., "Weldability of Steels", The Welding Institute, Cambridge (1980).
- [4] Gurney, T.R., "Fatigue design rules for welded steel joints", The Welding Institute Research Bulletin, 17, 115-124 (1976).
- [5] Radaj, D, "Design and analysis of fatigue resistant welded structures", Abington Publishing, Cambridge (1990).
- [6] "Conseils pour obtenir des aspects de soudure plus favorables à la tenue en fatigue", Institut de Soudure/OTUA, Paris (1989).

## FRACTURA DE UNA VIROLA POR CORROSIÓN BAJO TENSIONES

#### A. Priegue\*, E. Porto\*, F. Iglesias\*, X.R. Nóvoa\*\*, G. Pena\*\*

# \* ASOCIACIÓN DE INVESTIGACIÓN METALÚRGICA DEL NORESTE (AIMEN). Vigo \*\* ETSII de la Universidad de Vigo

**Resumen.** Se estudia la rotura de una virola de acero inoxidable perteneciente a un recuperador de un disolvente en una fábrica de productos famacéuticos.

El tipo de grietas, su distribución, localización y morfología nos lleva a la conclusión de que se trata de un caso de corrosión bajo tensiones en el que el calorifugado del equipo ha jugado un papel importante.

Se dan recomendaciones para evitar este tipo de fallos.

**Abstract**. In this paper the failure of a stainlees steel shell of a solvent recovery was studied. The type of cracks, its distribution, localization and morphology drives to the conclusion that it is a stress corrosion crack. The outside thermal insulator of this equipment plays an important role.

# 1. INTRODUCCIÓN

En esta comunicación se estudia el origen del fallo de la virola de una columna de destilación de una industria farmacéuticA provocado por la aparición en diferentes posiciones de unas grietas pasantes detectadas en una zona de, aproximadamente, 4 m de longitud situada entre los platos 6 y 14.

La columna estaba construida de un acero inoxidable del tipo AISI 316, cuya composición y microestructura se estimaron correctas, y por su interior circulaba un líquido con presencia apreciable de iones cloruro y un pH comprendido entre 4,5 y 5.

Para llevar a cabo la investigación se recibieron tres trozos de chapa procedentes de diferentes zonas de la columna, que fueron designadas con los números 1, 2 y 3 (figura 1). La nº 1 correspondía a su parte inferior y no presentaba, al menos aparentemente, fisuras o grietas. La nº 2 fue extraída de una zona situada entre los platos 9 y 10 y muy próxima a éste último; presentaba fisuras pasantes que dieron lugar a fugas del fluido del interior. La 3, correspondiente a la zona del plato nº 8, al igual que la primera, no presentaba defectos aparentes si exceptuamos los existentes alrededor de un goterón de soldadura.



**Fig. 1.** 0,35x. Aspecto general de las muestras recibidas. Superficie interna.

Asimismo, en su momento se nos informó que la reparación realizada para taponar los orificios producidos por la extracción de las tres chapas testigos tuvo sus dificultades en la soldadura y, una vez terminada y puesto en servicio la columna, aparecieron

nuevas fisuras con fugas en las zonas próximas a las soldaduras efectuadas.

# 2. ANÁLISIS METALOGRÁFICO. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Se han estudiado detalladamente la muestras 1 y 2 y en la 3 se han realizado observaciones complementarias.

La muestra nº 2 es la que presenta fisuras pasantes que dieron lugar a fugas del líquido interior.

En la macrografía de la figura 2 se muestra un detalle de las grietas pasantes existentes en una zona muy próxima a la soldadura cincunferencial discontinua del soporte del plato 10. La superficie interior (que es la que aparece en la fotografía) se presenta lisa y con una cierta pátina de color grisáceo. No observamos corrosión generalizada que pudiera haber producido una pérdida de espesor. Por el contrario, la superficie externa está cubierta, en algunas zonas, de picaduras muy pequeñas y profusas que corresponden a minúsculos pozos de ataque corrosivo (Pittings). En estas zonas el acero inoxidable ha perdido su brillo plateado. Un detalle de estas picaduras puede observarse en la figura 3.

La macrografía de la figura 4 corresponde a un corte recto de la virola según su espesor, realizado en la zona de las fisuras pasantes. El borde inferior es la superficie interna y el superior (en la que podemos apreciar el Pitting) el de la superficie externa.



Fig. 2. 2,7x. Muestra nº2. Detalle de las fisuras pasantes.



Fig. 3. 5x. Muestra 3. Superficie externa. Picaduras abundantes.



Fig. 4. 13x. Muestra nº 2. Fisura pasante ramificada. En la pared externa (borde superior) picaduras e iniciación de una fisura arborescente. (Ataque agua regia glicerinada).

La gran fisura pasante es muy compleja por sus ramificaciones y no es fácil deducir donde ha comenzado. Es posible que se hubiera iniciado en ambas superficies y sus ramas hayan confluido en puntos internos del material.

Lo que sí es evidente es la presencia de fisuras que se inician en la superficie exterior. Las zonas recuadradas de la figura 4 aparecen ampliadas en las micrografías de las figuras 5 y 6. Podemos distinguir su carácter ramificado y su progresión transcristalina. A más aumentos aparecen las grietas rellenas de óxidos de hierro. Estas características, ramificación, transcristalinidad y óxidos de hierro en su interior, son las que clasifican a estas fisuras como <u>GRIETAS DE</u> <u>CORROSIÓN BAJO TENSIONES</u> (STRESS CORROSION CRAKING), muy frecuentes en los aceros inoxidables austeníticos, tales como el AISI 316.



**Fig. 5.** 150x. Detalle del recuadro A de la fig. 4. Pozos de ataque en el borde (superficie exterior). Fisura ramificada y transcristalina. Polígonos maclados de austenita. (Ataque agua regia glicerinada).



**Fig. 6.** 150x. Detalle del recuadro B de la fig. 4. Fisura ramificada y transcristalina. (ataque agua regia glicerinada).

En el borde (Fig. 5) aparecen los minúsculos pozos de ataque corrosivo a los que ya se ha hecho referencia arriba.

Por lo demás, la estructura metalográfica es normal y consiste en polígonos maclados de austenita sin defectos aparentes distintos a las fisuras de Corrosión Bajo Tensiones.

La muestra 1, que no acusó la presencia de fisuras aparentes, también presenta grietas ramificadas y transcristalinas, tal como podemos observar en las micrografías de las figuras 7 y 8. En la primera, la fisura se inicia en una picadura que le ha servido de germen a través de un proceso de aireación diferencial, y en la segunda, la grieta ha comenzado directamente en la superficie limpia. En ambos casos arrancan de la superficie exterior de la chapa.



**Fig. 7.** 200x. Muestra 1. Corrosión bajo tensiones iniciada en un pozo de ataque de la superficie exterior. (Ataque agua regia glicerinada)

En la tercera de las muestras se observaron también grietas de la misma morfología que parten de la superficie exterior, así como otras más importantes que se han generado en la superficie interna y en las proximidades de un goterón de material de soldadura.



**Fig. 8.** 200x. Muestra 1. Corrosión Bajo Tensiones. La fisura se inicia en una zona "limpia" de la superficie externa. (Ataque agua regia glicerinada).

# 3. ANÁLISIS DEL DEPÓSITO CRISTALIZADO ADHERIDO A LA SUPERFICIE EXTERNA DE LA COLUMNA

Se realizaron por espectrometría de Fluorescencia y por Difracción de Rayos X. El primero de ellos acusa la presencia de Cl y K, y el segundo pone de manifiesto la existencia de la especie química "Silvita" (KCl).

# 4. CONCLUSIONES

4.1 Las microestructuras de todas las muestras son correctas. Están formadas por polígonos maclados de Austenita. No se observa presencia de Ferrita Delta. El acero ha sufrido un tratamiento de hipertemple como debe ser para los aceros inoxidables austeníticos.

4.2 Las fisuras, pasantes o no, se inician en ambas superficies, externa e interna. Son de tipo ramificado, transcristalinas y rellenas de óxidos. Son típicas de un <u>PROCESO DE CORROSIÓN BAJO TENSIONES.</u>

4.3 Las Tensiones Residuales son debidas al proceso de soldeo y el ataque agresivo proviene del líquido interior, que también ha impregnado el recubrimiento calorífugo de la columna. Aparece el ion Cl<sup>-</sup> en forma de KCl (Silvita) impregnando el calorífugo y como cristales adheridos a la superficie externa.

4.4 Concurren pues los dos factores necesarios para que se produzca una CBT. Por una parte la presencia de iones agresivos (el Cl<sup>-</sup> lo es en particular) tanto en el interior como en el exterior de la columna y por otra, la existencia de Tensiones Residuales debidas a los procesos de soldeo.

4.5 La virola está dañada de forma irreversible. Es probable que algunas de las fisuras no pasantes se encuentren en una etapa final y produzcan fugas en un futuro cuando lleguen a atravesar la pared. Es algo imposible de predecir.

Aunque se pusiera un calorífugo nuevo, no contaminado, en la primera fuga se producirá la impregnación con lo que comenzaría de nuevo la actividad de la CBT en la parte externa.

#### 5. BIBLIOGRAFÍA

[1] Fontana M. y Green N., "Corrosion Engineering", pp 91-106, McGraw Hill, N. Y., USA.

[2] Henry G. y Horstmam, "De ferri metalographia, Vol.5, Fractography and Microfractography", pp 159-160, Commission of the European Communities, Düsseldorf.

[3] Pintado, J. M. "Fallos en servicio de los materiales metálicos", pp 252-255, INTA, Madrid.

[4] Wulpi D. J. "How components fail", pp 217-221, American Society for Materials, Metals Park, Ohio, USA.

[5] Metals Handbook, Vol. 11, Failure Analysis and Prevention, ninth Edition, pp 203-224. ASM, Metals Park, Ohio, USA.

# ROTURA EN SERVICIO DE UNA PALA Y SUS PERNOS DE SUJECIÓN EN UNA **HÉLICE DE PASO VARIABLE**

## A. Priegue\*, E. Porto\*, F. Iglesias\*, G. Pena\*\* y P. Merino\*\*

# \* ASOCIACIÓN DE INVESTGACIÓN METALÚRGICA DEL NOROESTE (AIMEN). Vigo \*\* E.T.S.I.I. Universidad de Vigo

Resumen. Se estudia el fallo crítico de la pala y sus correspondientes pernos de sujeción en una hélice de paso variable perteneciente a un barco de pesca de altura. Por el aspecto de las superficies de fractura, su disposición y características morfológicas se atribuye éste a un fenómeno de fatiga que se ha incitado en varios puntos simultáneamente.

Abstract. In this paper, the critical failure of a ship propeller blade and they corresponding anchor bolts are studied. Due the fracture surface aspect, its disposition and morphological characteristics, is attributed to a fatiga failure that it is started in various points simultaneosly.

## 1. INTRODUCCIÓN

En esta comunicación se estudian las causas de la rotura en servicio de una de las palas de una hélice de paso variable que pertenecía a un barco de pesca de altura. El accidente tuvo lugar con la pérdida de la pala, quedando parte de su base y los pernos de fijación en la situación que se muestra en la figura 1.

Fig. 1. Estado de la base de la pala en el núcleo de la hélice.

Para llevar a cabo el estudio se recibieron los dos trozos que se conservaron de la base y SUS

correspondientes pernos, que aparecen en la fotografía de la figura 2.

Fig. 2. Aspecto general de los trozos conservados de la base y pernos de anclaje.

Las fracturas de la pala y de los pernos, que corresponden a materiales distintos, se analizan separadamente para así poder determinar la interrelación entre ambas.

#### 2. PALA

Está fabricada de un Bronce al Aluminio con Fe y Ni (CuAlFeNi) con composición química y propiedades





mecánicas correctas, según se ha determinado por medio de los correspondientes análisis y ensayos.

## 2.1 Análisis Metalográfico. Resultados y discusión.

#### 2.1.1 Examen Macrográfico

La fotografía de la figura 3 corresponde al sector de la base de la pala que aparece a la izquierda de la figura 2.



**Fig. 3.** Detalle de la superficie de fractura del sector de la pala que corresponde al trozo de la izquierda de la fig. 2. Marcas concoidales que parten del borde de las cajas de alojamiento de los pernos.

Las marcas concoidales, que ponen de manifiesto un proceso de fatiga, parten separadamente de los bordes inferiores de las cajas de alojamiento de las cabezas de los pernos. Su independencia es tal que los planos de fractura progresiva han llegado al borde interior a distinto nivel y se han solapado en su extremo. (Figura 4).

El radio de acuerdo en el fondo de las citadas cajas es muy pequeño ( $\approx 0,6$  mm) lo que convierte a estas zonas en lugares apropiados para la iniciación de fisuras, debido a su efecto de entalla concentradora de tensiones. En la figura 5 podemos ver el perfil de una de las cajas y el ángulo vivo que forma el fondo, con un mecanizado muy irregular, con la pared cilíndrica.



Fig. 4. Detalle del solape de las superficies de fractura iniciadas en las cajas del alojamiento de los pernos.



Fig. 5. 20x Perfil del fondo de la caja de alojamiento del perno.

La figura 6 corresponde al otro sector de la base de la pala (sector de la derecha de la figura 2). La superficie de fractura es muy rugosa, irregular y carente de marcas concoidales. La rotura es de desgarro y ha ocurrido súbitamente; al contrario de la del primer sector que ha sido progresiva.



Fig. 6. Detalle de la superficie de fractura del sector derecho de la fig. 2. Superficie rugosa y falta de marcas.

#### 2.1.2 Examen Micrográfico

En la micrografía de la figura 7 se recoge la microestructura del material. Corresponde a cristales  $\alpha$  (blancos) en cuyo interior y límites de grano han precipitado pequeños cristales de la fase kappa. Asimismo, se observan zonas cubiertas del eutectoide  $\alpha + \kappa$  que provienen de la descomposición de la fase  $\beta$ .



Fig. 7. 200x. Dendritas de fase  $\alpha$  rodeadas de eutectoide  $\alpha + \kappa$ . (Ataque FeCl<sub>3</sub> en alcohol)

Los pequeños cristales negros con forma dendrítica corresponden a compuestos intermetálicos de Fe.

Todos los constituyentes metalográficos son normales en una aleación de esta composición.

#### 3. PERNOS

Los pernos están construidos de un Acero Inoxidable Dúplex Ferrítico-Martensítico, del tipo AISI 431. Su composición química y propiedades mecánicas fueron comprobadas por medio de los correspondientes ensayos y son correctas.

#### 3.1 Análisis Metalográfico. Resultados y discusión.

#### 3.1.1 Examen Macrográfico

De los seis pernos, dos tienen roturas simples en la cabeza (núms. 5 y 6) y otros dos, fracturas dobles (núms. 3 y 4). Todos ellos ponen de manifiesto marcas concoidales (Beach Marks) en zonas más o menos extensas, lo que nos indica la existencia de procesos de fatiga. Es de notar la poca extensión de éstas en los pernos rotos en la cabeza (núms. 4, 5 y 6) y el gran desarrollo de sus zonas de desgarro, con su superficie de fractura fibrosa e irregular.

El perno nº 3 merece atención especial. Tiene dos superficies independientes de fractura en la parte roscada. La primera (figura 8) ha comenzado en el fondo de un filete de rosca y se ha ido propagando hasta cubrir prácticamente toda la superficie. Se distingue muy bien el lugar de iniciación único y como sus marcas concoidales van ampliándose progresivamente.

La segunda superficie de fractura (fugura 9) es del tipo de carraca (Rachet Type). Ha comenzado en varios puntos del fondo de la rosca simultáneamente y ha dejado mercas radiales bien destacadas. A pesar del deterioro posterior de la superficie de rotura podemos apreciar zonas diferenciadas en las que se ha iniciado, por fatiga, la fisuración en el fondo del filete de rosca.

El perno nº 4 presenta una fractura en la zona roscada (figura 10) y otra en la cabeza (figura 11). En ambas, las zonas con marcas concoidales de fatiga son muy reducidas. Por el contrario, la zona de desgarro es muy amplia lo que nos indica que la rotura sobrevino después de un corto tiempo de solicitaciones alternativas. La rotura de la cabeza tiene dos zonas separadas que parten de la esquina que forma la cabeza con el cuerpo. A pesar del amplio radio de acuerdo, de aproximadamente 3,5 mm, constituye un punto, aunque aminorado, de concentración de tensiones.



**Fig. 8.** Perno  $n^{\circ}$  3. Superficie de fractura en la parte inferior de la zona roscada. Marcas concoiodales que cubren toda la superficie y arrancan de la parte inferior del filete.



Fig. 10. Perno nº 4. Superficie de fractura en la zona roscada. Pequeño desarrollo de la zona rota por fatiga. Zona de desgarro muy amplia.



Fig. 9. Perno  $n^{\circ}$  3. Superficie de fractura en la parte central de la zona roscada. Fractura en "carraca" con sus características marcas radiales.

Los pernos núms. 5 y 6 rompieron, tan sólo, por sus cabezas y las zonas de factura son similares a las de la cabeza del perno 4; esto es, pequeñas zonas de fatiga y grandes zonas de desgarro.



**Fig. 11.** Perno nº 4. Pequeña zona con marcas de fatiga y gran zona de desgarro.

## 3.1.2 Análisis Micrográfico

La micrografía de la figura 12 nos muestra una estructura Dúplex de Ferrita y Martensita, dispuestas longitudinalmente en el sentido de laminación. Existen pequeñas inclusiones de SMn que podemos considerar normales. No se observan defectos aparantes a los que se les pueda relacionar con el fallo.



**Fig 12.** 200x. Ferrita y Martensita en bandas. (Ataque Vilella).

#### 4. CONCLUSIONES

4.1. En las zonas estudiadas, no se han observado defectos aparentes tales como: grietas, inclusiones, microrechupes, etc.. Las estructuras metalográficas pueden considerarse correctas.

4.2. La pala presenta en un sector de su base una fractura progresiva de fatiga que comenzó en las esquinas de las cajas de alojamiento de las cabezas de los pernos.

En el sector opuesto la superficie de fractura indica un mecanismo de desgarro que es produjo súbitamente al ser insuficiente la sección resistente.

4.3. Los pernos también presentan superficies de fractura originadas por un proceso de fatiga muy intenso en el perno  $n^{\circ}$  3, que pertenece al sector de la pala con marcas concoidales muy acusadas, y menos intenso en los perno núms. 4, 5 y 6 en los que hay una zona muy grande de rotura por desgarro y otra muy pequeña de fatiga.

4.4 En nuestra opinión, la rotura se ha producido de la siguiente forma:

El primero en fallar fue el perno nº 3 por la primera de las secciones rotas en la parte roscada (figura 8). Su aflojamiento debido a un mal mecanizado o un incorrecto par de aprieto pudieron haber sido las causas. Como consecuencia de lo anterior, la pala comenzó a sufrir un proceso de fatiga que originó una segunda rotura en la parte roscada del perno (figura 9) al mismo tiempo que comenzaba el proceso de agrietamiento en el fondo de las cajas de la base de la pala. A medida que estas grietas se propagaban, independientemente en cada caja, las solicitaciones de fatiga aumentaban en los pernos de anclaje en el sector opuesto en los cuales también se iniciaron pequeñas fisuras en la parte roscada y cabeza del perno n<sup>9</sup> 4 y en las cabezas de los núms. 5 y 6.

Cuando la superficie de fractura del primero de los sectores alcanzó el borde interno, la sección resistente fue insuficiente y sobrevino la rotura por desgarro del segundo sector así como de sus correspondientes pernos.

En resumen, una fractura de fatiga que comenzó en un perno, continuó en la base de la pala y terminó con desgarro catastrófico en el sector opuesto.

#### 5. BIBLIOGRAFÍA

[1] Heller R. A. "Probabilistic aspects of fatigue", American Society for Testing and Materials, Philadelfia, USA.

[2] Henry G. y Horstmam, "De ferri metalographia, Vol.5, Fractography and Microfractography", pp 35-46, Commission of the European Communities, Düsseldorf.

[3] Pintado, J. M. "Fallos en servicio de los materiales metálicos", pp 171-176, 315-329, INTA, Madrid.

[4] Wulpi D. J. "How components fail", pp 120-161, American Society for Materials, Metals Park, Ohio, USA.

[5] Metals Handbook, Vol. 11, Failure Analysis and Prevention, ninth Edition, pp 102-135, ASM, Metals Park, Ohio, USA.

## ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL EFECTO DE ESCALA EN VIGAS DE HORMIGÓN DÉBILMENTE ARMADAS

G. Ruiz y J. Planas

Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid. E. T. S. de Ingenieros de Caminos, C. y P. Ciudad Universitaria. 28040 Madrid, España.

**Resumen.** Este artículo presenta un amplio programa experimental realizado para conocer el comportamiento en fractura de vigas débilmente armadas. Se ha usado un micro-hormigón para fabricar las probetas, y se han ensayado vigas de distintos tamaños, con diferentes cuantías de armadura y con barras con varios tipos de adherencia. Se ha puesto especial cuidado en caracterizar exhaustivamente el material evitando la dispersión. Esto incluye la determinación de las propiedades en fractura del micro-hormigón, las curvas tensión-deformación de los aceros y las propiedades de adherencia hormigón-acero. Los resultados experimentales se discuten comparando con una simulación numérica que tiene en cuenta el comportamiento cohesivo del hormigón en fractura y la relación adherencia-deslizamiento de la armadura. Los resultados teóricos se ajustan bien a los experimentales, lo cual es destacable debido a que no se dejan parámetros libres para mejorar el ajuste (todos los parámetros del material son determinados por medio de ensayos independientes).

Abstract. The contribution presents the results of an extensive experimental program aimed at revealing the basic aspects of fracture behavior of lightly reinforced concrete beams. A micro-concrete has been used throughout the work, and beams of various sizes, with various steel ratios and various adhesion properties of the reinforcing bars have been tested. Special care was exerted to achieve low scatter and to produce an exhaustive material characterization. This included the determination of fracture properties, steel stress-strain curve and bond-slip properties. The experimental results are discussed based on a numerical simulation that includes the cohesive crack behavior of concrete, and the bond-slip of the reinforcement. The results show a good agreement between the theoretical and experimental curves, which is remarkable because no free parameters are left for optimum fitting (all the material parameters used are determined by independent tests).

#### 1. INTRODUCCIÓN

En el proceso de diseño y cálculo de una estructura es relativamente frecuente, debido a concisionantes constructivos, dimensionar vigas con armadura mínima: es decir vigas cuya cuantía de armadura es próxima a aquélla que marca la transición frágil-dúctil.

Este tipo de vigas se ha estudiado por medio de programas experimentales acompañados de un estudio teórico a través de modelos analíticos y numéricos.

Bosco, Carpinteri y Debernardi ensayaron vigas débilmente armadas de distintos tamaños y con diferentes cuantías de armadura [1]. En su estudio pusieron de relieve que el comportamiento de las vigas depende del tamaño —relativo a las características del hormigón— y de la cuantía de armadura. Massabò ha comprobado recientemente que el modelo analítico que proponen Bosco y Carpinteri consigue una buena aproximación a sus resultados experimentales después de la plastificación del acero [2]. Ulfkjær y sus colaboradores han desarrollado también un programa experimental con vigas débilmente armadas [3,4]. Estudiaron con detalle la influencia de los parámetros de adherencia hormigón-acero y señalaron que es necesario tenerlos en cuenta.

En el anterior volumen de estos anales, los autores presentaron un modelo numérico que también abordaba este problema [5]. Con él se puede distinguir la dependencia del comportamiento de una viga débilmente armada a cuatro parámetros básicos:

$$D^* = \frac{D}{l_{ch}} \quad (1) \qquad \qquad \rho = \frac{A_s}{A_c} \quad (2)$$
$$f_y^* = \frac{f_y}{f_t} \quad (3) \qquad \qquad \beta = \frac{\tau_c p \, l_{ch}}{f_t \, n \, A_s} \quad (4)$$

D<sup>\*</sup> es el canto de la viga expresado de modo adimensional al dividir el canto, D, por la longitud característica del hormigón, definida como:

$$l_{ch} = \frac{E_c G_F}{f_t^2}$$
(5)

Donde  $E_c$  es el módulo de elasticidad del hormigón,  $G_F$  su energía de fractura y  $f_t$  la resistencia a tracción del hormigón. En (2)  $\rho$  es la cuantía de armadura, y se calcula como el cociente entre el área de la sección de acero,  $A_s$ , respecto del área de la sección de hormigón,  $A_c$ . En (3)  $f_v$  es la tensión de cedencia del acero ,  $f_y$ , adimensionalizada al dividirla por la resistencia a la tracción,  $f_t$ . En (4)  $\beta$  es un parámetro adimensional de adherencia;  $\tau_c$  es la tensión rasante última entre el hormigón y el acero; p es el perímetro de la barra y n es la relación entre los módulos de elasticidad del acero ( $E_s$ ) y del hormigón ( $E_c$ ).

En este trabajo se pretende comprobar experimentalmente la dependencia del comportamiento de una viga débilmente armada de estos parámetros. En la sección 2 describimos los materiales utilizados y los tipos de probetas que se han fabricado. En la sección 3 se exponen los métodos experimentales de este trabajo. A continuación, en la sección 4, se dan algunos resultados representativos de los ensayos realizados. Sigue una discusión de los mismos y, por último, se enumeran algunas conclusiones.

#### 2. MATERIALES Y PROBETAS

Para comprobar la dependencia de las vigas con poca armadura de los parámetros que hemos descrito, se ha diseñado un amplio programa experimental que comprende el ensayo de una serie de vigas de tres tamaños distintos con tres cuantías diferentes; también se varían las características de adherencia de las barras de acero.

## 2.1. Micro-hormigón

La fabricación del micro-hormigón se realizó con un control muy intenso, puesto que se pretendía conseguir un material con las mismas características en cada amasada.

Se utilizó árido silíceo con un tamaño máximo de 5 mm. La composición por tamaños, representada por la curva granulométrica, fue la misma en todas las amasadas. El cemento usado en la fabricación fue del tipo P55; todas las amasadas se hicieron con cemento tomado en fábrica de la misma tolva —y, por lo tanto, homogéneo— conservado en un recipiente muy seco hasta el momento del hormigonado. La relación agua-cemento fue de 0,5 con objeto de obtener un material muy trabajable en estado fresco (no se usaron ningún tipo de aditivos). Asimismo se procuró elaborar el hormigón exactamente con el mismo proceso en cada amasada: mismo tiempo de vibrado, mismo proceso de curado etc.

Se realizaron seis amasadas diferentes. En la primera se hormigonaron probetas para los ensayos de caracterización del micro-hormigón, y en las cinco restantes se fabricaron las vigas armadas y probetas de control.

Todos los ensayos se hicieron a las ocho semanas del hormigonado.

En la Tabla 1 se ordenan los parámetros característicos del micro-hormigón. La dispersión alrededor de los valores medios es muy pequeña, menor de la que suele ser común entre probetas de la misma amasada. Por lo tanto, podemos considerar que, en efecto, se ha conseguido el mismo micro-hormigón para todas y cada una de las probetas.

#### 2.2. Acero

Las barras de acero usadas en construcción se suministran en diámetros demasiado grandes para los tamaños elegidos en este trabajo. Por ello utilizamos un alambre comercial de bajo límite elástico, tipo F-1, con sección lo suficientemente pequeña para conseguir que las vigas armadas se situasen en la zona de transición dúctilfrágil. El diámetro nominal era de 2,5 mm ( $\emptyset$  2,5), aunque el diámetro real medía 2,46 mm.

Se querían conseguir dos tipos de adherencia hormigónacero conservando la capacidad mecánica de las barras. Para conseguirlo, además de usar las barras lisas —tal y como las suministra el fabricante—, se modificó la rugosidad de los alambres por medio de un proceso mecánico realizado con los útiles de un torno que se emplean para estampar roscas en alambres o varillas de acero. Se realizó sobre los alambres una muesca anular cada 2 mm; el diámetro de la varilla en la zona más profunda de la muesca era un 7,5 % menor que el diámetro original mientras que el resalto era un 10 % más grueso.

Tabla 1. Parámetros característicos del micro-hormigón y su desviación típica.

<b></b>	asiento cono de Abrams (mm)	tiempo (semanas)	f <sub>c</sub> (MPa)	f <sub>t</sub> (MPa)	E <sub>c</sub> sen (a) (GPa)	E <sub>c</sub> (b) (GPa)	G <sub>F</sub> (N/m)	l <sub>ch</sub> (mm)
media	120	8	39,5	3,87	30,4 ·	30,7	62,4	125
desviación estándar	12		0,9	0,21	1,9	2,1	2,3	-

(a) Determinado sobre vigas entalladas.

(b) Determinado sobre probetas cilíndricas.

Tabla 2. Característ	icas mec	ánicas d	e los ala	mbres en	n-
pleados en el refuerz	o de las	vigas arr	nadas		
	F	f	<b>6</b>	c	

	Es	f <sub>y</sub>	$\sigma_{0.2}$	εr
	(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)
LISO	200	608	568	3.5
CORRUGADO	162	587	542	2.3

En la Tabla 2 se muestran los valores del módulo de elasticidad,  $E_s$  tensión de cedencia,  $f_y$ , límite elástico convencional —con 0,2 % de deformación—,  $\sigma_{0,2}$ , y deformación en rotura,  $\varepsilon_r$ , para los dos tipos de alambre. Los parámetros correspondientes a los alambres corrugados están calculados con el diámetro nominal de la barra lisa.

#### 2.3. Probetas de caracterización y control

Se fabricaron 24 probetas cilíndricas (su altura era de 150 mm y el diámetro de la base de 75 mm; se denominaron C1) para hacer ensayos de resistencia a compresión, módulo de elasticidad y brasileño. Y 20 prismas (de 75 x 75 x 150 mm<sup>3</sup>) con un alambre situado en el eje más largo (10 lisos y 10 corrugados) para realizar ensayos de pull-out (probetas PO) con los que determinar los valores de la adherencia hormigón-acero.

También se hicieron vigas de hormigón en masa para la caracterización de las propiedades del micro-hormigón en fractura (24 de tamaño D1 —75 x 340 x 50 mm<sup>3</sup>—, 4 de tamaño D2 —150 x 675 x 50 mm<sup>3</sup>.— y 2 de tamaño D3 —300 x 1350 x 50 mm<sup>3</sup>—).

Para los ensayos de tracción del acero se cortaron 10 barras de 200 mm de longitud, 5 por cada tipo de acero.

#### 2.4. Probetas de hormigón armado

Se hormigonaron un total de 48 vigas armadas: la mitad con alambre liso, y la otra mitad con las mismas características pero con alambre corrugado. Eran vigas prismáticas de tres tamaños distintos y con tres cuantías diferentes de armadura. En la Fig. 1 se dibujan las proporciones de las vigas en función de su canto, D.

Se hormigonaron 20 vigas armadas de tamaño D1, con dos cuantías diferentes (0,13 y 0,26 %). El recubrimiento fue de 11,25 mm (0,15 D).

Se fabricaron 20 vigas armadas de tamaño D2 con tres cuantías diferentes (0,065, 0,13 y 0,26 %). El recubrimiento fue también de 0,15 D (22,5 mm en este tamaño).

En tamaño D3 se hicieron 8 vigas armadas con dos cuantías distintas (0,065 y 0,13 %) El recubrimiento seguía la misma proporción con el canto que en los otros tamaños (45 mm).





Fig. 1. Dimensiones de las vigas en función del canto, D. Se fabricaron vigas de tres tamaños diferentes: D = 75, 150 y 300 mm.

#### 3. MÉTODOS EXPERIMENTALES

#### 3.2. Ensayos de caracterización y control

Los ensayos de caracterización de las propiedades en fractura del micro-hormigón se realizaron con vigas en masa de los tres tamaños, entalladas en la sección central hasta la mitad del canto. Se ensayaron a flexión en tres puntos midiendo la carga, P, el desplazamiento,  $\delta$ , y la apertura de la boca de la fisura,  $\omega$  —con objeto de poder obtener E<sub>c</sub>—El ensayo se controlaba por medio de  $\omega$  con las siguientes velocidades de apertura: en el tamaño pequeño (D1) fue de 0,005 mm/min los primeros 25 min, y 0,025 mm/min el resto; con las probetas D2 y D3 las velocidades se multiplicaban por 2 y por 4 respectivamente. Los ensayos de control de las propiedades en fractura se hicieron sólo con probetas tamaño D1.

Los ensayos de tracción en el acero se realizaron en control de posición, con una velocidad de desplazamiento del pistón de 0,5 mm/min —la longitud de alambre entre las mordazas era de 100 mm—. La deformación se midió sobre una base de 12,5 mm.

Para los ensayos de pull-out se fabricó un dispositivo de sujeción y medida con el cual era posible obtener los valores de la fuerza aplicada, F, la longitud de alambre que salía de la probeta al aplicar la fuerza, u, y el desplazamiento relativo del alambre en la cara opuesta al sentido de aplicación de la fuerza.

#### 3.1. Ensayos de las vigas de hormigón armado

Las vigas armadas se ensayaron a flexión en tres puntos, con una luz entre apoyos de cuatro veces el canto (s = 4 D). Los apoyos eran rodillos que a su vez descansaban sobre guías lineales de rodillos que podían deslizar sin apenas rozamiento. Además de la carga, P, se medía el desplazamiento justo bajo el punto de carga,  $\delta$ , por medio de un extensómetro inductivo cuya referencia era un bastidor rígido que marcaba la posición inicial de la viga.

Los ensayos fueron controlados por un extensómetro situado en la banda de tracción de la viga. La base de medida era 2/3 D (Fig. 1.). La velocidad de apertura del extensómetro se escalaba proporcionalmente al tamaño de la viga: en el D1 se comenzaba a 0,002 mm/min y a los 20 min —después de pasar el máximo correspondiente a la fisuración del hormigón— se aumentaba hasta 0,01 mm/min. En el tamaño D2 eran estas mismas velocidades multiplicadas por 2, y en el D3 por 4.

#### 4. RESULTADOS

#### 4.1. Ensayos de tracción del acero

En la Fig. 2 se representa la curva tensión-deformación,  $\sigma$ - $\epsilon$ , correspondiente a dos alambres, uno liso y otro corrugado (tomando como referencia la sección inicial de la barra lisa en ambos casos). Lógicamente, la barra corrugada es más flexible, al haberse debilitado mecánicamente. No obstante, la pérdida en la tensión de cedencia respecto de los alambres lisos es de apenas un 3.5 %, por lo que, en efecto, tienen aproximadamente la misma capacidad mecánica en la zona plástica.

# 4.2. Ensayos de pull-out

En la Fig. 3 se pueden observar las curvas F-u correspondientes a dos probetas de pull-out con los dos tipos de alambre.

Los mecanismos de interacción entre el acero y el hormigón son variados y de distinta naturaleza [6]. Nosotros hemos supuesto que se pueden caracterizar en su conjunto por medio de una tensión rasante máxima que se desarrollaría en la superficie de contacto entre hormigón y acero ( $\tau_c$ ). Esta tensión se puede calcular con los datos de estos ensayos de pull-out.

Los alambres lisos no desarrollaban tensión rasante suficiente como para evitar su deslizamiento: el pico en la curva F-u representa exactamente el momento en el que toda la varilla comienza a deslizar. En este caso, la tensión rasante máxima,  $\tau_c$ , la calculamos suponiendo que en ese momento es constante a lo largo de la superficie de contacto hormigón acero. El valor medio de  $\tau_c$  en los 10 ensayos realizados con barras lisas (2 de cada amasada) fue de 0,5 MPa —con una desviación estándar de 0,34 MPa—.

Sin embargo, los alambres corrugados tienen mecanismos resistentes de mayor importancia: la adherencia era capaz de resistir hasta el límite de la capacidad mecánica de los alambres, de modo que éstos se rompían sin que el alambre llegara a deslizar en el extremo contrario a la aplicación de la fuerza. El cálculo de  $\tau_c$  se realiza suponiendo que la ley tensión rasante-deslizamiento en un punto de la barra,  $\tau$ -s, es rigido-plástica. A esta ley le corresponde una ley F-u de tipo parabólico (de 2º grado):

$$F = \sqrt{\frac{1}{2} A_s E_s \tau_c p u}$$
(6)

Donde p es el perímetro del alambre y el resto de parámetros tienen los significados explicados anteriormente.

Por lo tanto, si ajustamos al registro F-u que da el ensayo una curva de este tipo, es posible determinar el valor de la tensión rasante máxima,  $\tau_c$ , que es el único valor no conocido. Realizado este ajuste para cada uno de los 10 ensayos de pull-out con barras corrugadas obtuvimos una  $\tau_c$  media de 3,5 MPa —con una desviación estándar de 2,4 MPa—

#### 4.3. Ensayos de fractura de hormigón

La energía de fractura, GF, se determinó por medio de ensayos de flexión en tres puntos (TPB) con probetas prismáticas de los tres tamaños entalladas hasta la mitad de su canto, y se tuvo en cuenta la energía que se deja de medir en el ensayo de flexión en tres puntos debida a la imposibilidad física de romper por completo y de modo estable el ligamento de hormigón [7]. Con el ensayo TPB también es posible obtener el módulo de elasticidad del material si se mide la apertura en la boca de la fisura (*crack mouth opening displacement*,  $\omega$ ). En la Fig. 4 se dibujan las curvas P- $\omega$  de tres de los ensayos realizados para determinar GF y E<sub>c</sub> SEN.

#### 4.4. Ensayos de las vigas armadas

En las Fig. 5, 6 y 7 dibujamos en trazo continuo algunos ejemplos de las curvas P- $\delta$  que se obtuvieron en los ensayos de las vigas armadas. La Fig. 5 muestra curvas correspondientes al tamaño D2, con alambres corrugados pero con tres cuantías diferentes. En la Fig. 6 las curvas corresponden al tamaño D3 con la misma cuantía de armadura, pero con distinta adherencia. Y en la Fig. 7 se muestran curvas relativas a distintos tamaños con la misma cuantía y tipo de acero: para poder apreciar el efecto de escala se presentan los resultados de modo adimensional.

En la Fig. 8 se muestra un detalle de la curva post-pico de una de las vigas tamaño D3 con armadura adherente. Se aprecia un segundo máximo relativo distinto al máximo de fisuración del hormigón y al de plastificación del acero. Corresponde a la acción conjunta de acero y hormigón en una zona en la que la fisura se está abriendo y, por lo tanto, el hormigón está bajando su contribución a la resistencia total, mientras que el acero pasa a estar más solicitado.
corrugado

liso

0.3

0.4

3

2

0

0

F (kN)



Fig. 2. Curvas tensión-deformación,  $\sigma$ - $\epsilon$ , de un alambre liso y otro corrugado.



0.2

15 D3 P (kN) D2 0.5 U.L.U.T. 0 0.1 0.2 0.3 0.5 0 0.4 ω (mm)

Fig. 4. Curvas carga-apertura de la boca de la fisura, P- $\omega$ , correspondientes a vigas en masa entalladas de los tres tamaños.

## 5. DISCUSIÓN

El modelo de la longitud efectiva de anclaje fue explicado en detalle en el anterior volumen de estos Anales. Es un modelo semi-analítico para estudiar el comportamiento de vigas débilmente armadas, que necesita como datos de partida los parámetros de los materiales -además de la geometría de la viga y tipo de solicitación---.

En los cálculos realizados por el modelo hemos simplificado el diagrama o-e del acero real por uno elásticolineal-perfectamente plástico, puesto que los ensayos reales muestran una buena aproximación a este comportamiento ideal.

Asimismo, hemos tomado los valores de la tensión rasante máxima,  $\tau_c$ , que dan los ensayos de pull-out. El ajuste de la ecuación (6) a las curvas experimentales -para alambres corrugados- ha sido muy buena en todos los casos. La dispersión relativamente grande de  $\tau_c$  se debe a la naturaleza de los mecanismos de adherencia.

En las Fig. 5 a 8 se han representado en trazo discontinuo las curvas P-δ correspondientes a cálculos preliminares por el modelo de la longitud efectiva de anclaje para cada tipo de viga. En estos cálculos se ha usado un modelo de fisura cohesiva con ablandamiento exponencial, que es un primera aproximación. El ajuste es bueno en el pico, en la zona post-pico y en la rama de plastificación del acero, especialmente en las vigas con alambre corrugado. El modelo predice con precisión el efecto de tamaño característico de este tipo de vigas, y mejorará probablemente cuando se ajuste con más precisión la curva de ablandamiento.

El ajuste para las vigas con alambre liso mejoraría con valores mayores de la adherencia: cabe pensar que las tensiones rasantes que el alambre liso logra desarrollar en la viga son mayores que las calculadas a través del ensayo de pull-out.

2

En la Fig. 8 también se puede apreciar que el máximo relativo posterior al pico de fisuración del hormigón es también predicho por el modelo. La posición de este máximo es dependiente de la función de ablandamiento: el ajuste puede mejorar utilizando un ablandamiento mejor relacionado con la experimentación.

Hasta ahora, ningún programa experimental había recogido este máximo relativo intermedio. Tampoco se había predicho por medio de modelos teóricos.

## **6. CONCLUSIONES**

1. La respuesta de las vigas manifiesta el efecto de escala característico de las estructuras de hormigón en masa o con poca armadura.

2. El comportamiento de las vigas es también función de la cuantía de acero, p. Con mayor cuantía -y usando el mismo tipo de acero- la respuesta es más rígida, y la carga última que la viga puede soportar es mayor.

3. La adherencia determina la resistencia post-pico de la viga: la viga con armadura lisa es menos resistente que la de armadura corrugada.

4. Se ha captado de modo experimental un máximo relativo intermedio a los de fisuración del hormigón y plastificación del acero, predicho también por el modelo teórico.

5. Las predicciones del modelo teórico son buenas, aunque hay que tener en cuenta que pueden mejorar si se utiliza una función de ablandamiento mejor ajustada al comportamiento del micro-hormigón.



Fig. 5. Curvas P- $\delta$  experimentales y analíticas correspondientes al tamaño analíticas que corresponden al tamaño D2, con alambres corrugados pero D3 con la misma cuantía de armacon tres cuantías diferentes.





Fig. 6. Curvas P- $\delta$  experimentales y dura, pero con distinta adherencia.

Fig. 7. Curvas P- $\delta$  experimentales y analíticas (adimensionales) que corresponden a los tres tamaños con la misma cuantía y tipo de acero.

## 7. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la DGICYT la ayuda económica recibida a través del Proyecto nº PB93-0031 y a la CICYT a través del Proyecto MAT94-0120-C03. Asimismo, agradecen a D. Manuel Fernández Cánovas, Director del Laboratorio de Materiales de Construcción de la ETSICCP de Madrid, las facilidades ofrecidas para la fabricación de las probetas; y a la empresa Portland Valderribas la donación del cemento utilizado en este programa experimental.



Fig. 8. Detalle de la zona post-pico de un ensayo de tamaño D3 con armadura adherente. Se aprecia un máximo relativo distinto al de fisuración del hormigón. La curva analítica también muestra dicho máximo

## 8. REFERENCIAS

- Bosco, C., Carpinteri, A., and Debernardi, P.G., [1] "Minimum reinforcement in high-strength concrete", Journal of Structural Engineering, 116, N. 2, pp. 427-437, (1990).
- [2] Massabò, R., "Meccanismi di rottura nei materiali fibrorinforzati", Dottorato di Ricerca in Ingegneria Strutturale, Politecnico diTorino, Italia, (1994).
- Hededal, O., and Kroon, I.B., "Lightly reinforced [3] high-strength concrete", M. SC. Thesis at University of Åalborg, Denmark, (1991).
- [4] Ulfkjær, J.P., Hededal, O., Kroon, I. and Brincker, R., "Simple application of fictitious crack model in reinforced concrete beams-Analisis and experiments", in Size Effect in Concrete Structures, (Ed. Mihashi, H. Okamura, H. and Bazant, Z.P.), E & FN Spon, London, pp. 281-292, (1994).
- [5] Ruiz, G., y Planas, J., "Propagación de una fisura cohesiva en vigas de hormigón débilmente armadas: modelo de la longitud efectiva de anclaje", Anales de Mecánica de la Fractura, 11, pp. 506-513, (1994).
- [6] "Bond in concrete. From research to practice", (Ed. Riga Technical University and CEB), International Conference held at Riga, Latvia, Oct. 15-17 (1992).
- [7] Elices, M., Guinea, G. V., and Planas, J., "Measurement of the Fracture Energy using Three Point Bend Tests. 3. Influence of cutting the P- $\delta$  tail", Materials and Structures, 25, pp. 327-334, (1992).