

Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

**XXIV ENCUENTRO DEL
GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA**

Volumen I

Burgos

21, 22 y 23 de Marzo de 2007

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

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

Depósito Legal: BU-74-2007
I.S.S.N.: 0213-3725

Imprime: Imprenta Monte Carmelo
 C/ Padre Silverio 2, 09080 - Burgos
 Tfno: 947 25 60 61
 e-mail: mcmac@montecarmelo.com

EDITORIAL

En este volumen se recogen las 3 conferencias y 104 comunicaciones presentadas en el XXIV Encuentro del Grupo Español de Fractura, celebrado en Burgos del 21 al 23 de Marzo de 2007, y organizado por la Sociedad Española de Integridad Estructural-Grupo Español de Fractura, conjuntamente con el Departamento de Ingeniería Civil de la Universidad de Burgos.

En esta ocasión se ha contado con la participación de tres relevantes conferenciantes invitados, Dra. D^a M^a del Carmen Andrade Perdix, Directora General de Política Tecnológica del Ministerio de Educación y Ciencia, el profesor Dr. D. André Pineau, del Laboratoire de Genie et Ingenierie de Materiaux de l'Ecole des Mines de Paris, y el profesor Dr. D. Federico Gutiérrez-Solana Salcedo, Rector de la Universidad de Cantabria y responsable del Laboratorio de Ciencia e Ingeniería de los Materiales de la Universidad de Cantabria.

Como ya viene siendo habitual, una selección de los mejores artículos presentados será seleccionada para su publicación en las revistas *Engineering Failure Analysis* y *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*. Como novedad en esta edición la revista *Strain* se une a tan atractiva iniciativa y accede a publicar también algunos de los trabajos. La calidad de las revistas, incluidas en el SCI, constituye una motivación adicional para todos los asistentes al Encuentro, y desde estas líneas deseamos agradecer a los responsables de estas revistas su colaboración, y a todos los autores el esfuerzo realizado.

Asimismo, los editores deseamos agradecer el apoyo prestado a todas las entidades que han colaborado en la organización y financiación del Encuentro, Junta de Castilla y León, Universidad de Burgos y Ayuntamiento de Burgos. De forma muy especial agradecer también a las empresas afines a este encuentro, que con su patrocinio han contribuido a la organización de este Encuentro: Instrom Ltd., SEM S.A., MTS, Zwick GMBH & Co, Rumul, Izasa, NC-Hyperbaric y el Grupo Antolín Ingeniería.

También deseamos expresar nuestro agradecimiento a los miembros del Comité Científico, y a los miembros del Grupo de Integridad Estructural de la Universidad de Burgos que han participado activamente en la organización.

Finalmente, nuestro más sincero agradecimiento a todos los autores de los trabajos presentados, que con su esfuerzo han hecho posible la publicación de este vigésimo cuarto volumen de los Anales de Mecánica de la Fractura.

Burgos, Marzo de 2007

Jesús Manuel Alegre Calderón
Pedro Miguel Bravo Diez
Jesús Moreno Revilla
Mónica Preciado Calzada

Gustavo V. Guinea Tortuero
Antonio Martín Meizoso

INDICE

VOLUMEN 1

CONFERENCIAS INVITADAS

SEGURIDAD Y DURABILIDAD ESTRUCTURAL: LA NECESIDAD DE INTEGRAR VARIAS DISCIPLINAS M ^a del Carmen Andrade.....	3
LOCAL APPROACH TO FRACTURE-25 YEARS OF DEVELOPMENT-THEORY AND APPLICATIONS A. Pineau.....	9
FITNET FFS: UN PROCEDIMIENTO EUROPEO UNIFICADO DE EVALUACIÓN DE LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL F. Gutiérrez-Solana.....	25

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

INFLUENCIA DEL NIVEL DE DAÑO SOBRE LA VIDA A FATIGA A ALTA TEMPERATURA DE UNA SUPERALEACIÓN BASE NÍQUEL E. Silveira, G. Atxaga, A. M. Irisarri.....	45
PREDICCIÓN DEL RIESGO DE AGRIETAMIENTO DE LAS UNIONES SOLDADAS DE LAS ALEACIONES BASE NÍQUEL L.M. Plaza, I. Eizaguirre, J. L. Barreda, X. Azpiroz, C. Jiménez, A. M. Irisarri.....	51
ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO DE MADURACIÓN ARTIFICIAL EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE UN PERFIL DE ALEACIÓN DE ALUMINIO 6063 EMPLEADO EN EL SISTEMA DE AMORTIGUACIÓN DE UN AUTOMÓVIL A. Albístur Goñi, J. Pérez Ilzarbe, J. Fernández Carrasquilla.....	57
INFLUENCIA DEL HIDRÓGENO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UNA FUNDICIÓN DE GRAFITO NODULAR DE MATRIZ PERLÍTICA A. Albístur Goñi, J. Fernández Carrasquilla.....	63
FACTORES DE INFLUENCIA EN LOS MECANISMOS DE FALLO DE ACEROS ESTRUCTURALES GALVANIZADOS J. Carpio, J.A. Casado, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana.....	69
FRACTURE BEHAVIOUR OF LINEAR FRICTION WELDS IN TITANIUM ALLOYS M. Corzo, Y. Torres, M. Anglada, A. Mateo.....	75
MOULD STEELS REPAIRED BY LASER WELDING L.P. Borrego, J.T.B. Pires, J.D. Costa, J.M. Ferreira.....	81
EFFECTO DE LA DISIMILITUD MECÁNICA EN LA CURVA DE TRANSICIÓN DE UNIONES SOLDADAS R. Lezcano, C. Rodríguez, C. Betegón.....	87
PROPIEDADES MECÁNICAS Y ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO DE COMPONENTES DE ALUMINIO CONFORMADOS EN ESTADO SEMISÓLIDO A. Forn, E. Martín, M.T. Baile, S. Menargues, M. Campillo.....	93
INFLUENCIA DE LAS INCLUSIONES SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE ACEROS PERLÍTICOS TREFILADOS F. J. Ayaso, B. González, J. Toribio.....	99

ENFOQUE MICRO- Y MACROSCÓPICO DE LA PROPAGACIÓN DE FISURAS POR FATIGA EN ACEROS EUTECTOIDES PROGRESIVAMENTE TREFILADOS B. González, J.C. Matos, J. Ayaso, J. Toribio	105
ANÁLISIS MICRO- Y MACROSCÓPICO DE LA FRACTURA ANISÓTROPA EN ACEROS EUTECTOIDES PROGRESIVAMENTE TREFILADOS B. González, J.C. Matos, J. Ayaso, J. Toribio	111
ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO CUANTITATIVO DEL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE ACEROS PERLÍTICOS ESFEROIDIZADOS D. Vergara, J. García, J. García, F.J. Ayaso, J. Toribio	117
INFLUENCIA DEL ESTADO TENSODEFORMACIONAL RESIDUAL EN LA FRAGILIZACION POR HIDRÓGENO DE ALAMBRES TREFILADOS M. Lorenzo, D. Vergara, V. Kharin, J. Toribio	123
ANÁLISIS DE LA FRACTURA DE VIGAS ROBLONADAS ANTIGUAS MEDIANTE EL MÉTODO DE LA TENSIÓN DE REFERENCIA J. Moreno, A. Valiente	129
ENSAYOS DEL PROGRESO DE GRIETA EN PROBETAS DE ALUMINIO DE ESPESOR DELGADO: CORRELACION CON MODELO MATEMÁTICO F. Martín de la Escalera, J. García, F. Longo, A. Salamanca	136
EFFECTO DE LA RUGOSIDAD SUPERFICIAL EN LA VIDA A FATIGA DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 2024 T3 SOMETIDA A UN RECUBRIMIENTO DEL TIPO SOL-GEL A. Monsalve, M. Toledano, M. Páez, A. Artigas, C. Montes, Y. Sepúlveda	143

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS

MODELIZACIÓN NUMÉRICA DEL DAÑO EN MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMERICA L. P. Canal, J. Segurado, J. Llorca	151
CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO A FATIGA DE MEZCLAS BITUMINOSAS EN CALIENTE FABRICADAS CON ÁRIDOS RECICLADOS I. Perez, J. Gallego, M. Toledano, J. Taibo, S.F. Garrido	157
MODELO MICROMECHANICO DE LA INTERCARA ENTRE FIBRA Y MATRIZ EN MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA REFORZADOS CON FIBRA LARGA A. Ríos, A. Martín-Meizoso	163
ESTUDIO NUMERICO DE LA INFLUENCIA DE LA UNION FIBRA MATRIZ EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL GRC A. Enfedaque, V. Sánchez-Gálvez	169
CONTACT BEHAVIOUR UNDER MONOTONIC AND CYCLIC LOADS OF WC-Co/TiN SYSTEMS E. Tarrés, F. Montalan, Y. Gaillard, L. Llanes	175
COMPORTAMIENTO DE LAS GRIETAS DE INTERFASE EN MATERIALES COMPUESTOS FIBROSOS ANTE CARGA CÍCLICA DE TRACCIÓN-TRACCIÓN Y TRACCIÓN-COMPRESIÓN E. Correa, E.K. Gamstedt, F. París, V. Mantis	181
DEFORMACIÓN PLÁSTICA DEL MATERIAL COMPUESTO A6061/Al2O3p A. Forn, E. Rupérez, E. Martín, J.A. Picas	187
COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE LA PA 6.6 RECICLADA REFORZADA CON FIBRA DE VIDRIO J.A. Casado, I.A. Carrascal, J.A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana, A. García	193
EFFECTO DE LA INCORPORACION DE MICROESFERAS SOBRE LAS PROPIEDADES DE ALEACIONES DE PA/PP A. Valea, P.F. Salas, I. Mondragón, F.J. Juanes, M.L. González	199
PROPIEDADES MECANICAS Y TERMICAS DE RESINAS EPOXIDICAS MODIFICADAS CON PARTICULAS ELASTOMERICAS A. Valea, I. Mondragón, J.C. Miguez, M^a.L. González	205

FATIGA DE MATERIALES COMPUESTOS: INFLUENCIA DE LA GEOMETRÍA DEL REFUERZO SOBRE EL CAMPO TENSO-DEFORMACIONAL RESIDUAL L. Aguado, J. Toribio	209
HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS DE POLIPROPILENO. INFLUENCIA DE LA DUCTILIDAD DE LA FIBRA SOBRE LA FRAGILIDAD Y EL EFECTO TAMAÑO F. Medina, H. Cifuentes	215
SUB-CRITICAL CRACK GROWTH IN HIGHLY STRESSED FORMULA 1 RACE CAR COMPOSITE SUSPENSION COMPONENTS Gary Savage	221
ENERGÍA DE FRACTURA EN UNIONES ADHESIVAS DE MATERIALES HÍBRIDOS FIBRA-METAL: ENSAYOS TDCB MODIFICADOS J. C. Suárez, M.A. Herreros, P. Pinilla, S. Miguel, F. López	229
PREPARACIÓN Y ESTUDIO DE MATERIALES COMPUESTOS NANOFIBRAS DE CARBONO/POLIÉSTER LAMINADOS CON FIBRA DE VIDRIO J.M. Gómez de Salazar, M.I. Barrena, C. Merino, O. Plaete, G. Morales	234

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS

ROTURA DE ENTALLAS EN U DE PMMA A -60°C EN MODO MIXTO F.J. Gómez, M. Elices, F. Berto, P. Lazzarin	241
POLIOLEFINAS Y ALEACIONES DE POLIOLEFINAS. EFECTO DEL PROCESADO SOBRE LAS PROPIEDADES A. Valea, I. Mondragón, F.J. Juanes, M^a.L. González	247
SIMULACIÓN DE ENSAYOS DE IMPACTO TRACCIÓN SOBRE PROBETAS DE PLÁSTICO MEDIANTE EL MÉTODO DE ELEMENTOS FINITOS L. Aretxabalaeta, J. Aurrekoetxea, I. Urrutibeascoa, M. Mateos, G. Castillo	251

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

PROPAGACIÓN DE FISURAS EN MODO MIXTO EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN ARMADO SIN CERCOS J. R. Carmona, G. Ruiz y J. R. del Viso	259
FRACTURA DE HORMIGONES REFORZADOS CON AGREGADOS CERÁMICOS DE DISTINTO TAMAÑO C.G. Rocco, M. Elices	265
COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE HORMIGONES REFRACTARIOS DE CORDIERITA-MULLITA Y LIGA QUÍMICA C.G. Rocco, N.E. Hipedinger, A.N. Scian, E.F. Aglietti, M. Elices	271
MODELO ANALÍTICO PARA ESTUDIAR EL FALLO POR COMPRESIÓN EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN ARMADO. APLICACIÓN DEL “BRIGDE CRACK MODEL” A. Carpinteri, J.R. Carmona, G. Ventura	277
NANOINDENTACIÓN DE CIRCONA DOPADA CON ITRIA EXPUESTA A DEGRADACIÓN HIDROTÉRMICA Y. Gaillard, E. Jiménez-Piqué, J. Muñoz-Tabares, J. Valle, M. Anglada	283
MODELIZACIÓN DE HORMIGONES DE ALTA RESISTENCIA UTILIZANDO ELEMENTOS FINITOS CON FISURA COHESIVA EMBEBIDA A.M. Fathy, B. Sanz, J.M. Sancho, J. Planas	289
NUMERICAL MODELING OF DYNAMIC CRACK PROPAGATION IN REINFORCED CONCRETE R.C. Yu, X.X. Zhang, G. Ruiz	295

CARACTERIZACIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES GENERADAS POR DESBASTE PLANO EN Y-TZP J. Muñoz-Tabares, N. Wackernie, Y. Gaillard, E. Jiménez-Piqué, M. Anglada.....	301
ESTUDIO SOBRE LOS MECANISMOS DE FRACTURA EN HORMIGONES REFORZADOS SOMETIDOS A “SPALLING” J. Orozco, M. García, C. Ferrer, F. Salas, A. Hospitaler, P. Maita.....	307

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES

FRACTURA DE FIBRAS DE SEDA REGENERADAS G.R. Plaza, P. Corsini, J. Pérez-Rigueiro, M. Elices, E. Marsano, G.V. Guinea.....	315
CARACTERIZACIÓN VISCOELÁSTICA DEL DISCO DE LA ARTICULACIÓN TEMPOROMANDIBULAR DE BOVINOS P. Fernández Fernández, M.J. Lamela Rey, A. Fernández Canteli.....	321
ENSAYOS PARA LA CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE VASOS SANGUINEOS E.Claes, G.V.Guinea, F.J.Rojo, J.M.Atiienza, C.García, M.Elices.....	327
ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO Y LA ROTURA DE LA PARED DE LA AORTA HUMANA C. García, G.V.Guinea, J.M. Goicolea, J.M.Atiienza, F.J.Rojo, E.Claes, M.Elices, R.J. Burgos, F.J. Goicolea, A. García-Touchard, C. García-Montero.....	333
ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LA PIEL DE RATONES B6SJLF1/J. DAÑO Y ASPECTOS INELÁSTICOS J. Grasa, J.A. Bea, J.F. Rodríguez, I. Ochoa, A. Pérez del Palomar, R. Osta, M.J. Muñoz, M. Doblaré.....	339

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES MICRO Y NANO-ESTRUCTURADOS

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE NANOCOMPUESTOS DE EVOH 44 M.Ll. MasPOCH, E.Franco-Urquiza, J.Gámez-Pérez, M.Eriksson, G.Porta, M. Sánchez-Soto, O.O. Santana.....	347
TENACIDAD A LA FRACTURA DE NANOCOMPUESTOS DE PMMA: INFLUENCIA DE LA ORIENTACIÓN INDUCIDA EN EL PROCESADO V. Realinho, M. Antunes, D. Arencón, A. Gordillo, A.B. Martínez, J.I. Velasco.....	353
PREPARACION DE NANOCOMPOSITES DE POLIAMIDA A. Valea, J.C. Miguez, I. Mondragón, M ^a .L. González.....	359

VOLUMEN 2

MÉTODOS Y MODELOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS

SIMULACIÓN NUMÉRICA DE FRACTURA EN SÓLIDOS MAGNETOELECTROELÁSTICOS R. Rojas Díaz, F. García Sánchez, A. Sáez Pérez	367
LÍMITES DEL MODELO DE IRWIN EN LA M.F.E.L. ANTE EFECTOS DE CONSTRICCIÓN LATERAL D. Fernández Zúñiga, A. Fernández Canteli, E. Castillo Ron	373
UN MODELO GENERAL DE FATIGA CON CONSIDERACIÓN DE LA INFLUENCIA DEL NIVEL DE TENSIÓN E. Castillo Ron, A. Fernández Canteli, M. López Aenlle, M.L. Ruiz Ripoll	381
APROXIMACIÓN POR SIMULACIÓN AB-INITIO A LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN UNA RED DE HIERRO BCC J. Sánchez, P. de Andrés, J. Fulla, C. Andrade	387
EFECTO DE LA SOLUCIÓN SÓLIDA Y LA SEGREGACIÓN DE CARBONO EN EL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DEL COBRE A. Luque, J. Aldazabal, J. M. Martínez-Esnaola, J. Gil-Sevillano	393
SOLUCIÓN NUMÉRICA PARA FRACTURA EN SÓLIDOS PIEZOELÉCTRICOS TRIDIMENSIONALES M. Solís, J.A. Sanz, J. Domínguez	399
SOBRE LA INTEGRAL J EN SITUACIONES DE CONSTRICCIÓN LATERAL D. Fernández Zúñiga, J.A Loya, J. Fernández Sáez, A. Fernández Canteli	405
RUGOSIDAD DEL FRENTE DE GRIETA EN LA FRACTURA DE UNA INTERCARA PLANA DE TENACIDAD HETEROGÉNEA D. González, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil-Sevillano	411
ESTADOS SINGULARES DE TENSIÓN EN ESQUINAS MULTIMATERIALES A. Barroso, V. Mantič, F. París	417
ANÁLISIS DEL EFECTO DE LA FRICCIÓN EN UNA GRIETA INCLINADA EN EL INTERIOR DE UN TUBO SOMETIDO A COMPRESIÓN E. Graciani, V. Mantič, F. París	423
DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DEL MODELO DE DAÑO DE GURSON-TVERGAARD PARA LA SIMULACIÓN DEL ENSAYO DE SMALL PUNCH I.I. Cuesta, J.M. Alegre, I. Sarabia, M.S. Sánchez	429
MEJORA EN LA EXTRACCIÓN DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES MEDIANTE ELEMENTOS FINITOS CON DIFERENTES INTEGRALES DE DOMINIO E. Giner, A. Vercher, F.J. Fuenmayor, J.E. Tarancón	435
MESH SENSITIVITY IN THE SIMULATIONS OF FATIGUE CRACK GROWTH BY BLUNTING AND RE-SHARPENING V. Kharin, J. Toribio	441
MODELIZACIÓN DE LA PROPAGACIÓN DE FISURAS POR FATIGA EN GEOMETRÍAS CILÍNDRICAS SOMETIDAS A CARGAS DE TRACCIÓN J.C. Matos, B. González, J. Escuadra, J. Toribio	447
ANÁLISIS DE LA DIRECCIONALIDAD DE LA DIFUSIÓN DE HIDRÓGENO EN LAS PROXIMIDADES DE ENTALLAS D. Vergara, M. Lorenzo, V. Kharin, J. Toribio	453

ESTUDIO DEL EFECTO DE TAMAÑO EN LA MODELIZACIÓN MESOMECÁNICA DE LA PRODUCCIÓN DE ARENA EN PERFORACIONES D. Garolera, C.M. López, I. Carol	459
DESARROLLO Y APLICACIONES MESOMECÁNICAS EN HORMIGÓN DE UNA LEY CONSTITUTIVA DE JUNTA CON ENVEJECIMIENTO C.M. López, A. Idiart, I. Carol	465
MODELO MICROMECAÁNICO PARA EL LÍMITE FATIGA BAJO CARGA BIAxIAL A. Navarro, C. Vallengano, V. Chávez	471
BUCKLING OF WEAKENDE X-BRACING SYSTEM G. Hussein and B.Tork	477
MODELO MULTIPARTÍCULA PARA EL ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON PARTÍCULAS J. Zahr Viñuela, J.L. Pérez-Castellanos	482

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

PROPIEDADES MECANICAS Y SENSIBILIDAD A LAS ENTALLAS DE FIELTROS DE FIBRAS Á. Ridruejo, C. González, J. LLorca	491
DETERMINATION OF PARIS LAW CONSTANTS WITH A REVERSE ENGINEERING TECHNIQUE R. Branco, F. Antunes, J.A. Martins Ferreira, J. M. Silva	497
CARACTERIZACIÓN DE ALEACIONES DE TiNi CON MEMORIA DE FORMA MEDIANTE NANOINDENTACION INSTRUMENTADA M. Arciniegas, J.M. Manero, J. Peña, F.J. Gil Mur, J.A. Planell	503
ESTUDIO COMPARATIVO DE MODULOS ELÁSTICOS MEDIANTE LAS TECNICAS DE ULTRASONIDOS Y NANOINDENTACION PARA NUEVAS ALEACIONES DE Ti M. Arciniegas, J. Llumá, J.M. Manero, J. Peña, F.J. Gil Mur, J.A. Planell	509
ANÁLISIS DE ASPECTOS FUNDAMENTALES PARA LA INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS DEL ENSAYO “SMALL PUNCH” R. Lacalle, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana	515
USO DEL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO EN LA EVALUACIÓN DE LA TRANSICIÓN DÚCTIL-FRÁGIL DE ACEROS ESTRUCTURALES M.A. Contreras, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón	521
INFLUENCIA DE LA FORMA Y DEL TAMAÑO DE PROBETA EN LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN DE HORMIGONES DE ALTA RESISTENCIA J.R. del Viso, J.R. Carmona, G. Ruiz	527
RESISTENCIA A LA FRACTURA DE LA SOLDADURA DE FUNDICIÓN DÚCTIL REALIZADA CON VARILLAS DE FUNDICION LAMINAR Y CON ELECTRODOS DE Fe-Cr-Ni Y DE Ni, CON Y SIN PRECALENTAMIENTO C. Ferrer, F. Salas, P. Maita, J. Orozco, M. Pascual	533
ESTUDIO DE LAS DEFORMACIONES Y MICROFISURACIONES EN RECUBRIMIENTOS CERÁMICOS OBTENIDOS POR PROYECCIÓN TÉRMICA POR LLAMA EMPLEANDO PRUEBAS DE EMISIÓN ACÚSTICAS C.Ferrer, P.A.Maita, M.P.Guillamón, F.Salas, J.Orozco, A.Corbí, B.A.Giner, M.A.Pérez-Puig, KA.Habib ..	537
ANÁLISIS DE LA ADHERENCIA POR TENSIONES CORTANTES DEL RECUBRIMIENTO DE NÍQUEL Y CARBURO DE WOLFRAMIO APLICADO POR TÉCNICAS DE PROYECCIÓN A LA LLAMA MEDIANTE TÉCNICAS DE EMISIÓN ACÚSTICA C.Ferrer, P.A.Maita, M.P.Guillamón, F.Salas, J.Orozco, A.Corbí, M.A.Perez-Puig, K.A. Habib, J.Saura	543

CASOS PRACTICOS Y APLICACIONES PRÁCTICAS EN INGENIERÍA

ESTUDIO DE LAS CAUSAS DE LA ROTURA PREMATURA DE UN ÁLABE DE TURBINA DE AVIACIÓN E. Silveira, G. Atxaga, E. Erauzkin, A. M. Irisarri	551
FRACTURA PREMATURA DE BALLESTAS DE VEHÍCULOS AUTOMÓVILES J.J. Fuentes, H.J. Aguilar, J.A. Rodríguez, E.J. Herrera	557
RESISTENCIA A TRACCIÓN DE CUERDAS ANUDADAS J. Aldazabal, A. Martín Meizoso, A. Muniategui, A. Ibarzabal, M. Urcaregui	563
UNA EXPERIENCIA EDUCATIVA DENTRO DEL V PROGRAMA MARCO: EL WORK PACKAGE 6 (TRAINING & EDUCATION) DEL PROYECTO FITNET S. Cicero, F. Gutiérrez-Solana, J.A. Álvarez	567
APLICACIÓN DEL PROCEDIMIENTO EUROPEO FITNET AL ANÁLISIS A FRACTURA DE PANELES DE ALUMINIO SOLDADOS S. Cicero, Ç. Yeni, M. Kocak	573
ESTUDIO DE LOS DAÑOS POR FATIGA EN PALAS DE AEROGENERADOR J.C. Marín, A. Barroso, F. París, J. Cañas	581
DETERMINACIÓN DE LA FLEXIBILIDAD DE EJES CON FISURAS CON FRENTE ELÍPTICO L. Rubio, B. Muñoz	587
FATIGUE LIFE ESTIMATION OF MIG WELDED ALUMINIUM JOINTS IN FRACTURE MECHANICS A. Glowig	593
ANALISIS DE FALLO DE ACCESORIOS DE TUBERÍA DE HIERRO GALVANIZADO EN UNA INSTALACIÓN CONTRA INCENDIOS P.M. Bravo, M. Preciado, J.M. Alegre	597
COMPORTAMIENTO A FATIGA DE NUEVAS TÉCNICAS DE UNIÓN DE CHAPA FINA DE ALTA RESISTENCIA M. Cabañas, R. Lezcano	601
ESTUDIO DE LA RESPUESTA A FATIGA DE LA ALEACION DE ALUMINIO 2024 T3 SOMETIDA A IMPACTO BALÍSTICO Y FORMULACIÓN DE UNA REPARACIÓN MEDIANTE FIBRA DE VIDRIO A. Monsalve, M. Cereceda, A. Artigas	607
PROPUESTA DE UNA REPARACIÓN SOBRE PLACAS DE FIBRA DE CARBONO SOMETIDAS A IMPACTO BALISTICO A. Monsalve, B. Díaz, L. Venegas	613
EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO A DESGASTE EN ACEROS DE HERRAMIENTA: SIMULACIÓN POR ORDENADOR Y VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL R. Hernández, M.R. Cruz, D. Casellas, M.D. Riera, J.M. Prado	619

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE MATERIALES Y ESTRUCTURAS

EFFECTO DEL MEDIO AGRESIVO SOBRE LA RESISTENCIA A LA FRACTURA DE ARMADURAS DE POLIMEROS REFORZADOS CON FIBRA DE VIDRIO J.L. Toro, J. Fulla, C. Andrade, P. Comino, A. Miravete	627
FISURACIÓN DEL HORMIGÓN POR CORROSIÓN DE LAS ARMADURAS PASIVAS INDUCIDA POR CLORUROS S. Guzman, J.C. Gálvez, J.M. Sancho, J. Planas	633
CARACTERIZACIÓN DE LA DEGRADACIÓN POR FENÓMENOS DE DESGASTE DE ÚTILES PARA EL CONFORMADO DE TORNILLOS DE ALTA RESISTENCIA X. Gómez, I. Berriozabalgoitia, J. Mendiguren, M. Mateos, M. Ezkurra, I. Nuin	639

SEGURIDAD ANTE IMPACTO HUMANO DE ACRISTALAMIENTOS EN EDIFICACIONES: RESISTENCIA MECÁNICA POR ANILLOS CONCÉNTRICOS S. Postigo, A. Pacios, C. Huerta, F. Capel	645
ACEROS INOXIDABLES DE ALTA RESISTENCIA MECÁNICA EN MEDIOS ALCALINOS CON CLORUROS M.C. Alonso, F.J. Recio	649
CORROSIÓN DE TENDONES DE ACERO GALVANIZADO EN MEDIOS ALCALINOS. EVALUACION DEL RIESGO DE FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO F.J. Recio, L. Gaillet, M.C. Alonso.	655
EVOLUCIÓN RESISTENTE DE DOS MORTEROS DE CEMENTO SUMERGIDOS EN PURINES DE CERDO EN CONDICIONES REALES DE ENSAYO C. Gilarranz, J. Massana, E. Sánchez, A. Moragues	661
A NUMERICAL STUDY OF MASONRY CRACKS A.M. Fathy, J. Planas, J.M. Sancho	667
LA INFLUENCIA DE LAS CENIZAS VOLANTES COMO SUSTITUTO PARCIAL DEL CEMENTO PÓRTLAND EN LA DURABILIDAD DEL HORMIGÓN: ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS, PERMEABILIDAD Y POROSIMETRÍA O.I. Molina Bas, A. Moragues Terrades, J.C. Gálvez Ruiz	673

CONFERENCIAS INVITADAS

SEGURIDAD Y DURABILIDAD ESTRUCTURAL: LA NECESIDAD DE INTEGRAR VARIAS DISCIPLINAS

M^a Carmen Andrade

Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja- CSIC-Madrid
Miembro del Proyecto SEDUREC-CONSOLIDER-INGENIO 2010

1. INTRODUCCION

El arte de construir y diseñar las construcciones es en actualidad una disciplina que ha alcanzado un alto grado de madurez de tal manera que, habiendo sido en el pasado una de las materias que atraía a los mejores talentos, asistimos en todo el mundo a un desplazamiento del interés de las nuevas generaciones hacia otras áreas que les resultan más novedosas. Quedan sin embargo importantes retos que resolver no solo en las áreas más cercanas a las aplicaciones prácticas sino también en temas tan esenciales como el nivel de Seguridad y de durabilidad que puede alcanzar el parque construido.

Así, las construcciones en la actualidad se calculan para que resistan con un cierto nivel de seguridad y funcionalidad durante una determinada vida en servicio (1). Pero los niveles de seguridad y durabilidad que respaldan las normas actuales no se dan de forma explícita en general y están basados mucho más en la experiencia que en cálculos rigurosos y en cuanto a las estructuras existentes, su seguridad real no es explicitada ni calculada a pesar de que existen las bases científicas que permitirían optimizar los cálculos y el diseño frente a las acciones (2-3). Tampoco es posible predecir de forma rigurosa la durabilidad esperable en una estructura en particular a pesar de los avances realizados en el conocimiento de la microestructura de los materiales estructurales.

Habiendo identificado la necesidad de predecir con rigor la durabilidad de las estructuras y definir su seguridad en las diversas etapas de su vida útil, cuatro grupos de investigación convergieron en la necesidad de trabajar de forma multidisciplinar para tratar de promover un avance significativo en el tratamiento de estas materias. Estos grupos son los correspondientes a 1) Instituto Eduardo Torroja-Corrosión, 2) Instituto Eduardo Torroja- Estructuras, 3) CIMNE y 4) Universidad Politécnica- Materiales.

En 2006 estos grupos se presentaron a una financiación del Programa CONSOLIDER-INGENIO 2010 y alcanzaron la financiación de un proyecto conjunto. El proyecto SEDUREC pretende, mediante la coordinación de los trabajos que actualmente ya desarrollan los grupos que lo conforman, producir un avance cualitativo en la temática con impacto a nivel internacional.

2. OBJETIVOS DEL PROYECTO CONSOLIDER-SEDUREC

La oportunidad de la temática se manifiesta en estos últimos años debido a la maduración de la necesidad de economizar los recursos y aumentar la sostenibilidad de las inversiones minimizando las operaciones de mantenimiento de las infraestructuras. Estas realidades han hecho más importante asegurar una más larga vida útil del parque construido y para ello es necesario plantearse una gestión diseñada para optimizar las inversiones planteando un mantenimiento racional y sistemático.

Los componentes del equipo SEDUREC han planteado un doble objetivo:

- a) por un lado pretenden la formación de un grupo de excelencia en la especialidad de ingeniería estructural-seguridad y durabilidad con una masa crítica mayor que la actual y por otro
- b) el objetivo científico lo centrarán en la elaboración de las bases de cálculo explícito de la seguridad y durabilidad que permitan el análisis de las estructuras existentes incluyendo los efectos de deterioro de las mismas, así como el diseño de nuevas estructuras con mejores características de resistencia y vida útil.

Los resultados de la investigación se concretarán en la propuesta de un *Manual de Aplicación de Seguridad y Durabilidad para estructuras existentes, de valor histórico o deteriorado*. La elaboración de estas bases supone tanto un reto científico como la transferencia de conocimientos al sector productivo.

El plan de trabajo se ha estructurado en las cuatro áreas temáticas siguientes:

2.1. Análisis y definición de escenarios de riesgo para las estructuras de construcción considerando de forma integral las acciones ambientales

Objetivo: Desarrollo de conceptos para la evaluación de los riesgos que integre métodos de análisis cualitativo y métodos de análisis cuantitativo teniendo en cuenta la estimación del riesgo mortal individual y de riesgo colectivo(4-8). Revisión de normas existentes y propuesta de mejora de

definición de escenarios de riesgo en al caso de acciones accidentales (fuego, impacto, explosiones, inundaciones, etc.) Criterios para la valoración de la eficacia de las medidas de reducción de los riesgos y finalmente la integración del síndrome de edificio enfermo mediante la definición de escenarios de riesgo y establecimiento de las bases de modelo de cálculo de emisiones contaminantes por materiales de construcción.

2.2 Desarrollo de métodos numéricos específicos para estructuras deterioradas y de Patrimonio Histórico

Objetivo: Desarrollar métodos de cálculo novedosos (9-11) basados en combinación de métodos de elementos finitos, elementos discretos y técnicas de partículas para predecir la evolución en el tiempo de la capacidad resistente de estructuras existentes y estimar su nivel de seguridad bajo diversas acciones ordinarias y extraordinarias. Los métodos de cálculo serán de aplicación a estructuras de hormigón en masa y armado, a estructuras metálicas y a estructuras históricas formadas por materiales de mampostería. En todos los casos se tendrá en cuenta los efectos de interacción con el terreno de cimentación, así como los efectos medioambientales.

2.3 Desarrollo de modelos de cálculo de la vida útil integrando las solicitaciones mecánicas y ambientales y realizando un análisis del ciclo de vida,

Objetivo: Desarrollo y calibración con estructuras reales, tanto armadas como pretensadas, de modelos de corrosión de armadura: cálculo del periodo de iniciación y propagación con el cálculo de los costes asociados son el fin de realizar análisis del ciclo de vida (12-15). Aplicación al caso de estructuras corroídas y de patrimonio histórico y calibración de coeficientes parciales de seguridad para estructuras existentes y deterioradas

2.4 Integración de parámetros microestructurales con el comportamiento estructural

Objetivo: Caracterización de parámetros mecánicos de los materiales para su incorporación en modelos estructurales y el estudio del efecto en el material de acciones accidentales (16). Desarrollo de materiales más tolerantes al daño y nuevas técnicas de detección del deterioro y de la corrosión.

3. CICLO DE VIDA DE LAS ESTRUCTURAS

Cada vez más se plantea la necesidad de acudir a inversiones privadas para acometer la construcción en grandes estructuras o de mega-proyectos. Ello implica la concesión de la construcción y explotación de las infraestructuras por un tiempo definido como una forma de financiación que no gravite sólo sobre los presupuestos generales del

estado. Dado que estos megaproyectos terminan revirtiendo al cabo de un tiempo al estado, éste debe fijar unos mínimos de calidad y seguridad en el momento de la reversión, lo que implica para el concesionario temporal de la infraestructura la necesidad de comparar constantemente su nivel de conservación con los objetivos de seguridad y correcto mantenimiento.

En la figura 1 que también se utilizó para la solicitud del programa Grupos de Excelencia de la Comunidad de Madrid que resultó en la formación del Grupo DUMEINPA, se muestra de forma muy esquemática las etapas de gestión de infraestructuras relacionadas con su diseño, construcción, mantenimiento, reparación y demolición. El re-uso de los materiales resultantes de la demolición llevaría al reciclado y al cierre del llamado *Ciclo de Vida* de las construcciones.

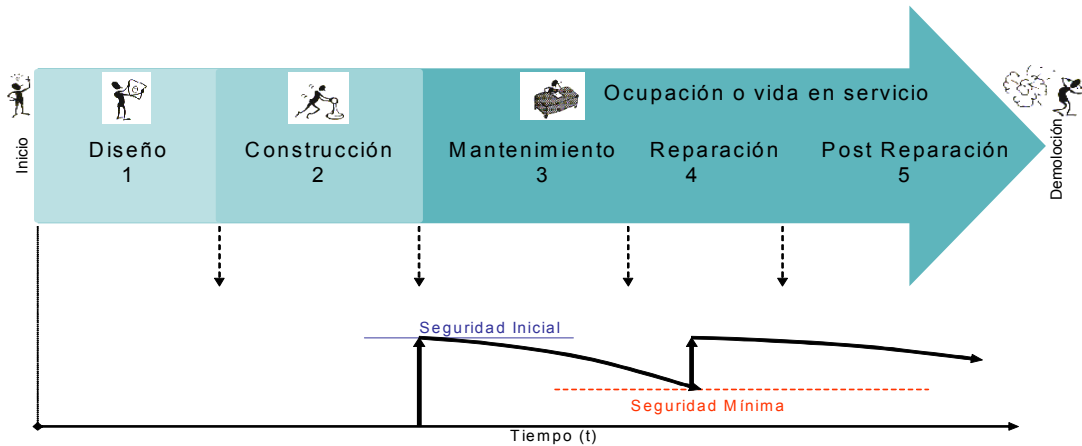
La aportación novedosa de SEDUREC se centrará en introducir los conceptos de *Seguridad* y *Economía* de una forma sistemática y racional en el proceso llegando a la cuantificación y modelación del mismo. Para ello es imprescindible el trabajo integrado de diversas disciplinas, ya que no existen grupos a nivel internacional en este momento que tengan miembros que conozcan todas las disciplinas que necesitan converger para aportar un Manual como el que se pretende desarrollar en SEDUREC.

Los aspectos de Seguridad estructural, Economía y Modelación resultan pues esenciales y son los aspectos más novedosos en los objetivos que se han planteado. Los avances que se produzcan será esencial transmitirlos a los jóvenes técnicos e investigadores para que los conocimientos se incorporen a las disciplinas básicas de las nuevas generaciones, de ahí que la formación sea un aspecto esencial también en el Proyecto SEDUREC.

Volviendo a los aspectos de Seguridad, Economía y Modelación, no existen en la actualidad Códigos que guíen al propietario de las infraestructuras en la gestión técnica de su parque construido. Tampoco conoce los riesgos que determinadas intervenciones o reparaciones pueden introducir en los usuarios por lo que debe recurrir a la opinión de expertos o consultoras que realizan su dictamen en base a la experiencia previa subjetiva y no sistematizada utilizando programas y sistemas expertos desarrollados de forma empírica que tratan de ser una Ayuda a la Toma de Decisiones que todo propietario tiene que realizar a lo largo del Ciclo de Vida de sus infraestructuras (17).

Si se entiende que toda infraestructura es una inversión económica con fines sociales, en la figura 2 se muestra, como las etapas del ciclo de vida deben estar enmarcadas en un análisis de la

Figura 1. Etapas de la vida de estructuras de las construcciones



rentabilidad de la inversión. Realizada la inversión es necesario crear un Inventario de las estructuras o de sus elementos y luego a programar visitas de inspección periódicas para dictaminar cual es el estado actual y las necesidades de mantenimiento y reparación. En función del estado actual de la estructura se procede la evaluación de su seguridad y, en su caso, a su reparación. El objetivo es mantener actualizada y rentable la inversión realizada.

Para el gestor de un sistema técnico, así como para la sociedad, el aspecto primordial es pues la limitación de los riesgos a un nivel aceptable con un costo razonable.

4. INTEGRACIÓN DE LAS SOLICITACIONES AMBIENTALES EN EL CICLO DE VIDA

Las construcciones y edificaciones además de estar diseñadas para operar con niveles de funcionalidad y seguridad adecuados, lo deben hacer durante un periodo que se conoce como *vida útil*. Esta vida útil o de *servicio* en la mayoría de los casos no se define

en las normas explícitamente debido básicamente a tres motivos: 1) el desconocimiento que se tiene de la durabilidad real (debido a la variedad de ambientes y procesos posibles de deterioro), 2) las consecuencias legales que tendría para el proyectista que se definiera y no se alcanzara. y 3) las implicaciones económicas que implican el interés en que esta vida en servicio sea lo más larga posible.

La experiencia muestra que todos los materiales de construcción envejecen y se degradan en contacto con los agentes atmosféricos y del medio ambiente por lo que lo crucial es conseguir velocidades de deterioro lo suficientemente lentas para que la vida en servicio supere los 50 o 100 años sin labores y los costos asociados de mantenimiento.

A pesar de que ya se tiene bastante experiencia en los deterioros prematuros sufridos por las estructuras de construcción, los requisitos existentes en la mayoría de normativas son todavía claramente insuficientes y se basan en el cumplimiento de una serie de simples reglas de buena práctica. En el caso del hormigón armado y pretensado se definen unas dosificaciones mínimas (máxima relación agua –

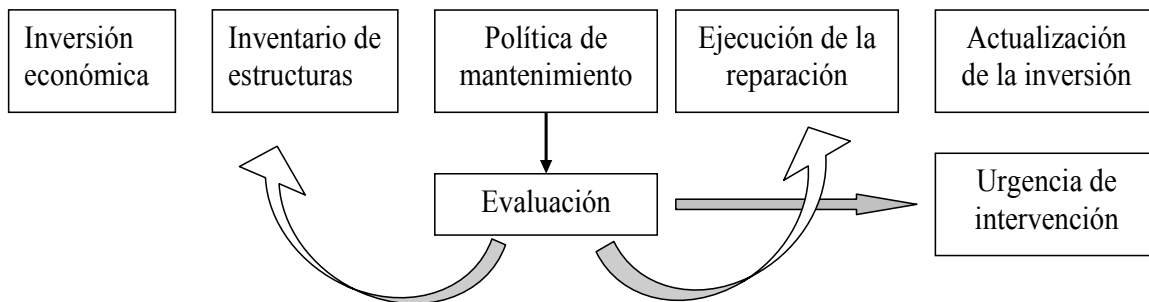
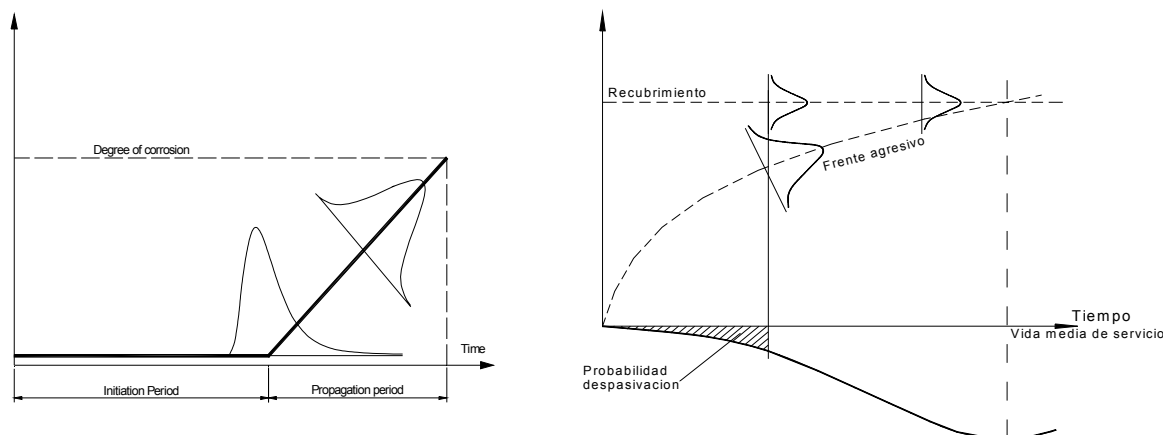


Figura 2. Inversión económica y su actualización que enmarca las etapas básicas en la gestión técnica de infraestructuras

Figura 3. Variación estadística en la penetración de sustancias agresivas en el hormigón y sus efectos sobre la probabilidad de corrosión de la armadura.



cemento y mínima cantidad de cemento) junto con un recubrimiento mínimo para cumplir con este aspecto.

En la actualidad no existen modelos o métodos de cálculo integrales aceptados que permitan traducir en la normativa la durabilidad de las construcciones. Existen modelos parciales, basados en general en procesos de difusión cuyas condiciones de contorno se separan bastante de la realidad pero no existen métodos que permitan abordar el cálculo de la vida útil acometiendo todas las etapas que pasará la estructura en los distintos ambientes donde va estar ubicada y mucho menos existe un tratamiento unificando las acciones mecánicas con las de ataque ambiental.

A pesar de los avances producidos en los últimos veinte años se detecta una falta de relación entre estos avances y los criterios de diseño recogidos por las normativas de cálculo estructural puesto que no se han producido variaciones considerables en los requisitos establecidos por las normativas. A este aspecto es interesante resaltar el gran avance que ha supuesto la nueva Instrucción de Hormigón Estructural (EHE) en la que la durabilidad de la estructura es considerada desde la fase de diseño de ésta.

En este campo existe una propuesta reciente formulada al Comité CEN 250 sobre Eurocódigos sobre un tratamiento de la durabilidad mediante la teoría de los estados límites. Esta propuesta ha sido realizada a partir de los resultados del Proyecto de financiación europea DURACRETE: *Probabilistic Performance based Durability Design of Concrete Structures*, donde participaron miembros del IETcc. La propuesta se basa en necesaria una caracterización estadística (figura 3-izquierda) previa de todas las variables que influyen en el una caracterización estadística de las variables y a través

del estudio económico de su repercusión en el ciclo de vida se establece cuál debe ser el nivel de seguridad necesario en el diseño de estructuras durables o cual es la seguridad en estructuras existentes. Para los análisis económicos del ciclo de vida se debe emplear una metodología de cálculo en la que no sea necesario el cálculo de la probabilidad de fallo a lo largo del tiempo en los casos de análisis de la degradación de la estructura.

Al adoptar para la durabilidad la teoría de los estados límites, el procedimiento de cálculo sería paralelo al del resto de los estados límites (figura 3-derecha). Siendo R (el recubrimiento en el caso de la corrosión de armaduras y S la resistencia y la acción (ambiental en el caso de la durabilidad) a que se encuentra sometida la estructura, ambas variables estocásticas. La probabilidad de que un elemento o una estructura falle a un tiempo t será (1) :

$$\begin{aligned} PF(t) &= P(R(t) < S(t)) \\ &= P(R(t) - S(t) < 0) = P(G(t) < 0) \end{aligned} \quad (1)$$

Donde $G(\cdot)$ es la llamada función de estado límite.

En los problemas de las acciones mecánicas es usual considerar las resistencias independientes del tiempo y tomar para las acciones valores representativos de todo el periodo de vida útil (17). En el caso de la durabilidad esto no es posible y ambas deben ser consideradas como función del tiempo. En lugar de determinar la probabilidad de fallo se utiliza el llamado *índice de fiabilidad* β relacionado biunívocamente con aquella siendo Φ la función de densidad de probabilidad normalizada de Gauss:

$$P_F = P(G(t) < 0) = \Phi(-\beta) \quad (2)$$

La minimización de la probabilidad de fallo tiene que estar balanceada por el costo que ello implica,

tanto los costes de construcción como los de mantenimiento y los derivados de los posibles daños (18-20). Para cada escenario de riesgo previsible, el coste total de un elemento estructural vendrá dado por la siguiente expresión:

$$C_T = C_{ini} + \sum_{i=0}^{t_L} \frac{M_i}{(1+r)^i} + \sum_{i=0}^{t_L} P_F(t_i) \frac{D_i}{(1+r)^i} \quad (3)$$

Donde: C_T es el coste total capitalizado del elemento estructural, C_{ini} es el coste inicial de construcción, M_i es el coste de mantenimiento del elemento estructural en el año i , r es la tasa de capitalización, $P_F(t_i)$ es la probabilidad de fallo del elemento en el tiempo t_i y D_i son los posibles daños causados por el fallo en el tiempo t_i . La función de coste total capitalizado, como es conocido, tendrá un mínimo ya que el resultado de la suma de los costes iniciales más los costes de reparación por la probabilidad de que la estructura falle, tendrá un mínimo que corresponderá al óptimo económico que se pretende hallar.

5. NUEVOS MÉTODOS PARA EL CÁLCULO DE LA SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE LAS ESTRUCTURAS

En el proyecto SEDUREC se abordarán también los aspectos del modelado que contemplen accidentes o roturas frágiles. También en este caso las técnicas de reevaluación son cruciales ya que los procesos de accidente que someten al material a altas tensiones locales o temperaturas lo que puede producir cambios muy importantes en el material, hasta tal punto que su microestructura y propiedades se ven severamente modificadas.

Como herramienta integradora de todos estos aspectos, se desarrollarán modelos matemáticos y métodos numéricos correspondientes a cada tipología estructural. Se prestará especial atención al desarrollo de interfaces de usuario sencillas y prácticas que faciliten la generación de datos y la visualización de los resultados del cálculo. Asimismo, se adaptarán todos los programas de cálculo para que puedan utilizarse en ordenadores paralelos o en régimen de cálculo distribuido (grid-computing). El objetivo es poder resolver estructuras reales, que involucran cientos de millones de incógnitas, en tiempos de cálculo razonables.

Los nuevos programas de cálculo (10-11) se basan en el método de los elementos discretos (MED), el método de elemento finitos (MEF), el método de partículas (PFEM). La construcción de estas técnicas permitirán simular como mayor precisión problemas complejos de seguridad estructural incluyendo efectos de interacción de las estructuras en el medio

circundante (terreno, agua, aire). El desarrollo y adaptación de estas formulaciones irán acompañados de **nuevos modelos constitutivos** aplicables al comportamiento del suelo y de la estructura, al estudio de interacciones entre estructurales discretas diferentes, así como también para el análisis comparativo de resultados de seguridad de construcciones por medio de diferentes tecnologías numérica.

6. AGRADECIMIENTOS

Se hace constar el reconocimiento al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación concedida en el programa Ingenio 2010- CONSOLIDER 2006.

7. REFERENCIAS

1. EN 1992-1-1 Eurocódigo 2 Parte 1.1 Proyecto de estructuras de hormigón. Reglas generales. European Committee for Standardization, Brussels, 2005.
2. E. Torroja - *La determinación del coeficiente de seguridad en las distintas obras..* Instituto Eduardo Torroja. Madrid
3. *Structural Safety*. J. Ferry Borges. 2ª Ed. LNEC. Lisbon 1971
4. JCSS -*Probabilistic assessment of existing structures*. Ed. By D. Diamantidis, RILEM publications.
5. CIB Publication 259. *Risk assessment and risk communication in civil engineering*. Editors: Vrouwenvelder, T., Holicky, M., Tanner, P., Lovegrove, R. and Canisius, G. International Council for Research and Innovation in Building and Construction, CIB nº 259, Rotterdam, 2001. ISBN 90-6363-026-3, 62 pages.
6. Hambly, E.C. and Hambly, E.A. "Risk evaluation and realism". Paper 10324, Proc. Inst. Civil Engineers, Civil Engineering 102, 1994.
7. Henley, E. J., Kumamoto H. (1981) "*Reliability Engineering and risk assessment*", Prentice Hall, Englewood Clifss NJ.
8. Melchers R.E. (1983) "*Structural Reliability, Analysis and Prediction*", Ellis Horwood Limited. Jhon Wiley & sons
9. Zienkiewicz, O.C. and Taylor, R.L. The finite element method. 5th Edition, 3 Volumes, Butterworth-Heinemann, 2000.
10. Oñate, E. (1992). Cálculo de Estructuras por el Método de los Elementos Finitos. CIMNE, 850 pp., Barcelona, 1ª edición, 1992, 2ª edición 1995.
11. Oñate, E., Rojek, J., Miquel, J., Zárate, F. and Recarey, C. Advances in the development of discrete element method and finite element method for predicting wear in rock cutting tools. Research Report CIMNE, 2004.

12. CONTECVET IN30902I, "A validated users manual for assessing the residual life of concrete structures", DG Enterprise, CEC, (2001). (The manual for assessing reinforced structures affected by reinforcement corrosion can be seen at the web sites of IETcc (www.ietcc.csic.es) and GEOCISA (www.geocisa.es)
13. ACI (1991) – Comité 201: *Proposed revision of: Guide to Durable Concrete*. ACI materials Journal, Vol. 88 n° 5, pp. 544 – 582
14. Tanner P. Reliability-based evaluation concept for everyday use. In: *Saving Buildings in Central and Eastern Europe*, IABSE Report N° 77, Zürich, 1998.
15. Izquierdo, D. Andrade C. Arteaga A. (2000) *Risk analysis of crack width limit state due to reinforcement corrosion*. RILEM Workshop on life prediction and aging management of concrete structures. Cannes. Francia.
16. Elices M (1996) *Mecánica de la fractura aplicada a sólidos elásticos bidimensionales* ETSI Caminos, UPM.
17. Frangopol D. M. (1997) "Application of life cycle reliability – based criteria to bridge assessment and design ", "Safety of Bridges" Institution of Civil Engineers. Highways Agency. Ed. by Tomas Telford.
18. Ehlen. (1997) "Principles of whole life costing", "Safety of Bridges" Institution of Civil Engineers. Highways Agency. Ed. by Tomas Telford.
19. Ditlevsen, O, Madsen, H. O. (1996) *Structural Reliability Methods*. Ed. Wiley.
20. Hasofer, A. M. and Lind, N. C.; Exact and Invariant Second Moment Code Format. Journal of the Engineering Mechanics Division ASCE, Vol. 100, 1974, p. 111-121.

DEVELOPMENT OF THE LOCAL APPROACH TO FRACTURE OVER THE PAST 25 YEARS : THEORY AND APPLICATIONS

A. Pineau

Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, UMR CNRS 7633, BP 87, 91003 Evry Cedex, France
andre.pineau@ensmp.fr

ABSTRACT

This review paper is devoted to the local approach to fracture (LAF) for the prediction of the fracture toughness of structural steels. The bases of this relatively newly developed methodology are first presented. The LAF has been considerably developed over the past two decades, not only to provide a better understanding of the fracture behaviour of materials, in particular the failure micromechanisms, but also to deal with loading conditions which cannot easily be handled with the conventional LFM and EPFM global approaches. Both ductile rupture and brittle cleavage fracture micromechanisms are considered. The ductile-to-brittle transition observed in ferritic steels is also briefly addressed. Two types of LAF methods are presented : (i) those assuming that the material behaviour is not affected by damage (e.g. cleavage fracture), (ii) those using a coupling effect between damage and constitutive equations (e.g. ductile fracture).

The micromechanisms of brittle and ductile fracture investigated in elementary volume elements are briefly presented. The emphasis is laid on cleavage fracture in ferritic steels. The role of second phase particles (carbides or inclusions) and grain boundaries are more thoroughly discussed. The distinction between nucleation and growth controlled fracture is made. Recent developments in the theory of cleavage fracture incorporating both the effect of stress state and that of plastic strain are presented. These theoretical results are applied to the crack tip situation to predict the fracture toughness. It is shown that the ductile-to-brittle transition curve can reasonably be well predicted using this approach. Additional applications of the LAF approach methods are also shown, including : (i) the effect of loading rate and prestressing; (ii) the influence of residual stresses in welds; (iii) the mismatch effects in welds; (iv) the warm-prestressing effect. An attempt is also made to delineate research areas where large improvements should be made for a better understanding of the failure behaviour of structural materials.

1. INTRODUCCIÓN

The assessment of the mechanical integrity of any flawed mechanical structure requires the development of approaches which can deal not only with simple situations, such as small-scale yielding (SSY) under pure mode I isothermal loading, but also with much more complex situations, including large-scale plasticity, mixed-mode cracking, and non isothermal loading. Two types of approaches have been developed for that purpose. The first one, referred to as the "global" approach, is essentially based on linear elastic fracture mechanics (LEFM) and elastic-plastic fracture mechanics (EPFM). In this methodology it is assumed that the fracture resistance can be measured in terms of a single parameter, such as K_{IC}, J_{IC} or CTOD. More recently global approaches incorporating a second parameter (T and Q stress) have been introduced (see e.g. O'Dowd and Shih [1, 2]). This methodology is extremely useful and absolutely necessary, but it has also a number of limitations such as the absence of any prediction of size effects observed in brittle fracture or the application to non-isothermal loading conditions. This is the reason why another approach has been developed since the 80's. This is the so-called "local approach" to fracture (LAF) in which the modelling of fracture toughness is based on local fracture criteria usually established from tests on volume elements, in particular notched specimens (see, e.g. Pineau [3], Beremin [4], Pineau and Joly [5]). These criteria are

applied to the crack tip, as schematically shown in Fig. 1. This methodology requires that two conditions are fulfilled : (i) micromechanistically based models must be established; (ii) a perfect knowledge of the crack tip stress-strain field must be known.

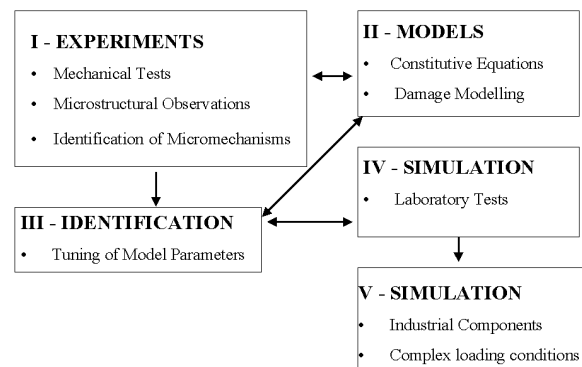


Fig. 1: Sketch showing the methodology followed in the local approach to fracture.

A considerable research effort has been devoted to the development of the local approaches over the past 25 years. A book devoted to the local approach to fracture has been published recently [6]. The first approaches assumed that the material obeyed a conventional behaviour supplemented by models of local fracture processes. This is the situation for brittle fracture (Beremin, [4]). Further approaches similar to those

used in continuum damage mechanics (CDM), involving constitutive equations with a softening effect due to "damage" have been introduced later. This is the actual situation for ductile fracture.

The LAF introduces new parameters which have to be determined experimentally. This raises the problem of the strategy which has to be used to determine these parameters (see Pineau [7]). For instance, the seminal work by Beremin [4] introduces the Weibull stress, σ_w , as a probabilistic fracture parameter. The Beremin model predicts the evolution of the Weibull stress with macroscopic applied stress to define the conditions leading to local material failure. The transferability models of elastic-plastic fracture toughness values rely on the notion of a Weibull stress as a crack driving force (see e.g. Ruggieri and Dodds, [8], Ruggieri et al., [9], Petti and Dodds, [10]). In this approach to brittle fracture the simple axiom is that unstable cleavage crack propagation occurs at a critical value of the Weibull stress (for a given probability to failure).

In this review paper the emphasis is laid on brittle cleavage fracture which is the most deleterious failure mode observed in ferritic steels at low temperature. However ductile fracture involving cavity formation is also briefly considered. After reviewing some recent developments in the knowledge of the fracture micromechanisms, the paper deals with modelling fracture toughness. A number of applications of the local approach to fracture are also shown.

2. MICROMECHANISMS OF FRACTURE

Cleavage fracture and ductile rupture are considered successively.

2.1 Cleavage fracture

2.1.1 Introduction

In many ferritic steels, it has been found that the cleavage stress, σ_c is independent of temperature. This strongly suggests that in these materials the mechanism of cleavage fracture is growth controlled (see e.g. Curry and Knott, [11]; Pineau, [3, 12]): cleavage microcracks are progressively nucleated under the influence of plastic strain. These microcracks are arrested at microstructural barriers and fracture occurs when the longest crack reaches the Griffith stress given by:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\alpha a}} \quad (1)$$

where E is the Young's modulus, γ_s the "effective" surface energy, α a numerical constant depending of the crack shape, and a the size of the longest microcrack. In this equation all terms are almost

independent of temperature, except the term γ_s which is much higher than the true surface energy because of the plasticity accompanying crack propagation.

However this theory is too simple since it does not recognize the different steps encountered during microcrack initiation and microcrack propagation (Martin-Meizoso et al., [13]). Moreover it does not include the statistical aspects which are well known to play a key role. This is the reason why the situation must be analysed in more detail.

Cleavage fracture of ferritic steels most frequently occurs by the dynamic propagation of microcracks initiated by slip-induced cracking of brittle second phase particles (i.e. carbides in steels) or inclusions. Fracture results from the successive occurrence of three elementary events (Fig. 2):

- slip-induced cracking of a brittle particle
- propagation of the microcrack on a cleavage plane of the neighbouring matrix grain across the interface particle/matrix under the local stress state
- propagation of the grain-sized crack to neighbouring grains across the grain boundary.

The first event corresponding to brittle fracture of particles is governed by a critical stress, σ_d when the particle size is larger than $\sim 0.1 \mu\text{m}$ to $1 \mu\text{m}$ (see e.g. Pineau, [12]). Below this size a dislocation based theory must be used. It has been shown that the stress σ_d is related to the maximum principal stress, σ_1 , the equivalent von Mises stress, σ_{eq} and the yield stress, σ_{YS} , by :

$$\sigma_1 + k(\sigma_{eq} - \sigma_{YS}) = \sigma_d \quad (2)$$

where k is a function of particle shape (Beremin, [14], François and Pineau, [15]). This simple expression which is similar to that used by Margolin in his model for brittle fracture initiated from particles (Margolin et al., [16]) shows that for a given stress state the strain necessary to nucleate microcracks strongly increases with temperature. It shows also that crack nucleation is favoured by stress conditions, such as those of a crack tip, leading to high stress triaxiality ratio. The value of σ_d is *a priori* statistically distributed. The values of the local fracture toughness, $k_I^{c/f}$ and $k_I^{f/f}$ are also statistically distributed. Recent studies have shown that, for instance, in bainitic steels the effective packets which lead to local crack arrest at grain boundaries are those for which the misorientation between the packets is large (Bouyne et al., [17]; Gourgues et al., [18]; Lambert-Perlade et al., [19]).

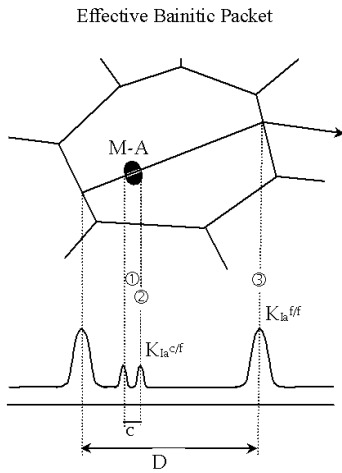


Fig. 2: Initiation of a cleavage microcrack from a particle (M-A constituent). The crack is arrested at the interface c/f, then propagates through the matrix and is arrested at the grain boundaries.

The role of particle and grain size distributions have therefore to be also taken into account, as schematically shown in Fig. 3. In this figure (Martin-Meizoso et al., [13]) the critical values of the particle and grain size C^* , D^* corresponding to the different steps in brittle fracture are simply related to the local value of the maximum principal stress by :

$$C^* = \left(\frac{\delta \cdot K_I^{c/f}}{\sigma_1} \right)^2 \quad \text{and} \quad D^* = \left(\frac{\delta \cdot K_I^{f/f}}{\sigma_1} \right)^2 \quad (3)$$

where δ is a numerical factor close to 1.

Recent experiments on bainitic microstructures simulating the heat-affected zone of welds indicated that cleavage fracture was initiated from tiny ($\sim 1 \mu\text{m}$) brittle particles formed by M-A (martensite-austenite) constituents (Lambert-Perlade et al., [19]). It was shown that at low temperature the critical step corresponds to the nucleation of microcracks from these M-A particles. When the temperature was increased the critical step is the propagation of packet size microcracks through grain boundaries, as schematically shown in Fig. 4 and as illustrated in Fig. 5 on a bainitic steel. Acoustic emission technique has been useful to reach this conclusion. This situation observed in one specific steel is likely to be more general. These observations strongly suggest that the micromechanisms operating during fracture toughness measurements at increasing temperature are not necessarily the same. In such conditions it would seem preferable to involve a multiple-barrier (MB) model to account for the temperature dependence of fracture toughness, as shown below.

2.1.2 Models of cleavage fracture

In this part the statistical aspects of cleavage fracture are modelled. Then some comments are made on the

existence of a threshold stress for cleavage fracture and the effect of plastic strain. It is also shown how multiple barrier models can be derived.

Statistics

Rather surprisingly although the scatter in cleavage stress measurements is well known, it was only in the 1980's that models have been proposed to account for this scatter (for a review, see e.g. Wallin, [20, 21]). Nowadays the most largely used models are those derived from the work by Beremin, [4]). Assuming that the material contains a population of microdefects (particles or grain sized microcracks) distributed according to a simple (power or exponential) law, $p(a)$, the weakest link theory tells us that the probability to failure $P(\sigma)$ of a representative volume element, V_u , is given by :

$$P(\sigma) = \int_{a_c(\sigma)}^{\infty} p(a) da \quad (4)$$

where a_c is simply given by eqn (1), i.e. :

$$a_c = \frac{2 E \gamma_S}{\alpha \sigma^2} \quad (5)$$

Knowing the distribution $p(a)$ it is therefore possible to calculate $P(\sigma)$.

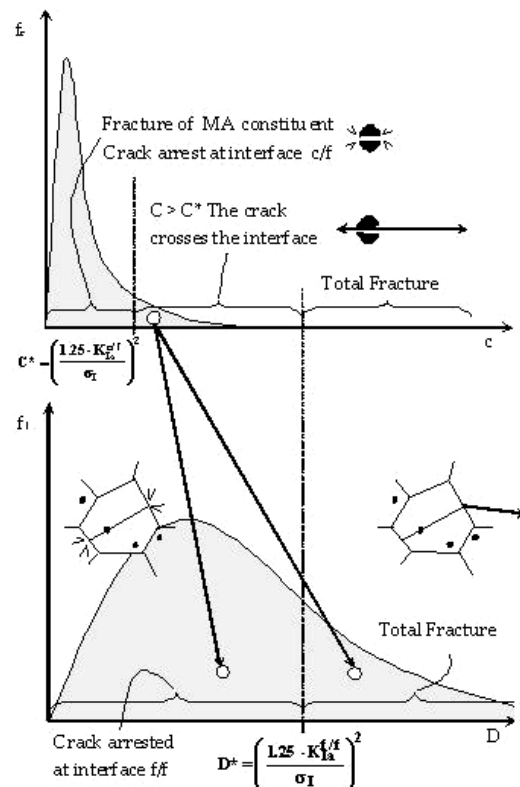


Fig. 3: Multiple barrier model. Three events are schematically shown (Martin-Meizoso et al. [13]).

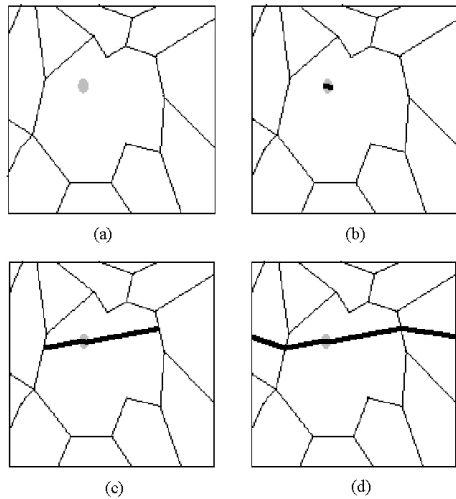


Fig. 4: Schematic representation of the role of microstructural barriers on cleavage micromechanisms. The crack is assumed to nucleate from a particle (a) undamaged material; (b) microcrack initiation in the particle, (c) microcrack propagation across the particle/matrix interface, and (d) microcrack propagation across a bainite packet boundary leading to final fracture.

In a volume V which is uniformly loaded and which contains V/V_u statistically independent elements the probability to failure can be expressed as :

$$P_R = 1 - \exp \left[-\frac{V}{V_u} P(\sigma) \right] \quad (6)$$

As a general rule the function $p(a)$ is not known. However when the critical step for cleavage fracture is the propagation of microcracks initiated from particles, the distribution $p(a)$ may be determined experimentally. Two types of laws are usually proposed:

(a) a power law

$$p(a) = \gamma a^{-\beta} \quad (7)$$

(b) an exponential law including eventually a cut-off parameter (see e.g. Carassou et al., [22] and Lee et al., [23]) such as the cumulated probability is given by :

$$p(\text{size} > a) = \exp \left[-\left(\frac{a - a_u}{a_o} \right)^n \right] \quad (8)$$

The simple power law leads to the well-known Weibull expression :

$$P_R = 1 - \exp \left[-\frac{V}{V_o} \left(\frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^m \right] \quad (9)$$

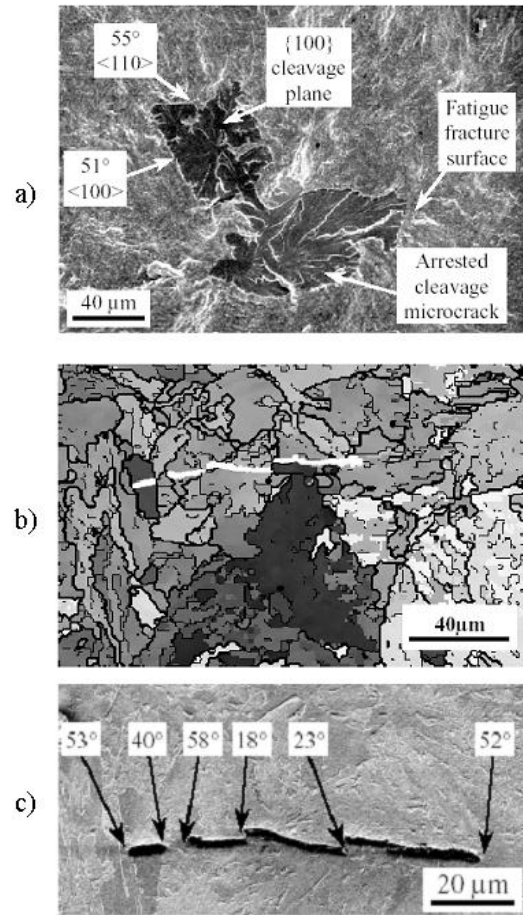


Fig. 5: Bainitic steel. Arrested cleavage microcracks obtained with interrupted tests on a notched specimen. (a) Fracture surface after subsequent fatigue crack propagation. Indexations of crack arresting boundaries are given. (b) EBSD map. Thin lines and thick lines denote low-angle and high-angle boundaries, respectively. (c) SEM observations and disorientation analysis showing microcrack arrest at high-angle boundaries (same area as b). (Lambert-Perlade et al. [19]).

with the Weibull shape factor $m = 2\beta - 2$ and

$$\sigma_u = (m/2\gamma)^{1/m} (2E\gamma_S/\alpha)^{1/2} \quad (10)$$

It should be noted that within a first approximation, m and σ_u are temperature independent. Similarly the exponential law eqn (8) leads to (Tanguy et al., [24]) :

$$P_R = 1 - \exp \left\{ -\frac{V}{V_o} \left[\frac{\left(\frac{1}{\sigma^2} - \frac{1}{\sigma_u^2} \right)^n}{\frac{1}{\sigma_o^2}} \right] \right\} \quad (11)$$

Where

$$\sigma_o = (2E\gamma_S/\alpha a_o)^{1/2} \text{ and } \sigma_u = (2E\gamma_S/\alpha a_u)^{1/2} \quad (12)$$

Eqn (9) is a simplified expression since no threshold is introduced. In three dimensions (3D) and in the presence of smooth stress gradients, this equation can be written as :

$$P_R = 1 - \exp \left[- \frac{\int_{PZ} \sigma_1^m dV}{\sigma_u^m V_u} \right] \quad (13)$$

where the volume integral is extended over the plastic zone (PZ). This equation can be rewritten as:

$$\sigma_w = \sqrt[m]{\int_{PZ} \frac{\sigma_1^m dV}{V_u}} = \sigma_u \sqrt[m]{\ln \left[\frac{1}{1 - P_R} \right]} \quad (14)$$

where σ_w is referred to as the "Weibull stress".

Threshold

Some investigators have introduced a threshold stress, σ_{th} , directly into eqn (14) (Bakker and Koers, [25], Xia and Cheng, [26]). One proposal for the integrand of eqn (13) has the form $[(\sigma_1 - \sigma_{th}) / (\sigma_u - \sigma_{th})]^m$. However rational calibration procedures for σ_{th} remain an open issue. To avoid these difficulties, Gao et al., [27] proposed a modified form of eqn (14) given by :

$$P_R = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_w - \sigma_{wmin}}{\sigma_u - \sigma_{wmin}} \right)^m \right] \quad (15)$$

where σ_{wmin} represents the minimum value of σ_w at which cleavage fracture becomes possible. (For a full discussion, see also Gao et al., [28] and Gao and Dodds, [29]).

In the original Beremin model (Beremin, [4]), an implicit threshold Weibull stress was also included. In the literature this is something which is somewhat overlooked. In this model, it is assumed that cleavage fracture cannot occur in the absence of plastic deformation, i.e. below the yield strength, σ_{YS} . This means that the PZ size must be larger than a critical size, X_c , or otherwise stated that there exists a threshold, K_{Imin} , below which cleavage fracture cannot occur.

This threshold is given by:

$$K_{Imin} \approx \sigma_{YS} \sqrt{3\pi X_c} \quad (16)$$

Multiple – barrier models

As stated previously the Beremin model is essentially based on the description of the propagation of an existing critical defect belonging to a single population. This is a simplification which might explain why in the application of this model over a wide range of temperatures, a number of investigators have reported that it was necessary to assume the normalizing stress,

σ_u , to be an increasing function of temperature (see e.g., Tanguy et al., [30, 31]). This might simply reflect the existence of critical different steps depending on temperature, as indicated earlier.

Multiple-barrier (MB) models would therefore appear more satisfactory to account for the variation of cleavage fracture toughness over a wide temperature range. In particular MB models reflecting the situation schematically shown in Fig. 4 have been proposed (Martin-Meizoso et al., [13], Lambert-Perlade et al., [19]). These models are also based on the weakest link theory. The nature of these barriers depends on temperature. The application of these models requires the knowledge of a certain number of metallurgical factors including the nucleating particle size distribution and the grain (packet) size distribution. These factors were measured in one specific steel in which the brittle particles were formed by M-A constituents (Lambert-Perlade et al., [19]). The application of these models also necessitates the knowledge of the local fracture toughness, $K_I^{c/f}$ and $K_I^{f/f}$, and that of the cleavage fracture stress of particles, σ_d . There are very few results in the literature. However a number of results are reported in Table 1. In the study devoted to a bainitic steel containing M-A particles it was assumed that the local values of fracture toughness, $K_I^{c/f}$ and $K_I^{f/f}$ were not temperature dependent, which is a crude approximation. In spite of this approximation a good agreement was found between the experimental values of the fracture toughness and those inferred from this MB barrier model, as shown later.

Strain correction

The usual Weibull expression in eqns (13) and (14) of the product of a stress function and a volume (PZ) is based on the assumption of a microcrack population nucleated at the onset of plastic deformation, which then remains active over the entire loading history. Detailed examinations on a number of materials, in particular those to which the MB model has been applied have shown that the situation is far more complex. A number of studies (see e.g. Kaechele and Tetelman, [34]) have shown that the number of nucleated microcracks was an increasing function of plastic strain and increased when the temperature was lowered. From this observation one should be tempted to include in the expression of the Weibull stress a function increasing with plastic strain and decreasing with temperature. The increasing strain dependence of the Weibull stress was the basis of the modification in the Beremin model introduced by Kroon and Faleskog, [35] and recently applied by Faleskog et al., [36]. Still more recently this effect was also introduced in the new model proposed by Bordet et al., [37, 38]. Moreover these authors have also attempted to account for the temperature dependence on the nucleation of microcracks from particles. Here it is worth mentioning that eqn (2) also contains both effects implicitly.

Table 1 : Parameters of Multiple Barrier Models.

Parameter	Present Study Value	Literature Data		
		Value	Microstructural Unit	Reference
σ_d (MPa)	2112	-	-	-
$K_1^{c/f}$ (MPa m ^{1/2})	7.8	2.5 to 5.0 2.5 1.8	Carbides Globular carbides TiN particles	Martin-Meizoso et al. [13] Hahn [32] Rodrigues-Ibabe [33]
$K_1^{f/f}$ (MPa m ^{1/2})	CGHAZ-25 28 ICCGHAZ-25 18	5.0 to 7.0 7.0 7.5 4.8 15.2	Bainite packets Bainite packets Ferrite grains Bainite packets Bainite packets	Martin-Meizoso et al. [13] Martin-Meizoso et al. [13] Hahn [32] Rodrigues-Ibabe [33] Rodrigues-Ibabe [33]

A number of other observations have also clearly shown that microcracks arrested at grain boundaries are blunted with further straining, making them very unlikely to propagate again. In other words, these observations strongly suggest that only freshly nucleated carbide microcracks are expected to act as effective nucleation sites. This time, plastic strain appears to be beneficial or otherwise stated leads to an increase of the normalizing stress factor, σ_u introduced in eqns (13) and (14). This was the basis of the "strain correction" originally introduced in the Beremin model where the probability to failure was expressed as :

$$P_R = 1 - \exp \left[- \frac{\int_{PZ} \sigma_1^m \exp(-m \varepsilon_1 / \alpha) \cdot dV}{\sigma_u^m V_u} \right] \quad (17)$$

where ε_1 is the plastic strain in the direction of the highest principal stress in a given element of volume, dV , and α is a constant assumed to be close to 2. Recently a new modification to the Beremin model was introduced (Bernauer et al., [39]). These authors assumed that the nucleation rate of cavities from particles could be described by the Chu and Needleman law (see Needleman and Tvergaard, [40]). Once a cavity is nucleated from a particle, it is assumed that this particle can no longer act as a nucleation site for a cleavage microcrack. Stockl et al., [41] have applied their model to interpret results on warm-prestress effect.

Two opposite effects of plastic strain have therefore been invoked : (i) a deleterious effect through the continuous nucleation of microcracks, and (ii) a beneficial effect associated with the blunting of already initiated microcracks which are no longer active. Very recently, Bordet et al., [37, 38] have attempted to incorporate those two opposite effects writing that the

probability to cleavage, P_{cl} , could generally be expressed as :

$$P_{cl} = P_{nuc} \times P_{prop} \quad (18)$$

where P_{nuc} is the probability of nucleating a microcrack while P_{prop} is the probability of propagating this nucleated microcrack. These authors have proposed the following modified expression for the Weibull stress, σ_w^* :

$$\sigma_w^* = \left\{ \int_{PZ} \left[\int_0^{\varepsilon_{p,u}} \frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{YS,0}} (\sigma_1^m - \sigma_{th}^m) \exp \left(- \frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{YS,0}} \cdot \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_{p,0}} \right) d\varepsilon_p \right] \frac{dV}{V_0} \right\}^{1/m} \quad (19)$$

where σ_{YS} is the yield strength at a given temperature and for a given strain rate, and $\sigma_{YS,0}$ is a reference yield strength. Similarly $\varepsilon_{p,0}$ is a reference plastic strain. If the ratio $\sigma_{YS,0} \times \varepsilon_{p,0} / \sigma_{YS}$ is large, that is when the diminution of potential nucleation sites can be neglected, σ_w^* can be simplified as :

$$\sigma_w^* = \left\{ \int_{PZ} \left[\int_0^{\varepsilon_{p,u}} \frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{YS,0}} (\sigma_1^m - \sigma_{th}^m) d\varepsilon_p \right] \frac{dV}{V_0} \right\}^{1/m} \quad (20)$$

This expression is very similar to that of Beremin, as expected.

All these modifications to the original Beremin model have been introduced recently and they have not yet been largely tested. They lead to more sophisticated expressions requiring the identification of supplementary parameters.

3. DUCTILE RUPTURE AND DUCTILE-TO-BRITTLE TRANSITION

3.1 Introduction

Ductile fracture of metallic materials involves cavity nucleation and void growth to coalescence. Many studies have been devoted to the micromechanisms accompanying void nucleation from second-phase particles (see e.g. Garrison and Moody [42]). However large improvements have to be made to include all the details related to these particles in particular the effect of inhomogeneous spatial distribution. Recently a number of attempts have been made in this field. Similarly recent advances have been made for a better modelling of void growth and coalescence.

For a long time ductile rupture has been approached using uncoupled models (see e.g. Mc Clintock [43], Beremin [14]). In these models it was assumed that fracture occurred when the calculated volume fraction of cavities reached a critical value, f_c . More recently coupled models in which the effect of growing cavities on the constitutive equations of porous materials have been introduced (Rousselier [44], Gurson [45]). The so-called Gurson Tvergaard Needleman [46, 47] (GTN) model involves two parameters, f_c and an acceleration factor, δ introduced to "simulate" void coalescence. It has been shown that the f_c and δ parameters have no unique values to fit the experimental results (Zhang and Niemi [48, 49], Benzerga [50]). This motivated further improvements which are briefly summarized.

3.2 Heterogeneous void nucleation

The effect of the inhomogeneity in spatial void distribution has been thoroughly investigated in two materials : (i) a cast duplex (ferrite + austenite) stainless steel (Devillers-Guerville et al., [51]) in which cavities in the austenite phase are nucleated from cleavage microcracks initiated in the thermally embrittled ferrite, and (ii) a plain carbon steel (A48) in which cavities are initiated from MnS inclusions (Decamp et al., [52]).

An example illustrating the situation observed in A48 steel using the Voronoï tessalation technique is shown in Fig. 6. In both materials it was shown that the strain to failure was largely scattered and decreased when the specimen size was increased. It has been possible to partly account for this scatter and this size effect without using the δ accelerating factor provided that the inhomogeneity in the spatial distribution of cavity nucleation sites was taken into account.

This suggests that the use of this parameter to simulate coalescence is not essential when the spatial distribution of initiation sites for ductile rupture is properly taken into account. Here again, this requires detailed metallographical observations.

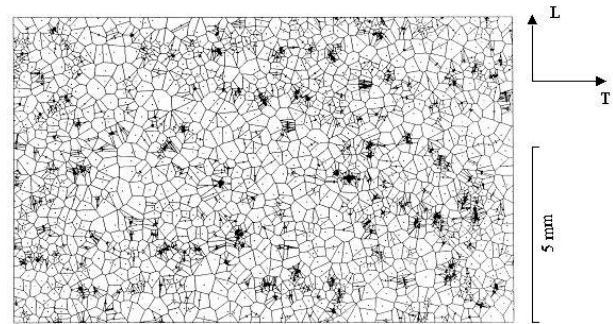


Fig. 6: C-Mn steel. Voronoï cells showing the distribution of MnS particles. L and T indicate the longitudinal and transverse directions in rolled plates (Bauvineau [53]).

3.3 Cavity growth

Much progress has been made since the pioneering studies by Berg [54], Mc Clintock [55], Rice and Tracey [56] and Gurson [45]. In particular recent models have been proposed to account for plastic anisotropy and cavity shape anisotropy.

Following the method used by Gurson [45] a yield surface for a plastically anisotropic material described by Hill quadratic criterion has been derived (Benzerga [57], Benzerga and Besson [58]), assuming that the cavities remain spherical :

$$\phi_{GA} = \left(\frac{\sigma_H}{\sigma_o} \right)^2 + 2f \cosh \left(\frac{1}{h} \frac{\sigma_{kk}}{\sigma_o} \right) - 1 - f^2 = 0 \quad (21)$$

where σ_H is the Hill equivalent stress defined with 6 coefficients h_{ij} . In this equation the parameter h has been expressed as a function of the h_{ij} coefficients. For an isotropic material $h=2$ and eqn (21) corresponds to the Gurson potential.

An extension of the Gurson model has also been proposed by Gologanu, Leblond and Devaux (GLD) [59, 60] to account for cavity shape. The GLD model applies to axisymmetric ellipsoidal cavities characterized by their aspect ratio, S. The model which is expressed in terms of a Gurson-like plastic potential is therefore limited to transversally isotropic porous plastic materials. This model has been extensively used by a number of authors (see e.g. Pardoën and Hutchinson [61]).

3.4 Cavity coalescence

Significant progress has also been made in modelling the onset of void coalescence by internal necking in ductile materials (Pardoën and Hutchinson [61], Benzerga [50], Benzerga et al. [62-64]). This last stage of ductile rupture is modelled using an extension of the

Thomason model (Thomason [65])in which it is assumed that fracture occurs when the plastic limit load criterion originally proposed by this author is reached. In addition to the GLD potential these models give a set of constitutive equations including a closed form of the yield surface after void coalescence with appropriate laws for void shape and the size of the ligament between cavities. Details about these models can be found elsewhere –Pardoen and Besson [66]). In Fig. 7 the transition from elastic behaviour (a) to plastic void growth (b & c) to void coalescence in terms of the variation of the yield surfaces and current loading conditions are shown. In this figure σ_{eq} and σ_m represent the equivalent von Mises stress and the hydrostatic stress, respectively. In these models the load bearing capacity of the elementary volume decreases as a natural outcome of the void spacing reduction without introducing an *a priori* value to the δ coefficient in the GTN potential. These models are very powerful since, theoretically, they are able to predict the strain to failure as a function of stress triaxiality when the initial microstructural parameters of the material (volume fraction of cavities, shape of the cavity initiation sites, void spacing) are known. The comparison between experimental results and theoretical results inferred from these sophisticated models are still limited (see Benzerga et al. [62-64]), since these models require more information about the detailed microstructure of the materials.

3.5 Ductile-to-brittle transition

Charpy V-notch impact tests are still widely used to study the fracture properties of steels and, in particular to define a ductile-to-brittle transition temperature (DBTT). Instrumented Charpy tests are increasingly used which allow to measure the whole force-displacement curve from which much information can be gained.

The first numerical simulation of the Charpy test was proposed by Norris [67] using plane strain conditions. Effects of material rate sensitivity [68], of temperature dependence [69], of the 3D geometry [70,71] and of specimen size [72] were studied in a series of theoretical papers lacking of comparisons with experiments. Such comparisons were carried out by other authors for pressure vessel steels [73-76].

More recently a finite element simulation of the Charpy test has been developed in order to model the DBTT curve of A508 steel [30, 31]. The simulation included a detailed description of the material viscoplastic behaviour over a wide temperature range. Ductile fracture was modelled using modified Rousselier model, while the Beremin model was used to simulate cleavage fracture. The Charpy test was modelled using a full 3D mesh and accounting for adiabatic heating and contact between the specimen, the striker and the anvil. Fig. 8 shows that it has been possible to correctly model the DBTT curve assuming that the Beremin stress

parameter σ_u (see eqn (9)) was temperature dependent. As indicated previously, this temperature dependence might be related to a change in the nature of the microstructural barriers controlling cleavage with temperature.

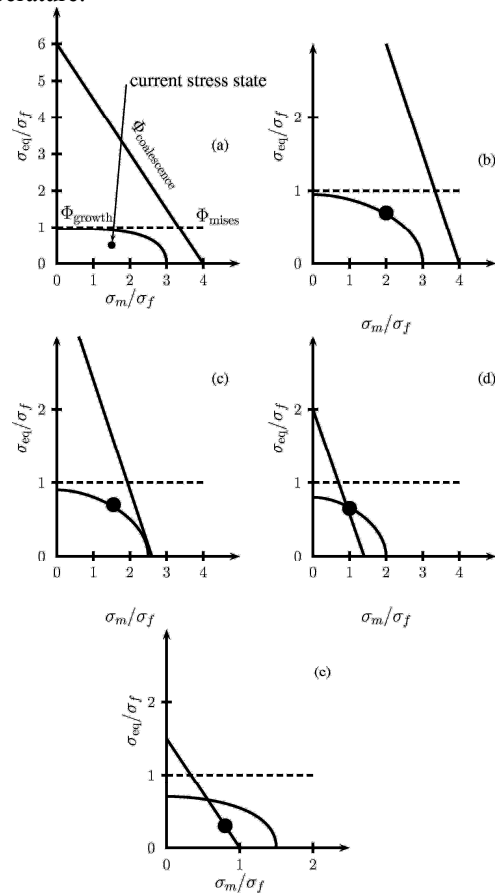


Fig. 7 : Ductile Fracture. Transition from (a) elastic behaviour, to (b) and (c) plasticity/void growth, to (d) and (e) plasticity/void coalescence. Yield surfaces and loading point as a function of increasing deformation. Calculations performed for a constant stress triaxiality equal to 3 (Pardoen and Besson [66]).

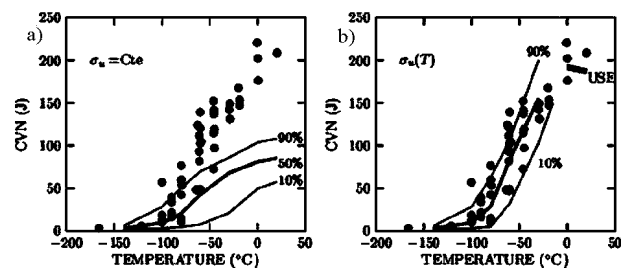


Fig. 8 : A 508 Steel. Charpy V notch energy as a function of temperature. Experimental results and numerical simulations using modified Rousselier model for ductile fracture and Beremin model for cleavage fracture. Three calculated curves corresponding to $P_R = 0.10, 0.50$ and 0.90 are shown. Results obtained with (a) $\sigma_u = cte$, (b) σ_u increasing with temperature (Tanguy et al., [31]).

4. FRACTURE TOUGHNESS

4.1 Introduction. Main characteristics of brittle fracture toughness

The first characteristics of brittle fracture in ferritic steels is the scatter in test results, as illustrated in Fig. 9. The absolute value of this scatter increases with test temperature but not necessarily the relative value, although at low temperature the scatter tends to be lower.

Another important aspect of brittle cleavage fracture is the size effect. For instance, Iwadata et al. [78] have determined the fracture toughness, K_{IC} , of a pressure vessel steel using CT specimens with various thicknesses and in-plane dimensions. These authors showed that the mean value of fracture toughness was a decreasing function of specimen size. These results may reflect the effect of changing constraint conditions but, as shown later, the theory for brittle fracture predicts that the fracture toughness, K_{IC} , varies with specimen thickness, B , with a universal slope, such as $K_{IC}^4 B$ is constant for a given temperature.

A third factor important in brittle fracture of ferritic steels is the so-called "short crack" effect or, more generally, the geometrical dependence of K_{IC} or K_{JC} . This dependence has been thoroughly investigated and modelled (see e.g. Dodds et al., [79], Petti and Dodds, [10]).

A fourth factor associated with cleavage fracture is the effect of metallurgical factors, such as the grain size, the nature of packet boundaries in bainitic steels, the amount and the size of second-phase particles. In particular, as shown later, the fracture toughness of multipass steel welds is largely dependent on the amount of local brittle zones (LBZs) which are found in the coarse grain heat affected zones (CGHAZs) and in the intercritically reheated CGHAZ (ICCGHAZs) (see e.g. 19, 80, 81).

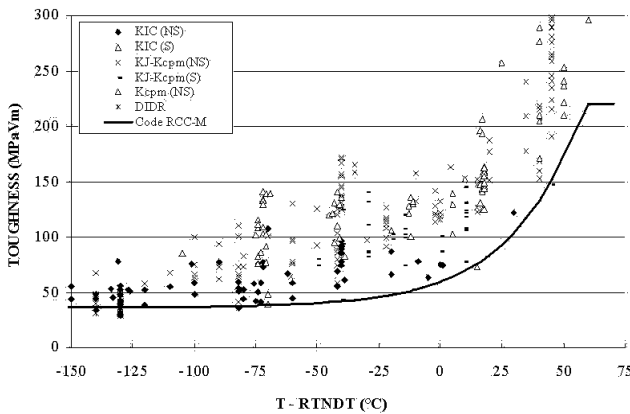


Fig. 9 : A 508 Steel. Scatter in fracture toughness tests (Naudin et al., [77]).

4.2 Beremin model for cleavage fracture toughness and its extensions

4.2.1 Small-scale yielding (SSY) conditions

The stress-strain field ahead of the crack tip under SSY conditions is simply scaled by the ratio $x/(J/\sigma_{YS})$ where x is the distance from the crack front. Under these conditions the application of the Beremin model, (eqn (13)) is straightforward (Pineau, [3, 7, 12], Beremin, [4]). The probability to fracture of a specimen containing a 2D crack expressed in terms of K_{IC} can simply be written as :

$$P_R = 1 - \exp \left[- \frac{K_{IC}^4 B \sigma_{YS}^{m-4} C_m}{V_u \sigma_u^m} \right] \quad (22)$$

where C_m is a numerical factor which is function of the work-hardening exponent, n , of the material ($\sigma = K' \epsilon^n$). It is well to remember that the term $K_{IC}^4 B$ simply arises from the volume of material which is plastically deformed, i.e. the product of the plastic zone size $(K_{IC}/\sigma_o)^2$ and the specimen thickness, B . The same size dependence is expected whatever the statistical law is used provided that the weakest link theory does apply.

Eqn (22) can be extended to a 3D crack of length ℓ for which the stress intensity factor, K , is a function of the curvilinear abscissa, s , along the crack front. It can easily be shown that, for a given probability to fracture, the following expression is satisfied :

$$\int K_I^4(s) ds = K_{IC}^4 \quad (23)$$

Eqns (14) and (22) contain only two independent parameters, as shown previously. However in this simple theory there is a hidden supplementary condition, which is the initiation of plastic deformation as a prerequisite to initiate cleavage. This condition given in eqn (16) does not appear explicitly in eqn (22). However this does not mean as often claimed in the literature that eqn (22) implies that fracture can occur even for infinitely small values of K .

The Beremin model has now been applied to a large amount of steels. Recent results on a bainitic steel heat-treated in order to simulate different welding conditions are shown in Fig. 10 (Lambert-Perlade et al., [19]). In this figure we have included the results obtained in the as-received conditions (ferrite + perlite) and those corresponding to three welding conditions which produced various amounts of LBZs formed by M-A constituents in a bainitic matrix. Fig. 10 shows that the Beremin model is able to describe the evolution of K_{JC} with temperature and the scatter in test results. The values of the parameters, σ_u and m for Beremin

model are given in Table 2. In this figure we have also included the theoretical curves derived from the Master Curve approach which will be briefly described hereafter.

A number of authors (see e.g. Bakker and Koehrs, [25],

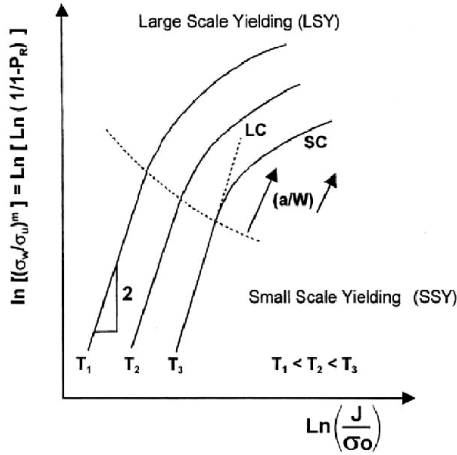


Fig. 11 : Sketch showing the variation of the probability to fracture with loading (J/σ_0) at various temperatures. The transition from SSY to LSY conditions is indicated by a dotted line. The difference between long cracks (LC) and short cracks (SC) related to constraint effect is shown.

In this figure the increase in the fracture toughness of specimens tested at increasing temperatures is schematically shown. A quantitative analysis of these effects associated with the loss of constraint requires the use of finite element method (FEM) calculations. A recent study has thus presented a practical approach to compare directly the two most commonly tested specimens, the single-edge notched bend, SE(B) and the compact tension, C(T) specimens (Petti and Dodds, [10]). Some of the results obtained by these authors and established for specific values of m (8 and 20) and the ratio $1/n$ (10) are shown in Fig. 12.

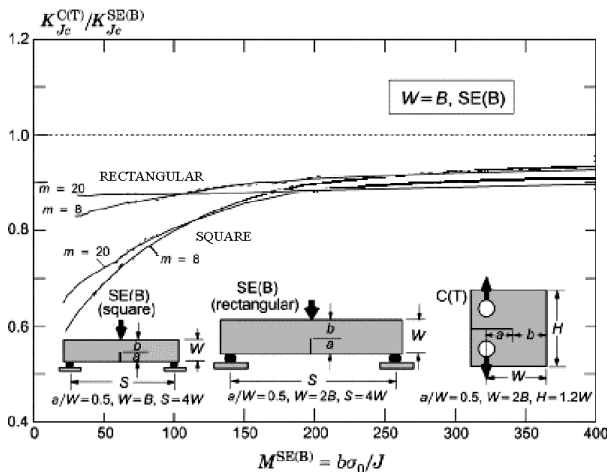


Fig. 12: Comparison of K_{JC} for C(T) specimens to K_{JC} values for square and rectangular SE(B) specimens. Results for material flow properties $\varepsilon = (\sigma_0 / E)(\sigma / \sigma_0)^n$ (Petti and Dodds [10]).

Fig. 12 illustrates the toughness scaling with $K_{JC}^{C(T)} / K_{JC}^{SE(B)}$ plotted vs the non dimensional loading parameter for the square ($W = B$) and the rectangular ($W = 2B$) SE (B) specimen with $M = b\sigma_0 / J$. These results show that the ratio of $K_{JC}^{C(T)} / K_{JC}^{SE(B)}$ remains fairly constant when $M > 200$. On the other hand this ratio decreases to the range 0.60 – 0.65 for the $1/n = 10$ material when $M \approx 30$. Similar types of analysis can therefore provide the basis of calibration procedures when testing materials with different specimen geometries.

As indicated earlier a number of researchers have shown that the initiation of cleavage fracture in a deformed material was made more difficult by strain. This is why in the Beremin model a strain correction was introduced (see eqn (17)). This "correction" or those proposed by others produces an increase in the curvature of the K_{IC} vs temperature curve. This is often necessary to account for the strong increase of fracture toughness in the ductile to brittle transition (DBT) regime.

Master Curve (MC) concept

The ASTM E1921 (83) testing standard employs a weakest link based model to characterize cleavage fracture in ferritic steels over the low-to-mid portion of the DBT curve. This standard relies on the studies made by Wallin (see e.g. [20, 21, 84]). This author proposed to express the fracture toughness scatter as :

$$P_R = 1 - \exp \left[- \frac{B}{B_0} \left(\frac{K_{IC} - K_{I \min}}{K_0 - K_{I \min}} \right)^4 \right] \quad (24)$$

where B_0 is an arbitrary (normalized) thickness, K_0 is a parameter depending on temperature while $K_{I \min}$ is a limiting value below which fracture is impossible ($K_{I \min} \approx 20 \text{ MPa m}^{1/2}$). The scale parameter K_0 corresponds to a 63% cumulative probability level for specimen failure by cleavage. In the MC concept the shape of the median K_{JC} toughness, $K_{JC}(\text{med})$ for 1T specimens is assumed to be described by an universal law :

$$K_{JC}(\text{med}) = 30 + 70 \exp [0.019 (T - T_0)] \quad (25)$$

where K is in $\text{MPa m}^{1/2}$ and T in $^\circ\text{C}$. In this expression, T_0 corresponds to the temperature at which the mean (median) fracture toughness for a 25 mm thick specimen has the value of $100 \text{ MPa m}^{1/2}$. Details about the determination of T_0 can be found in ASTM E 1921 standards. The MC concept which relies also on the weakest link-based scaling model requires theoretically that strict plane-strain SSY conditions exist along the entire crack front at fracture. The validity of this assumption has been discussed recently by Petti and

Dodds, [10]. As most often written, eqn 25 gives the fracture probability for 1T size specimens. When the test specimen has other than 1T thickness, the as tested xT size toughness scales to 1T thick specimen as follows :

$$K_{JC}^{1T} = K_{I \min} + (K_{JC}^{xT} - K_{I \min}) (B_{xT} / B_{1T})^{1/4} \quad (26)$$

The comparison between the theoretical expressions derived from Beremin model, eqn (22) and the MC concept [eqn (24)] shows that the fracture toughness dependences with specimen thickness are similar. Moreover when $K_{I \min}$ can be neglected in eqn (25), i.e. when the temperature is in the mid range of the DBT curve, the implicit threshold implied in the application of the Beremin model is also much lower than the fracture toughness. Eqns (22) and (25) can then be directly compared. Both models predict the same toughness temperature dependence provided that the ratio of $K_o(T) / \sigma_o(T)^{1-m/4}$ is constant. This ratio was calculated in the steel containing M.A. constituents described earlier (Lambert-Perlade, [19]). It was found that for K_I and K_o values much higher than $K_{I \min}$ (i.e. $T > -150^\circ\text{C}$ for the as-received metal and $T > -100^\circ\text{C}$ for the simulated HAZ microstructures) this ratio varies by less than 20%. This means that in this particular case both the Beremin model and the MC approach lead to similar results, as shown in Fig. 10. The values of parameter T_o used in eqn (25) are given in Table II with those of σ_u and m of the Beremin model. In Fig. 9 it is difficult to conclude that a model is better than another one. The MC approach leads to less-satisfactory agreement with the base metal due to the $K_{I \min}$ threshold of $20 \text{ MPa m}^{1/2}$. On the other hand a close examination to the theoretical curves shows that the MC curves have a higher slope than those inferred from the Beremin model. This might be partly due to the fact that the 3PB fracture toughness specimens have been calculated using 2D FEM modelling and assuming strict plane strain conditions.

4.4 Multiple Barrier (MB) model

This model has been applied to the steel in which various HAZs were simulated. According to MB model (see § 2.1.2) cleavage fracture occurs by following three steps successively, as shown in Fig. 4. Using the weakest link-based theory the fracture probability, P_R is then given by the combined conditional probabilities of the three steps involved during fracture. A number of authors have shown that the critical local stress necessary to cross the grain boundaries is lowest at low temperature but increases with temperatures and eventually becomes larger than the stress necessary to propagate a crack nucleated from a particle (see e.g., [85]). The effect of temperature on fracture toughness can thus be described by considering four temperature ranges.

- (i) At very low temperatures the critical step is the nucleation of a microcrack from M-A particles.
- (ii) At somewhat higher temperatures microcracks initiate at particles and stop at the particle/matrix interface. The critical step is then the propagation of these particle sized microcracks.
- (iii) At higher temperatures microcracks are stopped at grain boundaries and the critical step is the propagation of these arrested grain sized microcracks.
- (iv) At still higher temperatures ductile fracture eventually nucleated from particles occurs before cleavage fracture. This temperature range was not modelled.

The input parameters of the MB model are therefore:

- (i) The fracture probability $p(c)$ of a M-A particle of size (C). It was simply assumed that this initiation process occurred for a single valued of the critical stress [see eqn (2)]. It was assumed that $\sigma_d = 2112 \text{ MPa}$ (see Table I).
- (ii) The parameters $f_c(C)$ and $f_g(D)$ giving the distribution functions of particles and bainitic packets. These functions were experimentally determined. It was shown that they could be approximated by log-normal functions.
- (iii) The critical size for cracked MA particles and cracked bainitic packets given by eqn (3). For the sake of simplicity, it was assumed that $K_I^{c/f}$ and $K_I^{f/f}$ were independent of temperature as indicated previously. Otherwise stated, in this MB model, the temperature dependence of fracture toughness arises mainly from the variation of yield strength with temperature, as in the Beremin model.

The probability to failure can then simply be expressed using these input parameters, as shown elsewhere (Lambert-Perlade et al., [19]). The numerical values of the input parameters have already been given in Table 1. The results showing the application of the MB model to one specific condition (ICCGHAZ) are reported in Fig. 13. A good quantitative agreement is observed when the comparison between the theory (solid lines) and the experimental values is made. In particular the model is able to account for the dispersion which is not trivial since the calculated scatter derives directly from the experimental size distribution of second phase particles and bainitic packets. In Fig. 13 the lowest value of fracture toughness (open symbols) corresponding to the first detection of microcrack events detected by acoustic emission occurs for stress intensity factors close to $30\text{-}40 \text{ MPa m}^{1/2}$. These values agree with the calculated probability for a cleavage microcrack to propagate across the particle/matrix boundary which is shown by dotted lines. The model predicts not only the evolution of fracture toughness

with temperature but also the critical stress intensity factor for the development of temporarily stable grain-size microcracks. Clearly this is a superiority of this physically based model.

4.5 Applications

The LAF methodology has received an increasing attention over the last past 25 years (For a review, see Pineau [7]). Three main domains have been explored. They are briefly considered below.

Metallurgical improvements of materials

It is becoming clear that in the upper part of the DBT curve, the fracture toughness is related to the propagation of microcracks which are arrested at grain boundaries in ferritic steels or at packet boundaries in bainitic steels.

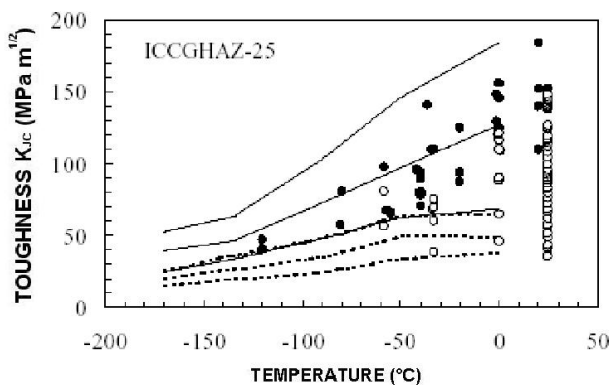


Fig. 13: *Bainitic steel. Prediction of the variation of fracture toughness with temperature obtained from multiple barrier model. Open circles denote microcrack events detected by acoustic emission; solid circles correspond to final fracture. Solid (respectively dotted) lines represent 10, 50 and 10 pct probabilities for the specimen to fracture (respectively, for a cleavage microcrack to propagate across a particle/matrix boundary) as given by the MB model. Numerical values used in this model are given in Table 1. (Lambert-Perlade et al. [19]).*

Recent studies have shown that in bainitic steels the effective packet boundaries are those with a high angle misorientation (see e.g. Bouyne et al, [17], Gourgues et al., [18], Lambert-Perlade et al., [19]). The improvement of these materials requires the development of these favourable boundaries. This rises a new research field in which the metallurgical variables controlling the formation of these specific boundaries are investigated. Fundamental studies on the crystallography and the microstructure of bainitic transformations must therefore be encouraged, using either chemical and thermomechanical manipulations or other tools like phase transformations under intense magnetic fields which have not yet been explored in much detail (see e.g. [86]).

Mechanical and numerical testing

Research over the past 25 years has yielded a sufficient quantitative understanding of the DBT behaviour to develop engineering approaches that characterize the scatter and temperature dependence of macroscopic fracture toughness measured in terms of J_C or equivalently K_{J_C} . These efforts have led to the development of the ASTM Standard Test Method E 1921 [83]. This method has advanced significantly the procedures for quantitative evaluation of cleavage fracture toughness in through-crack, high-constraint laboratory test specimens, e.g. deep-notch SE(B)s and C(T)s. The transferability of this method to real applications requires additional models that account for large constraint differences and variations in local J values along a crack front. Micromechanical models for brittle cleavage fracture as those presented previously offer the most promising approach at present to understand toughness transferability issues and to develop quantitative frameworks. Calibration of the Weibull stress scale parameter, σ_u , using the MC approach has been presented recently by Petti and Dodds [87]. These authors have used both experimental results and numerical calculations performed on cracked specimens to determine the σ_u parameter in eqn. 22 assuming that the shape factor m was independent of temperature.

Complex thermomechanical loading conditions

One example of complex thermomechanical loading conditions is that of earth quakes. Major factors promoting brittle fracture during earth quakes are prestraining and dynamic loading. It is well known that an increase in loading rate leads to a shift of the DBT curve towards higher temperatures (see e.g. Henry et al. [88]). The effect of loading rate and prestraining on the fracture toughness of a structural steel has been investigated by Minami and Arimochi [89]. These authors showed that the Beremin model was able to account for the significant decrease of the fracture toughness measured in terms of CTOD when prestraining and dynamic loading were applied.

Similarly a number of researchers have used the local approach to cleavage fracture to predict the failure behaviour of heat affected zones (HAZ) in welds (see e.g. Cardinal et al., [90], Matos and Dodds [91], Lambert-Perlade et al., [19]).

Many studies have been devoted to the so-called mismatch effect on fracture toughness of welded joints (see e.g. Kim and Schwalbe [92, 93]). This effect is related to the difference in strength between the base material and the weld metal. This effect has been investigated by many authors (see e.g. Ohata et al, [94]). These authors showed also that the Beremin model was able to account for their experimental results.

The Beremin model has also been applied to warm prestressing (WPS) effect (Beremin [95], Roos et al., [96], Hadidi-moud et al., [97]). A specimen or a component prestressed in the upper-shelf domain of the DBT curve exhibits an apparent increase in fracture toughness when subsequently tested at lower temperature. The application of this model to load-unload-cool-fracture (LUCF) condition is extremely sensitive to the constitutive equations which are used to calculate the residual stresses after the load-unload part of the cycle (see e.g. Lefevre et al., [98]). This might explain why the Beremin model was shown to underestimate the fracture toughness results obtained with LUCF loading cycle (Stöckl et al., [41]).

Component testing

The LAF methodology has also been applied to assess the brittle fracture of large structural components. Two examples including : (i) testing of a large mock-up and (ii) thermal shock on large cylinders are given elsewhere (Pineau [7]).

5. CONCLUSIONS

This review paper has attempted to show that the local approach to fracture has largely contributed to a better understanding of the fracture behaviour of metallic materials. Micromechanical models for brittle cleavage fracture, such as the Beremin model and its extensions, offer the most promising approach at present to tackle with toughness transferability issues.

Many research areas remain to be explored, related to both fracture micromechanisms and fracture toughness modelling. For most practical applications, due to the complexity of the problem, it is necessary to simplify the analysis and in particular, to develop and test simple criteria. The development of standards should largely contribute to the application of the local approach to fracture.

The local approach methodology could also be applied to other engineering materials, such as metal matrix composites and concrete or to other failure modes in steels, such as intergranular fracture due to the segregation of impurities along grain boundaries.

6. ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to acknowledge all the former Ph.D students of this research group. Thanks also to Drs J. Besson, S. Bordet, A.-F. Gourgues and B. Tanguy.

7. REFERENCES

[1] O'Dowd, N.P. and Shih, C.F. Family of Crack-Tip Fields characterized by a Triaxiality Parameter : Part I - Structure of

- Fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39, pp. 989-1015, (1991).
- [2] O'Dowd, N.P. and Shih, C.F. Family of Crack-Tip Fields characterized by a Triaxiality Parameter : Part II - Fracture Applications. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40, pp. 939-963, (1992).
- [3] Pineau, A. Review of fracture micromechanisms and a local approach to predicting crack resistance in low strength steels. In "Advances in Fracture Research, ICF5" Ed. D. François, Pergamon, Oxford, UK, pp. 553-577, (1982).
- [4] Beremin, F.M. A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel. *Metall. Trans. A*, 14, pp. 2277-2287, (1983).
- [5] Pineau, A. and Joly, P. Local versus global approaches to elastic-plastic fracture mechanics : Application to ferritic steels and a cast duplex stainless steel. In "Defect Assessment in Components - Fundamentals and Applications" ESIS/EGF9, Eds. J.G. Blauel and K.-H. Schwalbe. Mechanical Engineering Publications, London, pp. 381-414, (1991).
- [6] Local Approach to Fracture, Ed. J. Besson, Les Presses Ecole des Mines de Paris, (2004).
- [7] Pineau, A. Practical Application of Local Approach Methods. In "Comprehensive Structural Integrity", Eds. R.A. Ainsworth and K.-H. Schwalbe, Elsevier, 7, pp. 177-225, (2003).
- [8] Ruggieri, C. and Dodds, R.H. A transferability model for brittle fracture including constraint and ductile tearing effects : A probabilistic approach. *Int. J. Fract.*, 79, pp. 309-340, (1996).
- [9] Ruggieri, C., Dodds, R.H. and Wallin, K. Constraint effects on reference temperature T_0 for ferritic steels in the transition region. *Eng. Fract. Mech.*, 60, pp. 19-36, (1998).
- [10] Petti, J.P. and Dodds, R.H. Constraint comparisons for common fracture specimens : C(T)s and SE(B)s. *Eng. Fract. Mech.*, 71, pp. 2677-2683, (2004).
- [11] Curry, D.A. and Knott, J.F. Effect of microstructure on cleavage fracture toughness of quenched and tempered steels. *Metal. Sci.*, 13, pp. 341-345, (1979).
- [12] Pineau, A. Global and local approaches of fracture - Transferability of laboratory test results to components. In "Topics in Fracture and Fatigue", Ed. A.S. Argon, Springer, New-York, pp. 197-234, (1992).
- [13] Martin-Meizoso, A., Ocana-Arizcorreta, I., Gil-Sevillano, J. and Fuentes-Pérez, M. Modelling cleavage fracture of bainitic steels. *Acta Metall. Mater.*, 42, pp. 2057-2068, (1994).
- [14] Beremin, F.M. Cavity Formation from Inclusions in Ductile Fracture of A508 Steel. *Metall. Trans. A*, 12A, pp. 723-731, (1981).
- [15] François, D. and Pineau, A. Fracture of metals. Part II : Ductile Fracture. In "Physical Aspects of Fracture", Eds. E. Bouchaud, D. Jeulin, C. Prioul and S. Roux, Kluwer, Dordrecht, pp. 125-146, (2001).
- [16] Margolin, B.Z., Gulenko, A.G. and Shvetsova, V.A. Improved probabilistic model for fracture toughness prediction for nuclear pressure vessel steels. *Int. J. Pressure Vessel and Piping*, 75, pp. 843-855, (1998).
- [17] Bouyne, E., Flower, H.M., Lindley, T.C. and Pineau, A. Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel. *Scripta Mater.*, 39, pp. 295-300, (1998).
- [18] Gourgues, A.F., Flower, H.M. and Lindley, T.C. Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures. *Mater. Sci. Technol.*, 16, pp. 26-40, (2000).
- [19] Lambert-Perlade, A., Gourgues, A.F., Besson, J., Sturel, T. and Pineau, A. Mechanisms and Modeling of Cleavage Fracture in Simulated Heat-Affected Zone Microstructures of a High-Strength Low Alloy Steel. *Metall. and Mater. Trans. A*, 35A, pp. 1039-1053, (2004).
- [20] Wallin, K. Fracture toughness transition curve shape for ferritic structural steels. In "Proceedings of the Joint FEEG/ICF International Conference on Fracture of Engineering Materials and Structures", Eds. S.H. Teoh and K.H. Lee, Elsevier, London, pp. 83-88, (1991a).

- [21] Wallin, K. Statistical modelling of fracture in the ductile-to-brittle transition region. In "Defect Assessment in Components - Fundamentals and Applications. ESIS/EGF9", Eds. J.G. Blauel and K.-H. Schwalbe, Mechanical Engineering Publications, London, pp. 415-445 (1991b).
- [22] Carassou, S., Renevey, S.; Marini, B. and Pineau, A. Modelling of the ductile to brittle transition of a low alloy steel. In "Fracture from Defects, ESIS/ECF12", Eds. M.W. Brown, E.R. de los Rios and K.J. Miller, EMAS, Chameleon Press, London, 2, pp. 691-696, (1998).
- [23] Lee, S., Kim, S. Hwang, B. Lee, B. and Lee, C. Effect of carbide distribution on the fracture toughness in the transition temperature region of an SA 508 steel. *Acta Mater.*, 50, pp. 4755-4762, (2002).
- [24] Tanguy, B., Besson, J. and Pineau, A. Comment on "Effect of carbide distribution on the fracture toughness in the transition temperature region of an SA 508 steel". *Scripta Materialia*, 49, pp. 191-197, (2003).
- [25] Bakker, A. and Koers, R.W.I. Prediction of cleavage fracture events in the brittle-ductile transition region of a ferritic steel. In "Defect Assessment in Components-Fundamentals and Applications, ESIS/EG9", Eds. J.G. Blauel and K.-H. Schwalbe, Mechanical Engineering Publications, London, pp. 613-632, (1991).
- [26] Xia, L. and Cheng, L. Transition from ductile tearing to cleavage fracture. A cell model approach. *Int. J. Fract.*, 87, pp. 289-305, (1997).
- [27] Gao, X., Dodds, R.H., Tregoning, R.L., Joyce, J.A. and Link, R.E. A Weibull stress model to predict cleavage fracture in plates containing surface cracks. *Fatigue and Fracture of Eng. Mater. and Struct.*, 22, pp. 481-493, (1999).
- [28] Gao, X., Ruggieri, C. and Dodds, R.H. Calibration of Weibull stress parameters using fracture toughness data. *Int. J. Fract.*, 92, pp. 175-200, (1998).
- [29] Gao, X. and Dodds, R.H. Constraint effects on the ductile-to-brittle transition temperature of ferritic steels: a Weibull stress model. *Int. J. Fract.*, 102, pp. 43-69, (2000).
- [30] Tanguy, B., Besson, J., Piques, R. and Pineau, A. Ductile-to-brittle transition of an A 508 steel characterized by Charpy impact test: Part I - experimental results. *Eng. Fract. Mechanics*, 72, pp. 49-72, (2005).
- [31] Tanguy, B., Besson, J., Piques, R. and Pineau, A. Ductile-to-brittle transition of an A 508 steel characterized by Charpy impact test. Part II: modeling of the Charpy transition curve. To appear in *Eng. Fract. Mechanics*, 72, (2005).
- [32] Hahn, G.T. The influence of microstructure on brittle fracture toughness. *Metall. Trans. A.*, 15A, pp. 947-959, (1984).
- [33] Rodriguez-Ibabe, J.M. The role of microstructure in toughness behaviour of microalloyed steels. *Mater. Sci. Forum*, 284-286, pp. 51-62, (1998).
- [34] Kaechele, L.E. and Tetelman, A.S. A statistical investigation of microcrack formation. *Acta Met.*, 17, pp. 463-475, (1969).
- [35] Kroon, M. and Faleskog, J. A probabilistic model for cleavage fracture with a length scale-effects of materials parameters and constraint. *Int. J. Fracture*, 118, pp. 99-118, (2002).
- [36] Faleskog, J., Kroon, M. and Oberg, H. A probabilistic model for cleavage fracture with a length scale-parameter estimation and predictions of stationary crack experiments. *Eng. Fract. Mechanics*, 71, pp. 57-79, (2004).
- [37] Bordet, S.R., Karstensen, A.D., Knowles, D.M. and Wiesner, C.S. A new statistical local criterion for cleavage fracture in steel. Part I - Model presentation. To appear in *Eng. Fract. Mechanics*, (2005).
- [38] Bordet, S.R., Karstensen, A.D., Knowles, D.M. and Wiesner, C.S. A new statistical local criterion for cleavage fracture in steel. Part II - Application to an offshore structural steel. To appear in *Eng. Fract. Mechanics*, (2005).
- [39] Bernauer, G., Brocks, W. and Schmitt, W. Modification of the Beremin model for cleavage fracture in the transition region of a ferritic steel. *Eng. Fract. Mechanics*, 64, pp. 305-325, (1999).
- [40] Needleman, A., Tvergaard, V. An analysis of ductile rupture modes at a crack tip. *J. Mech. Phys. Solids*, 35, pp. 151-183, (1987).
- [41] Stöckl, H., Bösch, R., Schmitt, W., Varfolomeyev, I. and Chen, J.H. Quantification of the warm prestressing effect in a shape welded 10 Mn Mo Ni 5-5 material. *Eng. Fract. Mechanics*, 67, pp. 119-137, (2000).
- [42] Garrison, W.M., Moody, N.R. Ductile rupture. *J. Phys. Chem. Solids*, 48, pp. 1035-1074, (1987).
- [43] Mc Clintock, F.M. Plasticity aspects of fracture. In "Fracture", Ed. H. Liebowitz, Academic Press, New-York and London, 3, pp. 47-225, (1971).
- [44] Rousselier, G. Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. *Nucl. Eng. Design*, 105, pp. 97-111, (1987).
- [45] Gurson, A. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth: Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J. Eng. Mat. Technology*, 99, pp. 2-15, (1977).
- [46] Tvergaard, V. and Needleman, A. Analysis of cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metall.*, 32, pp. 157-169, (1984).
- [47] Tvergaard, V. Material failure by void growth to coalescence. *Advances in Applied Mechanics*, 27, pp. 83-151, (1990).
- [48] Zhang, Z.L. and Niemi, E. Analyzing ductile fracture using dual dilatational constitutive equations. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, 17, pp. 695-707, (1994).
- [49] Zhang, Z.L. and Niemi, E. A new failure criterion for the Gurson-Tvergaard dilatational constitutive model. *Int. J. Fract.*, 70, pp. 321-334, (1995).
- [50] Benzerga, A. A. Micromechanics of coalescence in ductile fracture. *J. Mech. Phys. Solids*, 50, pp. 1331-1362, (2002).
- [51] Devillers-Guerville, L., Besson, J. and Pineau, A. Notch fracture toughness of a cast duplex stainless steel: modelling of experimental scatter and size effects. *Nucl. Eng. Design*, 168, pp. 211-225, (1997).
- [52] Decamp, K., Bauvineau, L., Besson, J. and Pineau, A. Size and geometry effect on ductile rupture of notched bars in a C-Mn steel: experiments and modelling. *Int. J. Fracture*, 88, pp. 1-18, (1997).
- [53] Bauvineau, L. Approche locale de la rupture ductile: applications à un acier Carbone-Manganèse. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris, December 1996.
- [54] Berg, A. Proc. Of the motion of cracks in plane viscous deformation. 4th US National Congress of Applied Mechanics, Ed. R.M. Rosenberg, University of California, June 18-21, pp. 885-892, (1962).
- [55] Mc Clintock, F.A. A criterion for ductile fracture by the growth of holes. *J. Appl. Mech.*, 35, pp. 363-371, (1968).
- [56] Rice, J.R. and Tracey, D.M. On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *J. Mech. Phys. Solids*, 17, pp. 201-217, (1969).
- [57] Benzerga, A.A. Rupture ductile des tôles anisotropes. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris, (2000).
- [58] Benzerga, A.A. and Besson, J. Plastic potentials for anisotropic porous solids. *Eur. J. Mech. A/Solids*, 20, pp. 397-434, (2001).
- [59] Gologanu, M., Leblond, J.-B. and Devaux, J. Approximate models for ductile metals containing non-spherical voids - Case of axisymmetric prolate ellipsoidal cavities. *J. Mech. Phys. Solids*, 41, pp. 1723-1754, (1993).
- [60] Gologanu, M., Leblond, J.-B. and Devaux, J. Approximate models for ductile metals containing non-spherical voids - Case of axisymmetric oblate ellipsoidal cavities. *Trans. ASME. J. Eng. Mat. Technology*, 116, pp. 290-294, (1994).
- [61] Pardo, T. and Hutchinson, J.W. An extended model for void growth and coalescence. *J. Mech. Phys. Solids*, 48, pp. 2467-2512, (2000).
- [62] Benzerga, A., Besson, J. and Pineau, A. Coalescence-controlled anisotropic ductile fracture. *J. Eng. Mat. and Technology*, 121, pp. 221-229, (1999).

- [63] Benzerga, A.A., Besson, J. and Pineau, A. Anisotropic ductile fracture : Part I : experiments. *Acta Mater.*, 52, pp. 4623-4638, (2004).
- [64] Benzerga, A.A., Besson, J. and Pineau, A. Anisotropic ductile fracture. Part II : theory. *Acta Mater.*, 52, pp. 4639-4650.
- [65] Thomason, P.F. Three-dimensional models for the plastic limit - loads at incipient failure of the intervoid matrix in ductile porous solids. *Acta Metall.*, 33, pp. 1079-1085, (1985).
- [66] Pardoën, T. and Besson, J. Micromechanics - based constitutive models of ductile fracture. In "Local Approach to Fracture". Les Presses, Ecole des Mines de Paris, Ed. J. Besson, pp. 221-264, (2004).
- [67] Norris, D. Computer simulation of the Charpy V-notch toughness test. *Eng. Fract. Mech.*, 11, pp. 261-274, (1979).
- [68] Tvergaard, V. and Needleman, A. An analysis of the temperature and rate dependence of Charpy V-notch test. *J. Mech. Phys. Solids*, 34, pp. 213-241, (1986).
- [69] Tvergaard, V. and Needleman, A. An analysis of the temperature and rate dependence of Charpy V-notch energies for a high nitrogen steel. *Int. J. Fracture*, 37, pp. 197-215, (1988).
- [70] Mathur, K., Needleman, A. and Tvergaard, V. Dynamic 3D analysis of the Charpy V-notch test. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 1, pp. 467-484, (1993).
- [71] Mathur, K., Needleman, A. and Tvergaard, V. 3D analysis of failure modes in the Charpy impact test. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 2, pp. 617-635, (1994).
- [72] Benzerga, A., Tvergaard, V. and Needleman, A. Size effects in the Charpy V-notch test. *Int. J. Fracture*, 116, pp. 275-296, (2002).
- [73] Böhme, W., Sun, D., Schmitt, W. and Höning, A. Application of micromechanical material models to the evaluation of Charpy tests. In "Advances in fracture/damage models for the analysis of engineering problems". Ed. J. Giovanola, ASME, pp. 203-216, (1992).
- [74] Schmitt, W., Sun, D. and Blauel, J. Recent advances in the application of the Gurson model to the evaluation of ductile fracture toughness. In "Recent advances in Fracture". TMS, pp. 77-87, (1997).
- [75] Rossoll, A., Berdini, C. and Prioul, C. Determination of the fracture toughness of a low alloy steel by the instrumented Charpy impact test. *Int. J. Fracture*, 115, pp. 205-226, (2002).
- [76] Folch, L., Burdekin, F. Application of the coupled brittle ductile model to study correlation between Charpy energy and fracture toughness values. *Engn. Fract. Mechanics*, 63, pp. 57-80, (1999).
- [77] Naudin, C., Pineau, A. and Frund, J.M. Toughness modeling of PWR vessel steel containing segregated zones. In "10th conference on environmental degradation of materials in nuclear power systems-water reactors, Lake Tahoe, Nevada (USA), August 5-9, (2001).
- [78] Iwodate, T., Tanaka, Y., Takemata, H. and Kabutomori, T. Elastic-plastic fracture toughness behavior of heavy section steels for nuclear pressure vessels. *Nucl. Eng. Design*, 87, pp. 89-99, (1985).
- [79] Dodds, R.H., Anderson, T.L. and Kirk, M.T. A framework to correlate a/w ratio effects on elastic-plastic fracture toughness (Jc). *Int. J. Fracture*, 48, pp. 1-22, (1991).
- [80] Kenney, K.L., Reuter, W.G., Reemsnyder, H.S. and Matlock, D.K. Fatigue and Fracture Mechanics, ASTM STP 1321, Eds. J.H. Underwood, B.D. Macdonald and M.R. Mitchell. ASTM, Philadelphia, PA, 28, pp. 427-449, (1997).
- [81] Zhou, Z.L. and Lin, S.H. Influence of local brittle zones on the fracture toughness of high strength low-alloyed multipass weld metals. *Acta Metall. Sinica*, 11, pp. 87-92, (1998).
- [82] Xia, L. and Shih, F.C. Ductile crack growth : III. Transition to cleavage fracture incorporating statistics. *J. Mech. Phys. Solids*, 44, pp. 603-639, (1996).
- [83] ASTM E1921. Test method for the determination of reference temperature T_0 for ferritic steels in the transition range. Philadelphia : American Society for Testing and Materials, (2002).
- [84] Wallin, K., Saario, T. and Torronen, K. Statistical model for carbide induced brittle fracture in steel. *Metal Science*, 18, pp. 13-16, (1984).
- [85] Narström, T. and Isacson, M. Microscopic investigation of cleavage initiation in modified A 508 B pressure vessel steel. *Mater. Sci. Eng.*, A 271, pp. 224-231, (1999).
- [86] Materials Transactions, JIM. Special Issue on Effect of Magnetic Field on Phase Transformations and Essential Physical Properties of Materials, 41, pp. 881-999, (2000).
- [87] Petti, J.P. and Dodds, R.H. Calibration of the Weibull stress scale parameter, σ_u , using the Master Curve. *Eng. Fract. Mechanics*, 72, pp. 91-120, (2005).
- [88] Henry, M., Marandet, B., Mudry, F. and Pineau, A. Effets de la température et de la vitesse de chargement sur la ténacité à rupture d'un acier faiblement allié - Interprétation par des critères locaux. *Journal de Mécanique Théorique et Appliquée*, 4, pp. 741-768, (1985).
- [89] Minami, F. and Arimochi, K. Evaluation of prestraining and dynamic loading effects on the fracture toughness of structural steels by the local approach. *J. Pres. Ves. Technology*, 123, pp. 362-372, (2001).
- [90] Cardinal, J., Wiesner, C.S., Goldthorpe, M.C. and Bannister, A.C. Application of the local approach to cleavage fracture to failure prediction of heat affected zones. *Euromech-Mecamat. J. Phys. IV*, 6, pp. C6-C6-194, (1996).
- [91] Matos, C.G. and Dodds, R.H. Modelling the effects of residual stresses on cleavage fracture in welded steel frames. In "ICF 10 Conference", Hawai, (2001).
- [92] Kim, Y.J. and Schwalbe, K.-H. Mismatch effect on plastic yield loads in idealised weldments : I. Weld center cracks. *Eng. Fract. Mechanics*, 68, pp. 163-182, (2001).
- [93] Kim, Y.J. and Schwalbe, K.-H. Mismatch effect on plastic yield loads in idealised weldments : II. Heat affected zone cracks. *Eng. Fract. Mechanics*, 68, pp. 183-199, (2001).
- [94] Ohata, M., Minami, F. and Toyoda, M. Local approach to strength mis-match effect on cleavage fracture of notched material. *Euromech-Mecamat. J. Phys. IV*, 6, pp. C6-C6-278, (1996).
- [95] Beremin, F.M. Numerical modeling of warm prestress effect using a damage function for cleavage fracture. In "ICF5, Advances in Fracture Research", Ed. D. François, Pergamon, II, pp. 825-832, (1991).
- [96] Roos, E., Alsmann, U., Elsässer, K., Eisele, W. and Seidenfuss, M. Experiments on warm prestress effect and their numerical simulation based on local approach. In "Fracture from Defects". ECF 12, Eds. M.W. Brown, E.R. de los Rios and K.J. Miller, II, pp. 939-944, (1998).
- [97] Hadidi-moud, S., Mirzaee-Sisan, A., Truman, C.E. and Smith, D.J. A local approach to cleavage fracture in ferritic steels following warm pre-stressing. *Fat. Fract. Eng. Mater. Structures*, 27, pp. 931-942, (2004).
- [98] Lefèvre, W., Barbier, G., Masson, R. and Rousselier, G. A modified Beremin model to simulate the warm pre-stress effect. *Nucl. Eng. Design*, 216, pp. 27-42, (2002).

FITNET FFS PROCEDURE: UN PROCEDIMIENTO EUROPEO UNIFICADO DE EVALUACIÓN DE LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL

F. Gutiérrez-Solana, S. Cicero

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales, ETS. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Cantabria. Av/Los Castros s/n, 39005 Santander.
E-mail: gsolana@unican.es

RESUMEN

El recientemente finalizado *European Fitness for Service Network* ha desarrollado un procedimiento europeo unificado de evaluación de la integridad estructural denominado *FITNET Fitness for Service Procedure* que comprende el análisis de componentes y estructuras frente a los cuatro principales modos de fallo: fractura-colapso plástico, fatiga, fluencia y corrosión. Este procedimiento ha sido remitido al Comité Europeo de Normalización (CEN) para su adopción futura como norma europea de integridad estructural.

En este trabajo se recogen los orígenes y la razón de ser del procedimiento, el contenido del mismo, su estructura en los capítulos específicos de cada modo de fallo, la información recogida en los diferentes anexos y todas aquellas novedades que aporta como procedimiento de evaluación. El objetivo es mostrar una visión clara, global y completa del documento que permita apreciar todo su potencial de evaluación y sus diferentes aplicaciones a la ingeniería.

ABSTRACT

The recently finished *European Fitness for Service Network* has developed a unified European procedure for the structural integrity assessment called *FITNET Fitness for Service Procedure*, which covers the analysis of components and structures under the four main failure mechanisms: fracture-plastic collapse, fatigue, creep and corrosion. This procedure has been submitted to the European Committee for Standardization (CEN) for its adoption as a European Standard for structural integrity.

This paper gathers the origins and the reason for being of the FITNET FFS Procedure, its content, its structure on the specific chapters dedicated to the different failure mechanisms, the information gathered on the annexes and all those novelties that offers as an assessment procedure. The objective is to show a clear, global and complete view of the document that allows appreciating all its potential as an assessment tool and its different applications to engineering.

PALABRAS CLAVE: FITNET, Integridad estructural.

1. INTRODUCCIÓN

En los comienzos del nuevo milenio la situación europea con respecto a la integridad estructural era confusa y desordenada. Existían numerosos procedimientos de evaluación de carácter marcadamente nacional como la BS7910 británica [1] o el RCC-MR francés [2] y otros cuya aplicación quedaba restringida a una industria concreta, como el R5 [3] y el R6 [4] de *British Energy* y el SAQ sueco [5] en el sector nuclear. Además, cada uno de estos procedimientos se centra generalmente en un tipo de fallo específico (R5 en la fluencia, BS7910, R6 y SAQ en la fractura...), sin que hubiese un procedimiento que permitiese evaluar un componente frente a los distintos mecanismos de fallo. El Procedimiento SINTAP [6], desarrollado entre 1996 y 1999 ordenó la situación en el terreno de la fractura, unificando criterios y resolviendo la tradicional dicotomía entre el uso de Diagramas de Fallo (FAD) y Diagramas de Fuerza Motriz de Agrietamiento (CDFD), demostrando la completa equivalencia entre las dos vías.

Por otra parte, otras potencias industriales como Estados Unidos y Japón disponían de procedimientos propios que cubrían el análisis de los distintos modos de fallo y ofrecían un panorama más sencillo y definido. Así, procedimientos americanos como el API 579 [7] en el sector petrolífero y el ASME XI [8] en la industria nuclear o el procedimiento JSME japonés [9] estaban plenamente definidos y su uso estaba ampliamente extendido en la industria.

Este panorama, caracterizado por la falta de uniformidad, la excesiva variedad, la falta de visión global y el retraso existente con respecto a otros países, hacía absolutamente necesario el desarrollo de un procedimiento europeo unificado que cubriese los principales modos de fallo y que ofreciese a la industria europea una herramienta con la que diseñar, fabricar y gestionar los componentes e instalaciones industriales de una forma más segura y eficiente.

Con este propósito se ha desarrollado, al amparo del V Programa Marco, desde febrero de 2002 hasta mayo de

2006 el *European Fitness for Service Network* [10], cuyo producto final es el *FITNET FFS Procedure* [11], un documento que recoge un procedimiento de evaluación de la integridad estructural frente a los cuatro principales modos de fallo: fractura-colapso plástico, fatiga, fluencia o creep y corrosión. La organización matricial del proyecto se muestra en la Figura 1, en la que se pueden apreciar las organizaciones implicadas y los líderes de cada uno de los *Working Groups* (WGs

liderados por grandes empresas industriales y asociados a cada uno de los tipos de fallo analizados) y *Work Packages* (WPs liderados por centros de investigación y universidades y asociados a tareas de apoyo específicas). El documento finalmente obtenido ha sido enviado al Comité Europeo de Normalización (CEN) con el objetivo de comenzar el camino que le convierta en la futura norma europea de evaluación de la integridad estructural de componentes y estructuras.

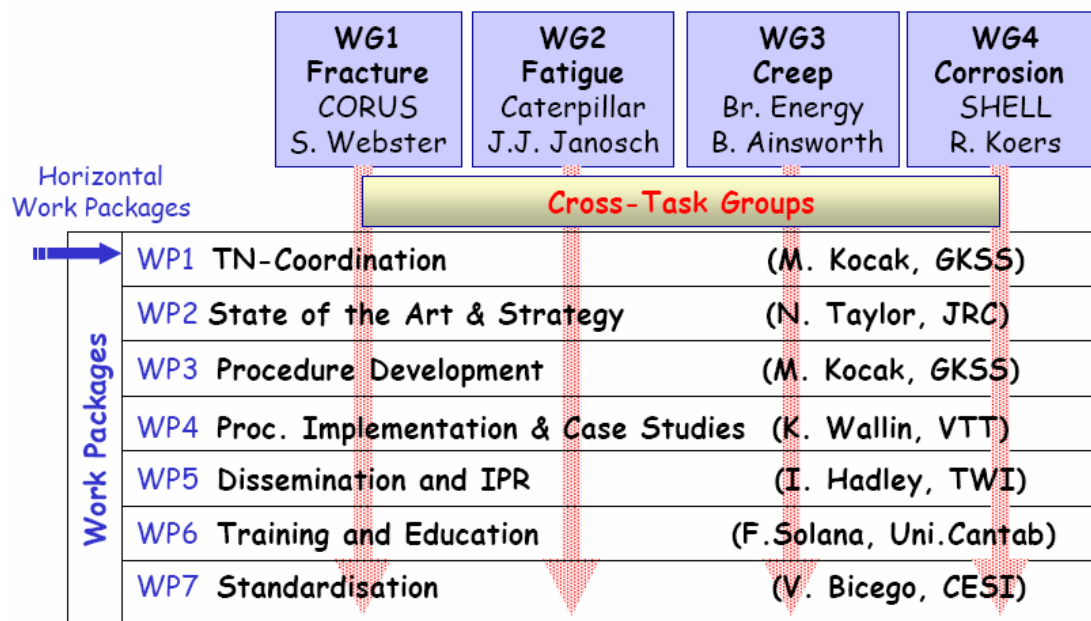


Figura 1. Estructura de trabajo del European Fitness for Service Network.

2. EL PROCEDIMIENTO FITNET FFS

El procedimiento está organizado en tres volúmenes:

- *Volume I: FITNET FFS Procedure.* Recoge el propio procedimiento de evaluación, con capítulos dedicados a cada tipo de fallo denominados módulos y con otros en los que se recogen metodologías y técnicas de evaluación específicas que recogen los últimos avances científicos y tecnológicos en el campo de la integridad estructural (análisis de confinamiento, *Leak Before Break*, *Master Curve*, *Crack Arrest*, Modo Mixto, tratamiento de entallas...)
- *Volume II: CASE STUDIES AND TUTORIALS.* En este documento se recogen numerosos casos de aplicación del procedimiento a problemas industriales y un total de doce ejemplos en los que se aplica, paso a paso, el FITNET FFS a distintos problemas de fractura, fatiga, fluencia, corrosión y combinaciones de los mismos.

- *Volume III: ANNEX.* Este tomo, que sirve de apoyo a la aplicación del procedimiento, lo componen un total de once anexos que recogen soluciones de expresiones de factores de intensidad de tensiones y cargas de colapso plástico para un amplio número de geometrías, perfiles de tensiones residuales, caracterización geométrica de defectos, valores de parámetros de confinamiento...

A su vez, se ha desarrollado un *Training Package* [12] en el que se recogen desde los conceptos teóricos básicos de la mecánica de la fractura hasta la aplicación de los distintos módulos del Procedimiento.

3. LOS MÓDULOS DEL PROCEDIMIENTO

La parte fundamental del Procedimiento lo constituyen los capítulos 6 a 9 que se corresponden, respectivamente, con los Módulos de Fractura, Fatiga, Fluencia (*Creep*) y Corrosión. A continuación se presentan las características principales de cada uno de ellos.

3.1. Módulo de Fractura

El Módulo de Fractura del procedimiento FITNET (Capítulo 6) se basa en el procedimiento SINTAP y recoge los avances producidos en el campo de la integridad estructural desde la publicación de éste [13]. Se basa en los principios de la Mecánica de la Fractura y es aplicable a la evaluación de estructuras metálicas (soldadas o no soldadas) que contienen fisuras reales o postuladas [11]. Está diseñado para su aplicación durante el diseño, la fabricación, la evaluación en servicio de componentes y el diagnóstico de fallos producidos.

El análisis a fractura está gobernado por los tres parámetros:

- Resistencia a fractura del material
- Geometría del componente y del defecto
- Las cargas aplicadas

que propician la evaluación de la integridad del componente en base a la metodología recogida en el flujograma de trabajo que se reproduce en la Figura 2.

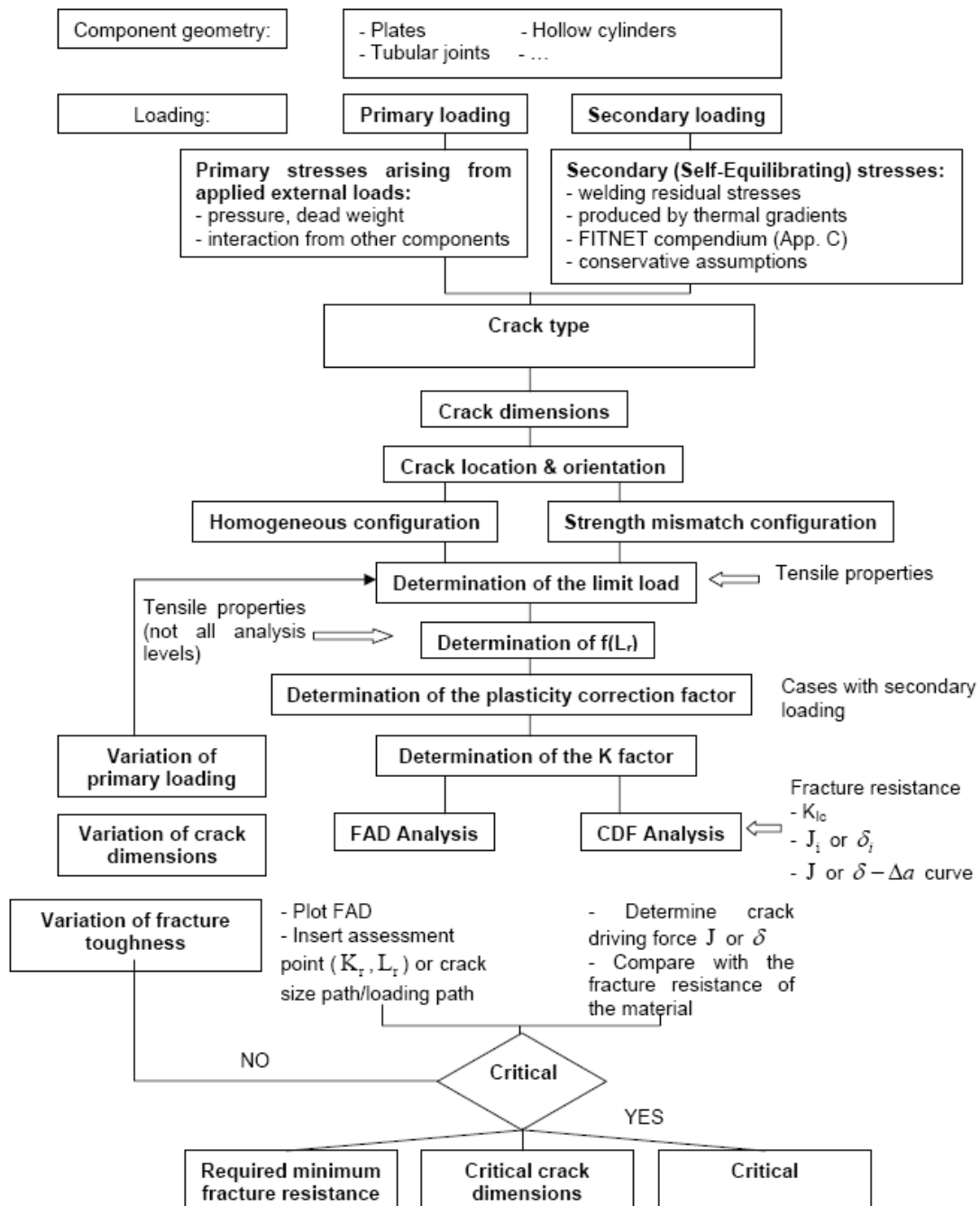


Figura 2. Flujo de trabajo del Módulo de Fractura [11].

El Procedimiento plantea la posibilidad de realizar el análisis por la metodología FAD (*Failure Assessment Diagram*) y por la metodología CDFD (*Crack Driving Force Diagram*), obteniéndose resultados idénticos por ambas vías tal y como quedó demostrado en el SINTAP [14,15]. A su vez, también ofrece la posibilidad de realizar un análisis de iniciación o bien un análisis de desgarro.

El FITNET, al igual que el SINTAP, es un procedimiento jerárquico en el que se puede ir refinando el análisis a medida que aumenta la información sobre las propiedades mecánicas del material [6,16,17] siguiendo las directrices recogidas en la Figura 3 [6,11]. Así, distingue seis opciones (*Options*) asociadas a otras tantas situaciones de conocimiento del material, tal y como se muestra en la Figura 4.

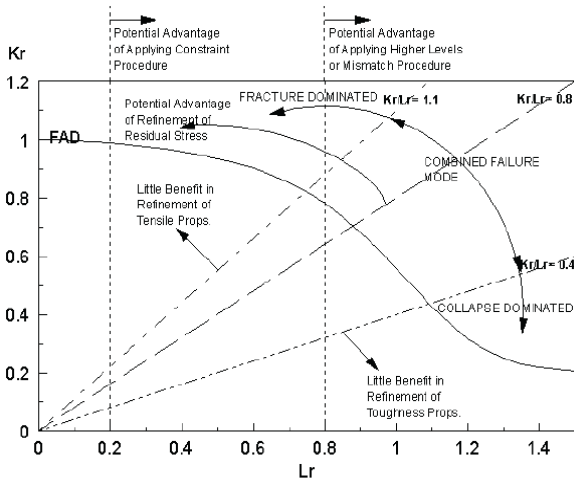


Figura 3. Regiones del FAD para la consideración del refinamiento de los parámetros resistentes del material [6,11].

Los análisis correspondientes a las Opciones 0 a 3 llevan asociados cierto grado de conservadurismo. Parte del mismo es debido a la subestimación de la resistencia a fractura del material ocasionada por el uso de valores de tenacidad a fractura obtenidos de probetas con fisuras profundas y sometidas a cargas flectoras. Estas condiciones garantizan un grado de triaxialidad tensional (confinamiento) muy elevado en el fondo de fisura. En la situación analizada la fisura puede no ser profunda y/o las cargas aplicadas pueden ser predominantemente de tracción, dando lugar a una reducción del confinamiento y al desarrollo de una mayor resistencia del componente frente a la fractura. La Opción 5 del FITNET FFS permite tener en cuenta este fenómeno.

OPTION	DATA NEEDED	WHEN TO USE
BASIC OPTION		
OPTION 0 Basic	Yield or proof strength	When no other tensile data available
STANDARD OPTIONS		
OPTION 1 Standard	Yield or Proof Strength, Ultimate Tensile Strength	For quickest result. Mismatch in properties less than 10%
OPTION 2 Mismatch	Yield or Proof Strength, Ultimate Tensile Strength of both parent and weld metal. Mismatch limit loads	Allows for mismatch in yield strengths of weld and base material. Use when mismatch is greater than 10% of yield or proof strength (optional).
OPTION 3 SS (Stress-strain defined)	Full Stress-Strain Curves for both parent and weld metal.	More accurate and less conservative than options 1 and 2. Weld mismatch option included.
ADVANCED OPTIONS		
OPTION 4 J-Integral Analysis	Needs numerical analysis of cracked body	
OPTION 5 Constraint	Estimates of fracture toughness for crack tip constraint conditions relevant to those of cracked structure. Needs numerical cracked body analysis	Allows for loss of constraint in thin sections or predominantly tensile loadings

Figura 4. Selección de la opción de análisis a partir de los datos de tracción disponibles [11].

En concreto plantea el uso de la Mecánica de la Fractura Biparamétrica, en la cual se introduce un segundo parámetro que introduce el efecto del confinamiento en el análisis. Este segundo parámetro es la tensión T en situaciones elástico-lineales y el parámetro Q en situaciones elastoplásticas [18]. El efecto del confinamiento se puede representar de dos maneras diferentes, dando lugar a los Procedimientos I (modificación del FAD manteniendo invariable la resistencia a fractura) y II (modificación de la resistencia a fractura manteniendo invariable el FAD), tal y como recogen procedimientos como el SINTAP y el R6. La formulación asociada al Procedimiento I (expresión de la Línea de Fallo) es:

$$K_r = f(L_r) \cdot (1 + \alpha(-\beta L_r)^k) \quad L_r \leq L_{rmax} \quad (1)$$

Y la asociada al Procedimiento II (valor de la resistencia a fractura K_{mat}^c) es:

$$K_{mat}^c = K_{mat} \quad ; \beta L_r > 0 \quad (2)$$

$$K_{mat}^c = K_{mat} (1 + \alpha(-\beta L_r)^k) \quad ; \beta L_r < 0$$

en donde α y m son parámetros del material y β es una medida del confinamiento estructural cuyas expresiones, en función de T y Q son:

$$\beta = \frac{T^p}{L_r \sigma_y} + \frac{T^s}{L_r \sigma_y} \quad (3)$$

$$\beta = \frac{Q}{L_r} \quad (4)$$

En ellas, σ_y es el límite elástico del material, L_r es la relación entre la carga aplicada y la carga de colapso plástico y T^p y T^s son, respectivamente, el valor de la tensión T asociado a las tensiones primarias y secundarias.

Una vez que se ha modificado la Línea de Fallo o la resistencia a fractura, la metodología de evaluación continúa como en análisis ordinarios.

A este respecto, la mayor aportación del FITNET FFS al análisis del confinamiento consiste en la simplificación del mismo gracias a que facilita la obtención de los parámetros α , k y β , lo cual venía siendo la principal dificultad para la aplicación de este tipo de evaluación. Así, en el Anexo K del Volumen III proporciona soluciones de β para algunas de las geometrías más usuales y valores de α y k para un amplio rango de materiales a partir del parámetro m de Beremin del material, del coeficiente de endurecimiento del mismo y de la relación entre el módulo de Young (E) y el límite elástico (σ_y) [19].

En el Capítulo 12 del FITNET FFS, en el que se muestra información adicional para el análisis, se recoge un procedimiento [20] que plantea un modelo global de evaluación de la pérdida de confinamiento en el plano de aplicación de la carga, que sumaría al efecto anteriormente comentado del tipo de carga y la profundidad del defecto la pérdida de confinamiento ocasionada por el efecto de entalla. En concreto se propone combinar la corrección de entalla propuesta en modelos obtenidos a partir del *Critical Average Stress Model* (CASM) [21] o de la Mecánica de la Fractura Finita (MFF) [22] con la corrección por confinamiento proporcionada por la Mecánica de la Fractura Biparamétrica que queda recogida en el Módulo de Fractura del FITNET FFS. En este caso vuelven a ser aplicables tanto el Procedimiento I (modificación del FAD) como el Procedimiento II (modificación de la tenacidad a fractura) resultando, respectivamente, las siguientes formulaciones en caso de utilizar la corrección de entalla CASM [20,23-25]:

$$K_r^{line} = f(L_r) \left(1 + \alpha (-\beta L_r)^k \right) \sqrt{1 + \frac{\rho}{2X_{ef}}} \quad L_r \leq L_{rmax} \quad (5)$$

$$K_{mat}^c = K_{mat} \quad ; \beta L_r > 0 \quad (6)$$

$$K_{mat}^c = K_{mat} \left(1 + \alpha (-\beta L_r)^k \right) \sqrt{1 + \frac{\rho}{2X_{ef}}} \quad ; \beta L_r < 0$$

Esta metodología se basa en la independencia [20,23-25] entre las pérdidas de confinamiento producidas por la existencia de defectos poco profundos y cargas con predominio de la tracción (tenidas en cuenta por la Mecánica de la Fractura Biparamétrica) y las producidas por el efecto entalla (recogidas por las correcciones de entalla).

El efecto de estas correcciones es una extensión de la zona de validez en el FAD en caso de utilizar el Procedimiento I (Figura 5) y un desplazamiento en vertical del punto de evaluación del componente en el caso de utilizar el Procedimiento II (Figura 6). Así, componentes que en un principio son evaluados como inseguros pasan a ser considerados seguros al tener en cuenta las diversas fuentes de pérdida de confinamiento. La inclusión del efecto entalla en el análisis no modifica la absoluta equivalencia entre los Procedimientos I y II.

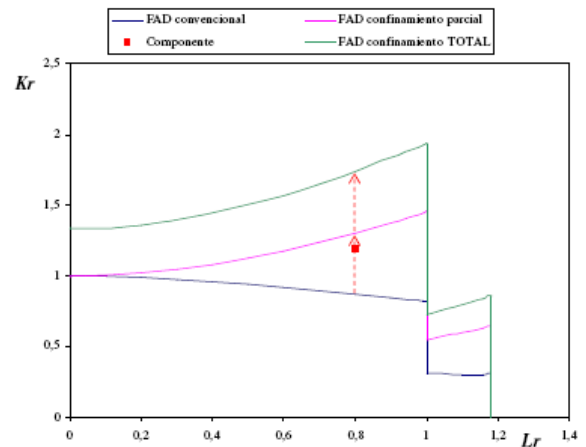


Figura 5. Procedimiento I para la evaluación global de la pérdida de confinamiento y cambio producido en la evaluación del componente (pasa de inseguro a seguro) [20].

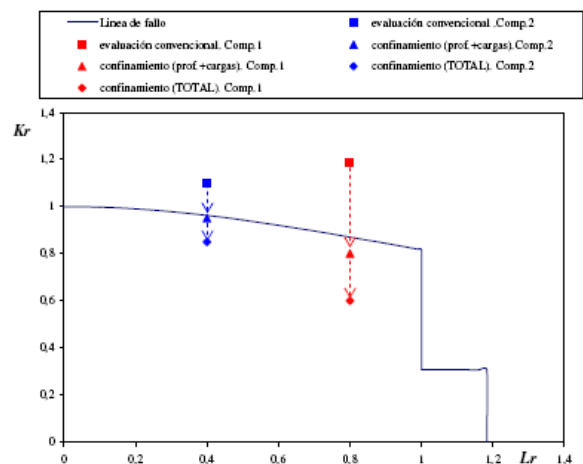


Figura 6. Procedimiento II para la evaluación global de la pérdida de confinamiento y cambio producido en la evaluación de los componentes (pasan de inseguros a seguros) [20].

Este modelo ha sido aplicado en [20] al análisis de paneles procedentes de alas de perfiles laminados en los cuales se introdujo un defecto central con distintas condiciones de confinamiento (fisura, entalla con radio en el fondo $\rho=1.2$ mm y entalla con $\rho=2.0$ mm). Dichos paneles fueron sometidos a cargas de tracción en distintas condiciones de comportamiento del material (desde frágil hasta dúctil). Los resultados obtenidos muestran la obtención de una significativa reducción

del conservadurismo obtenido y una mayor aproximación a la realidad física del problema. La Figura 7 muestra el análisis de tres de las probetas analizadas con las distintas correcciones por confinamiento practicadas, que surgen por combinación de las correcciones biparamétricas (paramétrica y Master Curve) con las correcciones de entalla (CASM y MFF).

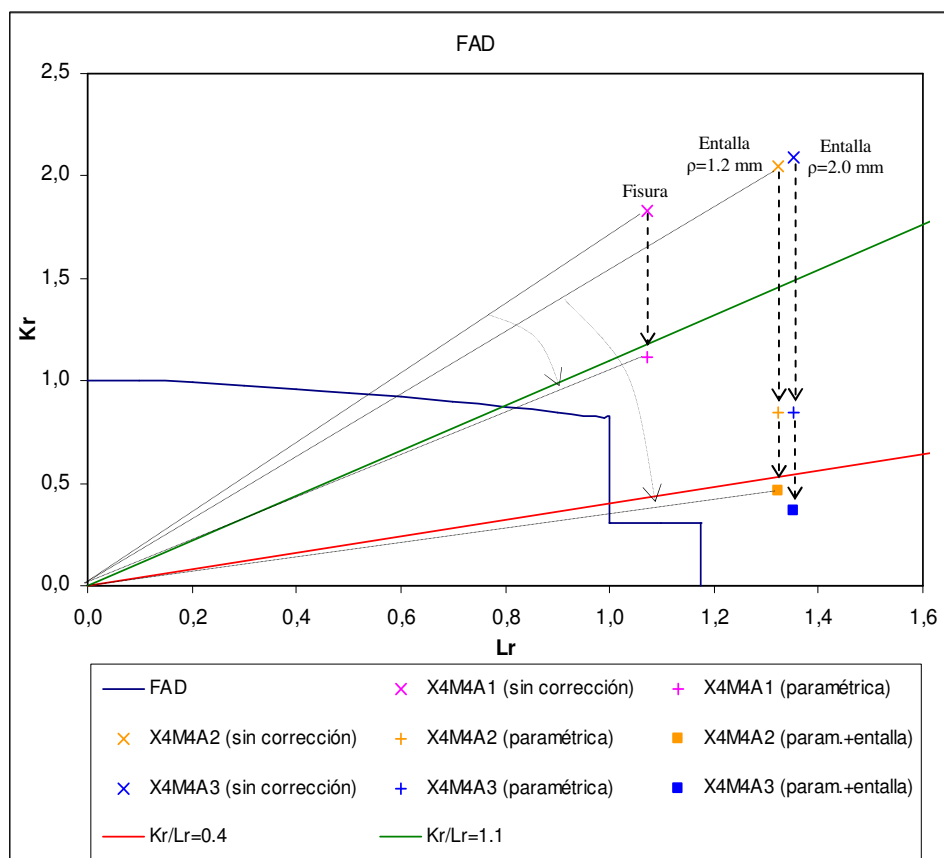


Figura 7. Análisis del efecto del confinamiento (Procedimiento II) de una probeta fisurada (X4M4A1), una entallada con $\rho=1.2$ mm (X4M4A2) y otra entallada con $\rho=2.0$ mm (X4M4A3) [20].

Se observa como sucesivas correcciones por confinamiento provocan desplazamientos en vertical del punto de evaluación. Las líneas rectas asociadas a $K_r/L_r = 0.4$ y $K_r/L_r=1.1$ limitan distintas zonas de comportamiento en rotura [6,11]. Así, para $K_r/L_r > 1.1$ la rotura se produce fundamentalmente por fractura frágil y para $K_r/L_r < 0.4$ el mecanismo dominante es el colapso plástico. Para valores entre 0.4 y 1.1 se produce una combinación de ambos mecanismos. Al aplicar las correcciones no solo se produce una reducción del coeficiente de seguridad (relación entre el segmento que va del origen al punto de evaluación y el segmento que va del origen al punto de corte del anterior con la línea de fallo), sino que también se produce una variación del mecanismo de rotura previsto, pasando de roturas frágiles a roturas con presencia de mecanismos

dúctiles o totalmente dúctiles, lo cual está de acuerdo con las observaciones experimentales [20]. Por lo tanto no sólo se reduce el conservadurismo del análisis sino que se llega a predecir el mecanismo de rotura real.

3.2. Módulo de Fatiga.

La principal novedad del Módulo de Fatiga (Capítulo 7, *Volume I*) del Procedimiento FITNET FFS es que proporciona una guía clara y definida para desarrollar los distintos tipos de análisis a fatiga existentes en función del diferente conocimiento del estado de defectos existente. La Figura 8 muestra las 5 rutas resultantes con sus distintas etapas básicas.

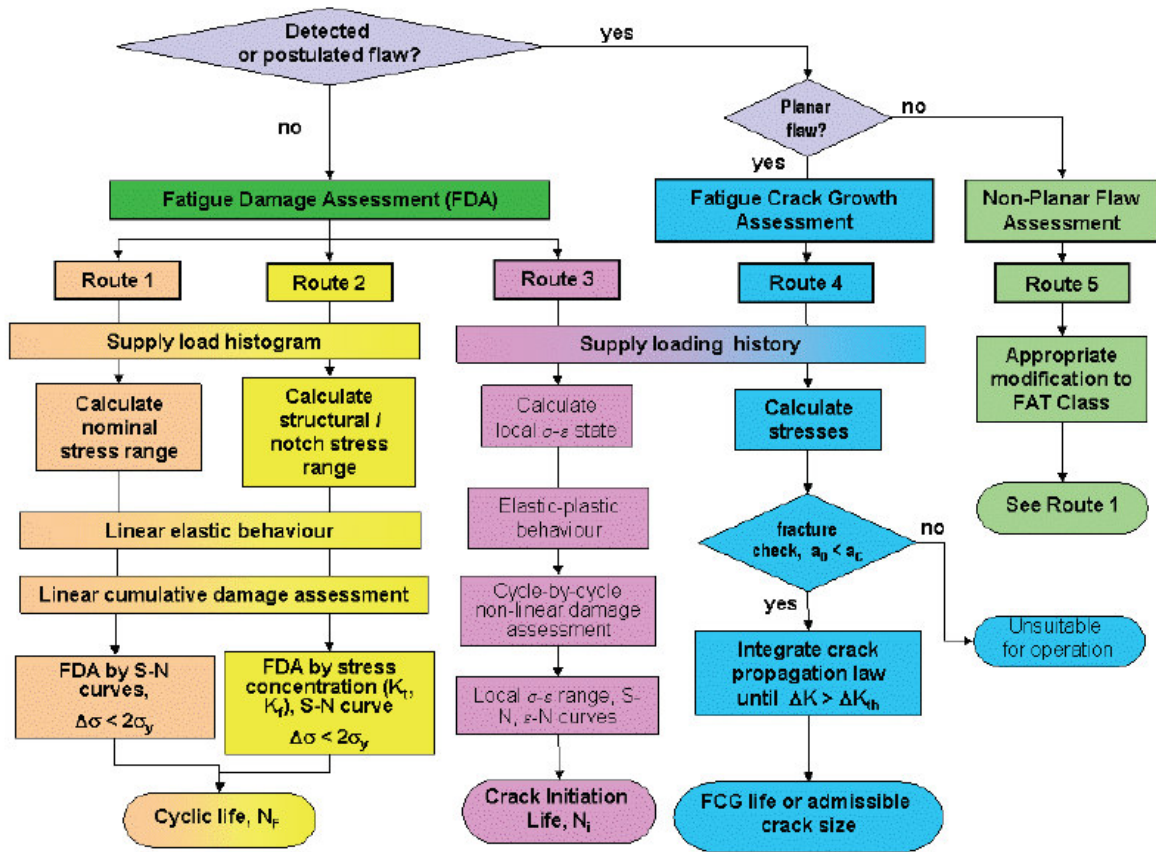


Figura 8. Rutas de análisis a fatiga del FITNET FFS y etapas básicas de las mismas [11].

Se observa que el Procedimiento distingue cinco rutas distintas. El primer criterio de elección es si se va a analizar el componente bajo la presencia de una fisura establecida (detectada o postulada). En caso negativo, resultan las Rutas 1 a 3 (*Fatigue Damage Assessment*, FDA) y en caso positivo las Rutas 4 (*Fatigue Crack Growth Assessment*) y 5 (*Non-Planar Flaw Assessment*) en función de que el defecto sea o no plano. Las características principales de las distintas Rutas son las siguientes:

- *Route 1: FDA con tensiones nominales:*

Esta Ruta considera los valores nominales elásticos de la tensión en la localización de interés.

En componentes soldados la vida a fatiga se determina a partir de un conjunto de curvas S-N (Figura 9) clasificadas de acuerdo a diferentes niveles de resistencia a fatiga para $2 \cdot 10^6$ ciclos o *FAT Classes* (función de la geometría y del material) proporcionados en el Anexo G del Procedimiento [11]. La curva S-N del componente es una recta que pasa por el punto

correspondiente al valor FAT y a $2 \cdot 10^6$ ciclos con una pendiente de 3 (5 para tensiones tangenciales) y se hace constante, como valor de durabilidad, cuando dicha recta llega a los $5 \cdot 10^6$ ciclos (10^8 en el caso de tensiones tangenciales). El FAT del componente se corrige en función de la relación entre la carga mínima y máxima (R) y del espesor del componente. Los efectos de la geometría local, de los detalles microestructurales y de la soldadura y de las tensiones residuales se incluyen en las propias curvas. En caso de amplitudes de cargas variables se aplica Palmgren-Miner [26,27]. La Figura 10 muestra como ejemplo el esquema de trabajo correspondiente.

En componentes no soldados la durabilidad se modifica para tener en cuenta factores como las discontinuidades geométricas, el espesor de la sección, la rugosidad de la superficie y la tensión media.

Del análisis se deriva una tensión nominal permisible para la vida del componente que se compara con la aplicada en el mismo.

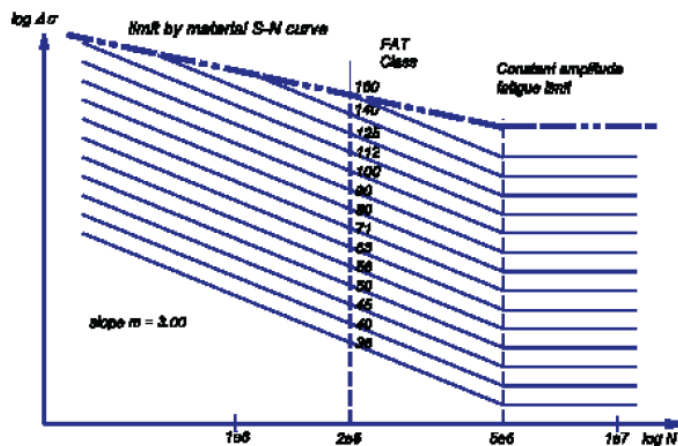


Figura 9. Curvas S-N para tensiones normales y acero [11].

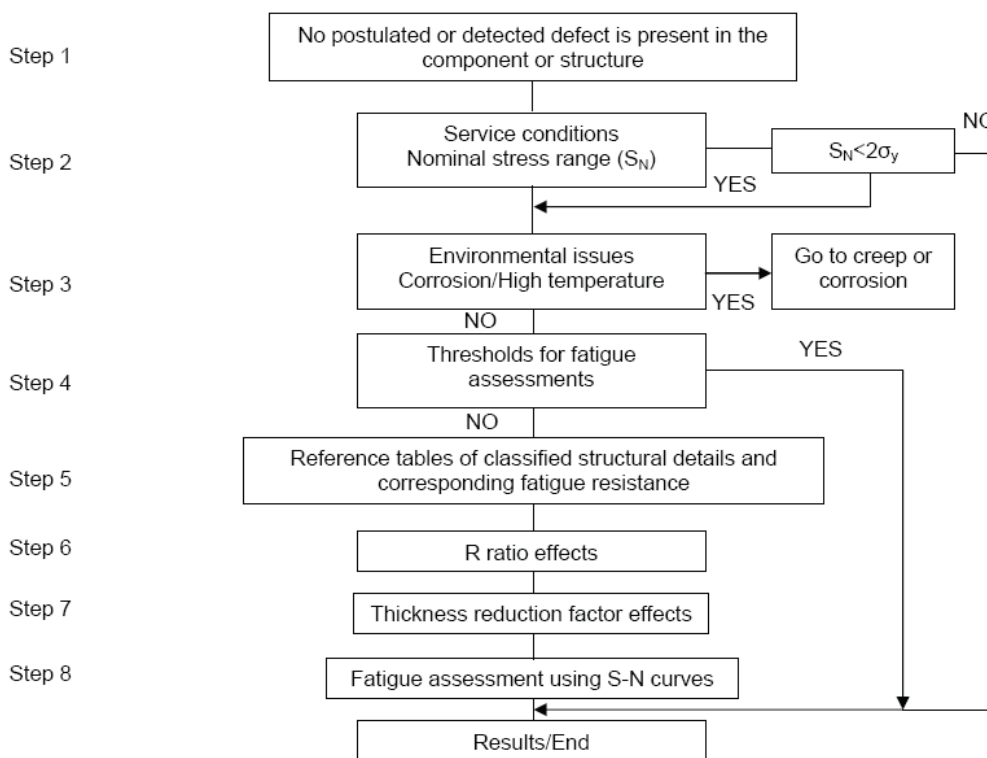


Figura 10. Ruta 1 de análisis a fatiga en componentes soldados [11].

- Route 2: FDA con tensiones locales (structural hot spot stress o notch stress):

Esta Ruta, propia de componentes con elementos concentradores de tensiones, analiza la vida a fatiga mediante dos aproximaciones distintas:

a) Cálculo de la tensión estructural local (hot spot stress) [28] y aplicación de las curvas S-N específicas

(recogidas en el Procedimiento para un buen número de casos) según la metodología explicada anteriormente.

b) Cálculo de la tensión de entalla (notch stress) a través de factores de concentración de tensiones como K_t o K_f [29] y uso de las curvas S-N específicas. En caso de amplitudes de cargas variables se aplica Palmgren-Miner.

La Figura 11 muestra la definición de las tensiones utilizadas en esta Ruta de evaluación y la Figura 12

muestra el esquema de evaluación para el caso de componentes soldados.

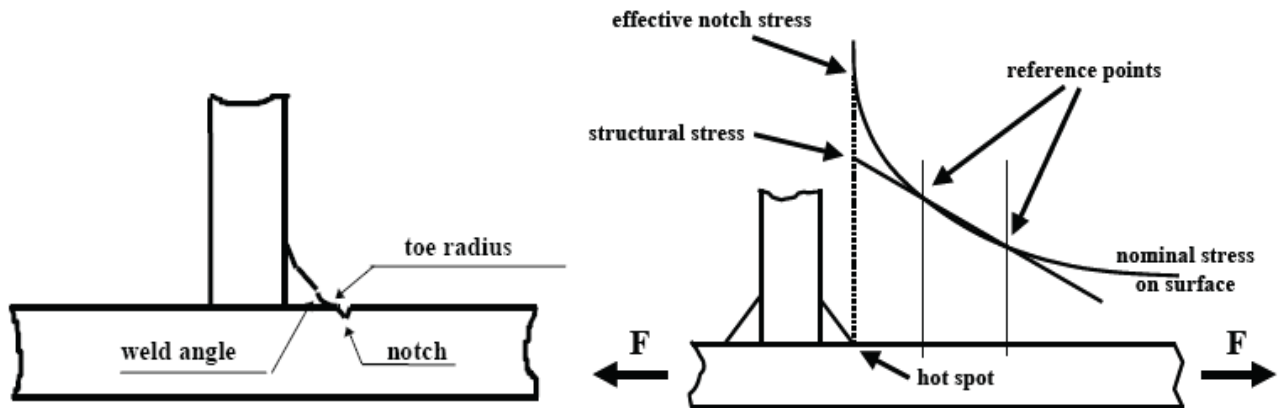


Figura 11. Hot Spot stress (o Structural Stress) y Notch Stress en una unión soldada [11].

La obtención del *hot spot stress* se puede realizar de forma analítica a partir de las tensiones obtenidas mediante técnicas de elementos finitos en unos determinados puntos de referencia (situados a una cierta distancia del elemento concentrador de tensiones que es función del espesor). Siguiendo [28], el *hot spot stress* se obtiene al multiplicar por un factor de concentración de tensiones (SCF_{HS}) el valor de la tensión nominal (Figura 11). El FITNET proporciona expresiones del SCF_{HS} para distintas situaciones de

gradiente de tensiones.

Por su parte, el *notch stress* puede calcularse directamente por elementos finitos según la teoría elástica lineal o bien de forma analítica al multiplicar el SCF_{HS} por un nuevo factor de concentración tensional que es función del tipo y geometría de la soldadura y que puede obtenerse fácilmente a partir de valores tabulados recogidos en el Procedimiento.

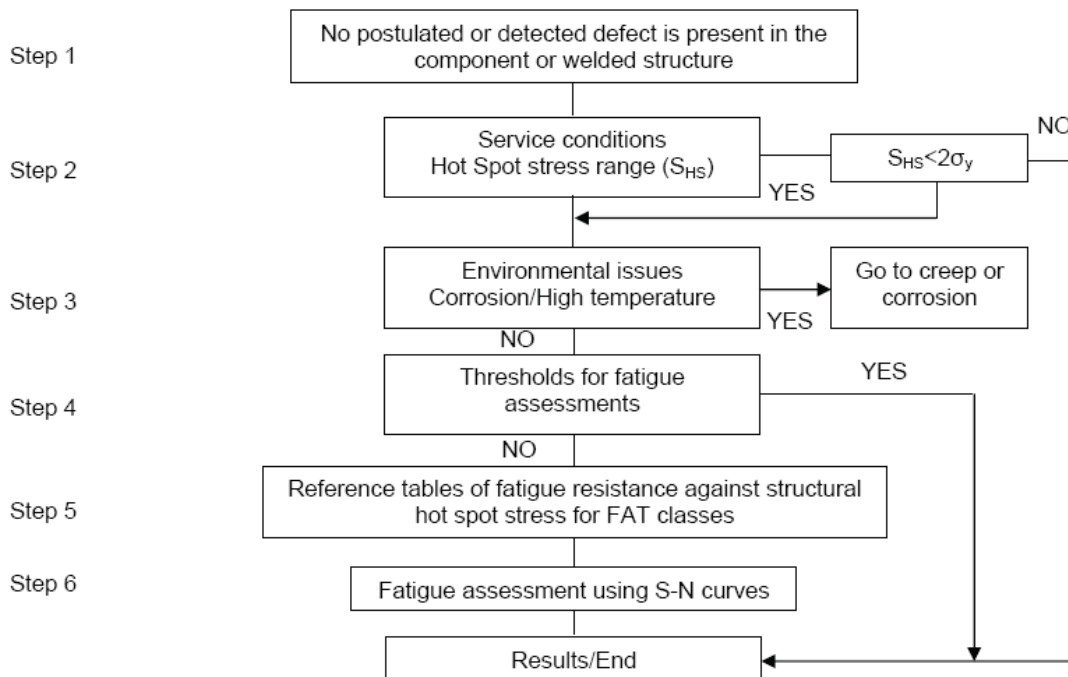


Figura 12. Ruta 2 de análisis a fatiga en componentes soldados [11].

- *Route 3: FDA en régimen elastoplástico:*

Esta ruta es aplicable fundamentalmente a componentes no soldados y utiliza un cálculo directo de las deformaciones en una localización crítica haciendo uso del comportamiento elastoplástico del material. La vida a fatiga se calcula a partir de la curva que relaciona la amplitud de deformación y los ciclos para la iniciación

o a partir de relaciones como la ley de Coffin-Manson [30,31]. A partir de este punto puede continuarse el análisis según la Ruta 4 (análisis de la propagación). La Figura 13 muestra el esquema de esta Ruta.

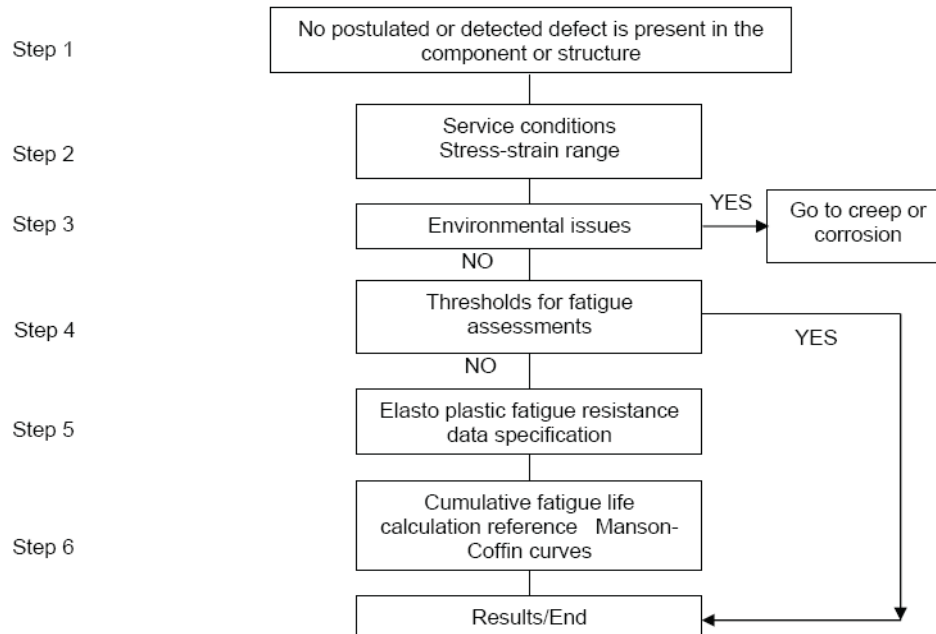


Figura 13. Ruta 3 de análisis a fatiga en componentes soldados [11].

- *Route 4: Propagación de fisuras por fatiga:*

Esta Ruta permite el análisis de una fisura plana detectada o postulada. La metodología básica propuesta para el análisis de la propagación es la ley de Paris pero se propone un enfoque más sofisticado basado en la ecuación de Forman-Mettu [32], la cual predice el comportamiento a fatiga del material desde variaciones tensionales propias del umbral de propagación hasta las próximas a la rotura.

- *Route 5: Evaluación de defectos no planos:*

Los defectos no planos pueden ser evaluados como fisuras planas siguiendo la Ruta 4, obteniéndose resultados conservadores. Existen casos en los que se pueden evaluar siguiendo las Rutas 1 y 2 utilizando las curvas S-N para uniones soldadas siempre y cuando el tamaño de los defectos no supere unos determinados límites especificados en el Procedimiento.

Finalmente, en cuanto a evaluación de componentes en fatiga, el FITNET FFS recoge aspectos como la descripción de metodologías que mejoran la vida en fatiga (*Burr Grinding, Hammer Peening ...*), opciones de análisis especiales (*Dang Van criterion,*

Análisis Multiaxial, Rolling Contact Fatigue...), interacciones de la fatiga con otros procesos de fallo como la fluencia y la corrosión y el análisis a fatiga de fisuras cortas.

En definitiva, el Módulo de Fatiga del FITNET FFS proporciona un esquema de evaluación claramente definido a través de una serie de rutas específicas y lo completa con métodos de análisis para casos concretos de gran trascendencia en la industria.

3.3. Módulo de Fluencia.

Este Módulo queda recogido en el Capítulo 8 (*Volume I*) del Procedimiento y plantea la evaluación de componentes fisurados sometidos a altas temperaturas. Está basado en la metodología propuesta en el Procedimiento R5 y divide la evaluación en las siguientes etapas (Figuras 14 y 15):

- 1) Establecer la causa de la fisuración y caracterizar el defecto inicial
- 2) Definir las condiciones de trabajo del componente
- 3) Determinar las características resistentes del material

- 4) Realizar el análisis tensional del componente
- 5) Comprobar la estabilidad con respecto a las cargas independientes del tiempo
- 6) Comprobar el efecto de la Fluencia y de la Fatiga
- 7) Calcular el tiempo hasta rotura en base al efecto inicial
- 8) Calcular el tiempo de iniciación
- 9) Calcular el tamaño de la fisura tras su crecimiento
- 10) Recalcular el tiempo hasta rotura tras el crecimiento de la fisura
- 11) Comprobar la estabilidad con respecto a las cargas independientes del tiempo tras el crecimiento del defecto

- 12) Evaluar el significado de los resultados obtenidos
- 13) Informe de resultados

Las etapas 7 a 11 son iterativas como resultado de la división de la vida del componente en periodos de tiempo lo suficientemente pequeños. Su desarrollo está detallado en dos flujogramas, según sea despreciable o no el efecto de la fatiga. La Figura 15 recoge el flujograma correspondiente al último de los casos, cuando la fatiga ha de ser considerada.

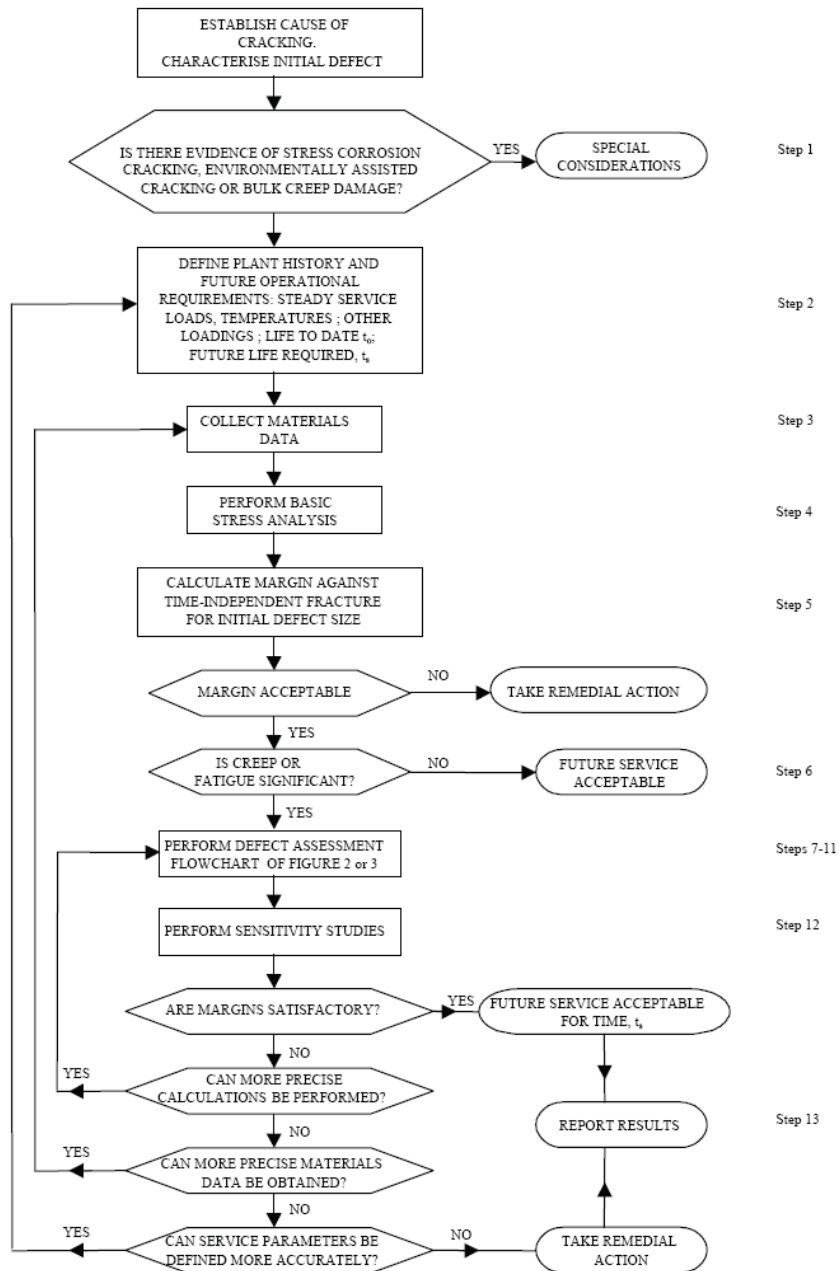


Figura 14. Esquema de evaluación del Módulo de Fluencia del FITNET FFS Procedure [11].

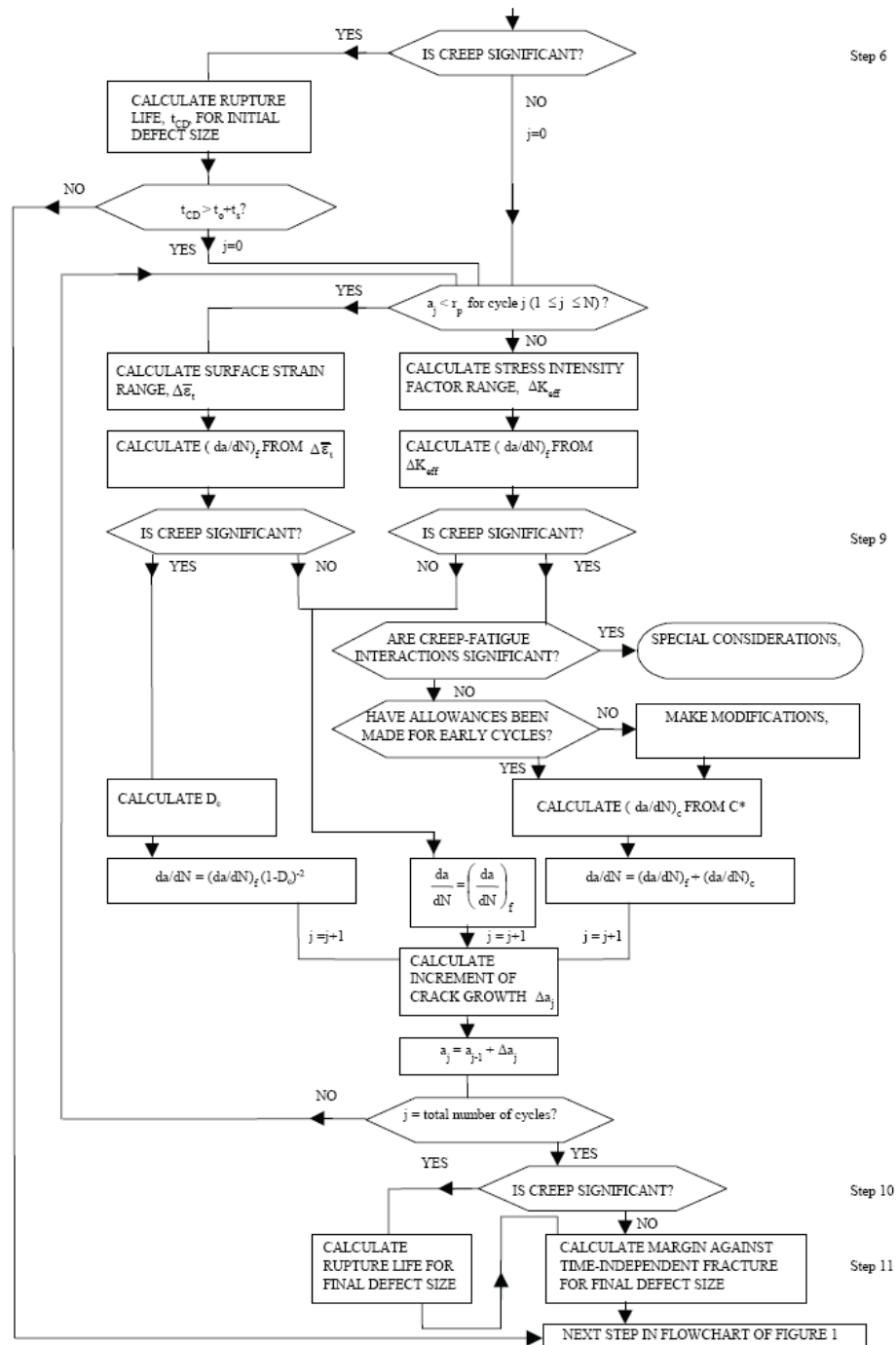


Figura 15. Evaluación del componente frente a la fluencia para los casos en los que la influencia de la fatiga es significativa [11].

Para ello, el FITNET FFS propone sumar las velocidades de propagación ocasionadas por ambos fenómenos, fluencia y fatiga, previa corrección de la velocidad de propagación por fatiga ocasionada por el efecto del daño acumulado por fluencia.

El Procedimiento recoge además nuevas metodologías de evaluación de componentes sometidos a fluencia que han aparecido en los últimos años, como la evaluación

a través de Diagramas de Fallo dependientes del tiempo (Enfoque TDFAD, *Time Dependent FAD* [3]) y el Diagrama de Dos Criterios (2CD, *Two Criteria Diagram* [33]), así como el enfoque σ_d para el cálculo del tiempo de iniciación.

3.4. Módulo de Corrosión.

Este Módulo está recogido en el Capítulo 9 del *FITNET FFS Procedure* y está dividido en dos partes fundamentales. La primera está dirigida al análisis de procesos de Fisuración Inducida por Ambiente y corrosión-fatiga y la segunda a la evaluación de secciones con pérdida de espesor.

La Figura 16 muestra el esquema de evaluación para casos de Fisuración Inducida por Ambiente y la Figura 17 recoge el Diagrama de Fallo utilizado en dichas ocasiones, el cual introduce el parámetro K_{ISCC} en la metodología FAD [34,35].

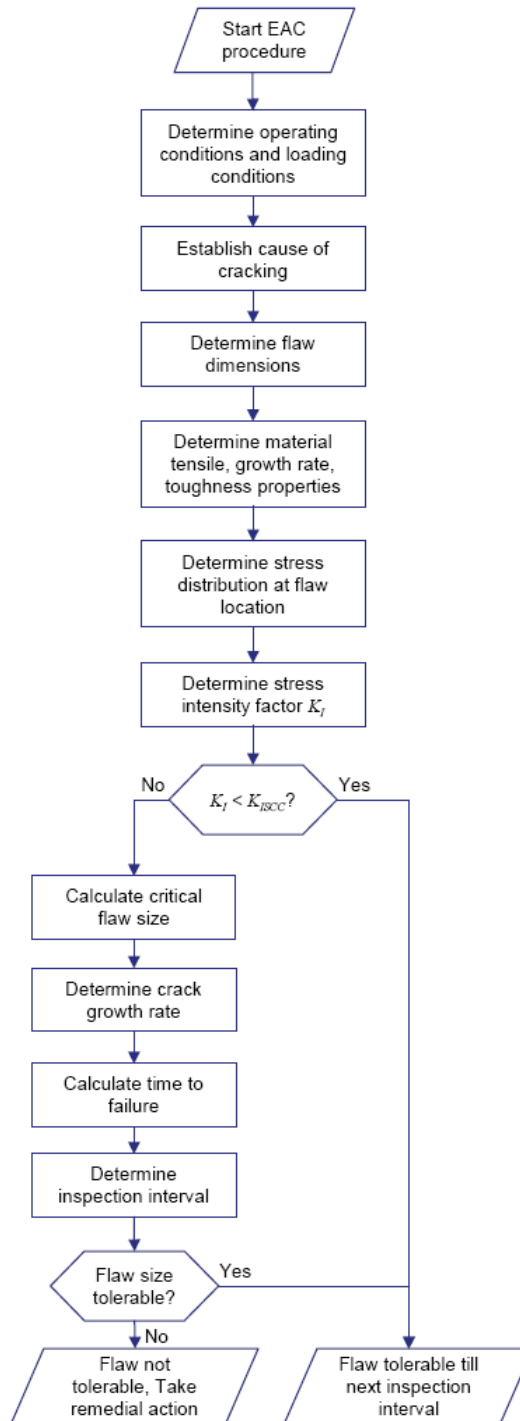


Figura 16. Evaluación del componente frente a la Fisuración Inducida por el Ambiente [11].

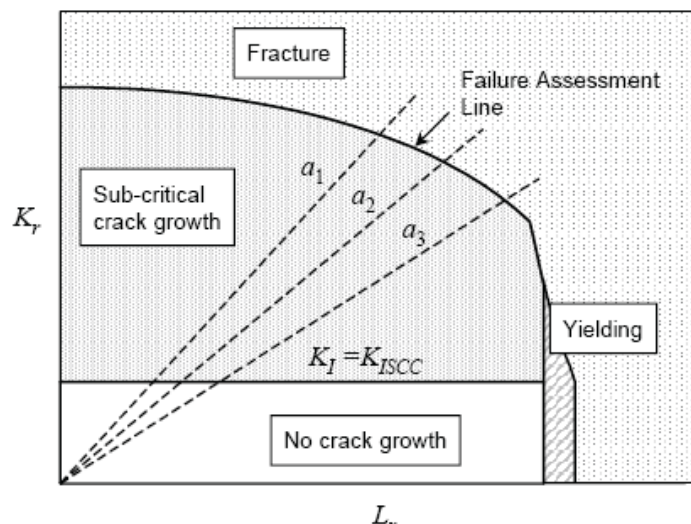


Figura 17. Utilización de la metodología FAD en la evaluación de componentes sometidos a Fisuración Inducida por el Ambiente [11,34,35].

El análisis del proceso de Fisuración Inducida por Ambiente se realizaría, basándose en la Figura 17, en una serie de etapas [34]:

1) Realización de una caracterización de fractura para el tamaño inicial de fisura, basado en el valor detectado o en un valor máximo, postulado como conservador en función de la sensibilidad del método de medida o la determinación de un defecto inicial equivalente asociado al procesado del componente [36]. Si se demuestra que el componente es aceptable, es decir, se encuentra en la parte interna del FAD de la Figura 17 pero en la zona susceptible de crecimiento de fisura (*subcritical crack growth*) se deben tomar medidas correctoras para evitar este crecimiento. Esas medidas correctoras deben tratar de conseguir la parada de fisura, de modo que $K < K_{ISCC}$, bien sea a través de la reducción de la tensión, modificando las condiciones ambientales o reparando.

2) Si las medidas correctoras no se pueden aplicar o no son funcionales pero se puede tolerar un crecimiento de fisura subcrítica lento, entonces se debe caracterizar completamente la naturaleza de la fisura y las condiciones de servicio en que se encuentra que definen su velocidad de crecimiento. Para el material, ambiente y condiciones de servicio considerados se debe realizar un análisis de crecimiento hasta fractura o hasta condiciones últimas como las de fuga antes de rotura (*Leak Before Break*, LBB), que determinan la existencia de un tamaño máximo de fisura aceptable.

3) Cálculo del estado tensional en el entorno del defecto, incluyendo cualquier componente dinámico y basándose en las condiciones de servicio previsible. En estos cálculos se ha de considerar todas las condiciones de trabajo, incluyendo las normales de servicio, las de arranque, las extremas o las de parada.

4) Determinar la evolución de la profundidad o del perfil de fisura basándose en el tamaño de defecto previo, el valor de K o ΔK y las leyes de crecimiento de fisura. Para fisuras de corrosión-fatiga se requiere un cálculo numérico ciclo por ciclo de la extensión de la fisura, considerando la frecuencia de carga, el cociente de tensiones y los efectos de cierre.

5) Determinar el tiempo o número de ciclos de tensión para que el tamaño de fisura detectado o postulado inicial alcance el límite de tamaño de defecto crítico establecido por los criterios FAD o LBB.

El componente es aceptable para continuar operando si:

- el tiempo o número de ciclos necesarios para alcanzar el tamaño de defecto límite, incluyendo un margen de seguridad apropiado, es mayor que el tiempo de operación previsto.
- el crecimiento de fisura es monitorizado cuando sea posible en línea o durante las paradas realizadas en intervalos de tiempo adecuados al crecimiento aceptable, por una técnica validada.
- la velocidad observada de crecimiento de fisura es menor que la usada en la predicción de vida remanente según los resultados de una inspección en línea o durante paradas.
- las condiciones extremas en cargas o severidad ambiental previsible, si no son evitables están consideradas en el análisis.

En cada inspección obligada, se establecerá la velocidad de crecimiento de fisura real y se reevaluarán

las nuevas condiciones del defecto para los procedimientos de esta sección. De forma alternativa, se reparará o reemplazará el componente o se aplicarán medidas mitigadoras.

La Figura 18 muestra un análisis de este tipo, correspondiente a un componente sometido a dos estados de cargas distintos que se producen de forma alternativa. La situación inicial ($a=a_0$, punto 1) queda localizada en un valor de K_I inferior a $K_{I,SCC}$, por lo que además de ser una situación segura (punto de evaluación en el interior del FAD), no se produce crecimiento subcrítico. Al pasar al segundo estado de cargas (punto 2) se supera el umbral $K_{I,SCC}$ y se produce propagación subcrítica hasta el punto 3 ($a=a_1$). Al volver al estado inicial de cargas menores se para la propagación subcrítica (punto 4). De nuevo, al aparecer el segundo estado de cargas se pasa al punto 5, volviendo a haber propagación hasta el punto 6 ($a=a_2$). El proceso anteriormente descrito se repite (puntos 7 y 8) hasta que la propagación subcrítica lleva al tamaño crítico de fisura (a_c , punto 9, o el determinado como pasante si se cumplen los criterios de LBB). Así, si se sabe la velocidad de propagación subcrítica y el tiempo que dura cada estado de cargas, se puede determinar el tiempo hasta rotura desde el estado inicial.

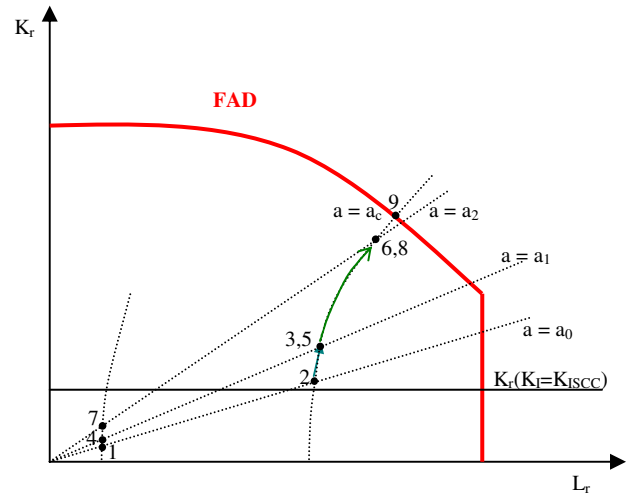


Figura 18. Ejemplo de evaluación vía FAD de la Fisuración Inducida por Ambiente.

En el caso de evaluación de pérdidas de espesor, la metodología propuesta (Figura 19) es sencilla y consiste en comparar, a través de formulaciones específicas para cada tipo de componente (codos, tubos, esferas...), la tensión aplicada con la máxima tensión admisible, cuya obtención está ligada a unos coeficientes de seguridad específicos proporcionados por el Procedimiento.

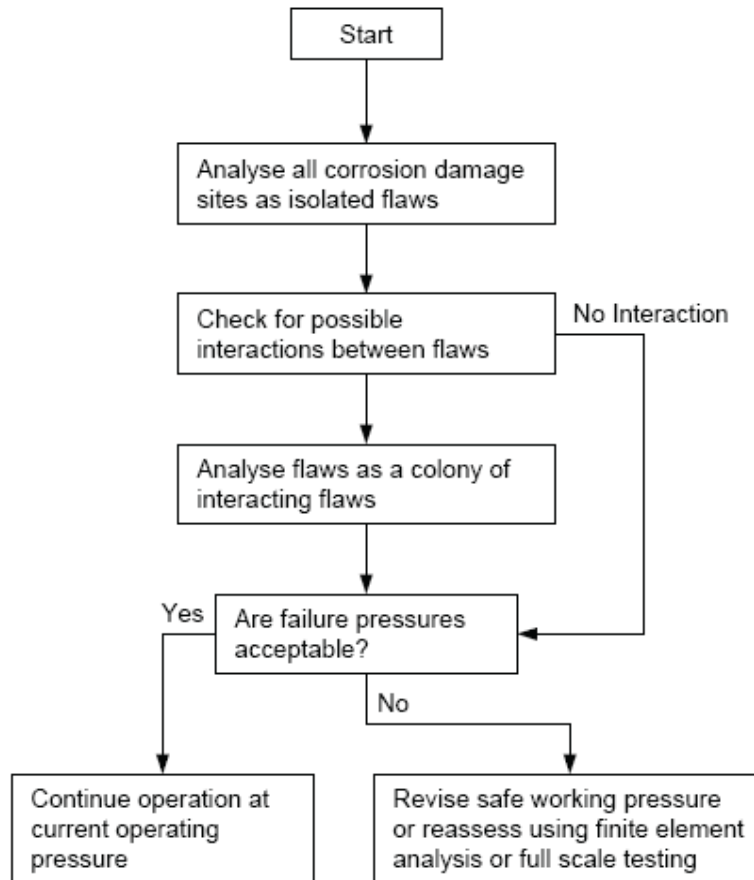


Figura 19. Esquema de evaluación de componentes con pérdidas de espesor [11].

4. METODOLOGÍAS AVANZADAS

El FITNET FFS recoge los avances más significativos de los últimos años producidos en el campo de la integridad estructural. Además de los incluidos en los Módulos anteriores, los Capítulos 11 y 12 recogen, respectivamente, metodologías alternativas de evaluación de componentes frente a la fractura e informaciones adicionales para realizar distintos tipos de análisis que sitúan al propio Procedimiento como un auténtico Estado del Arte actualizado con respecto a la evaluación de componentes y estructuras con defectos.

Así el Capítulo 11 recoge las metodologías de evaluación del *Leak Before Break* (siguiendo el esquema del SINTAP), el *Crack Arrest* (según queda recogido en el R6), el modo mixto (siguiendo también al R6), la *Master Curve* [37]... con las novedades producidas en estos campos en los últimos años.

En el Capítulo 12 se introducen metodologías de evaluación que en algunos casos no han sido incluidas previamente en ningún otro procedimiento. Destacan la *Master Curve* para materiales no homogéneos (*Bi-modal Master Curve*) [38,39] y la evaluación de componentes tipo entalla haciendo uso de la metodología FAD, tal y como ha sido explicado en el apartado 3.1.

5. CASE STUDIES AND TUTORIALS

En el *Volume II* del Procedimiento se recogen un total de 23 *Case Studies* de aplicación de los diferentes Módulos del FITNET FFS, en los cuales queda demostrada la aplicabilidad del Procedimiento en un amplio rango de problemas industriales.

A su vez, incluye un total de 12 tutoriales en los cuales se aplica el procedimiento paso a paso con el objeto de introducir al usuario en el uso del Procedimiento. El documento incluye tutoriales para los diferentes Módulos, siendo dos de ellos tutoriales cruzados, es decir, ejercicios en los que se aplican conjuntamente más de uno de los módulos.

6. ANEXOS

El *Volume III* del Procedimiento recoge una serie de anexos que facilitan notablemente el proceso de evaluación, haciendo innecesario recurrir en muchos casos a otras referencias para obtener los *inputs* del análisis, lo cual es una de las principales ventajas del FITNET FFS. En concreto recoge los siguientes:

- *Annex A*: Soluciones de Factor de Intensidad de Tensiones
- *Annex B*: Soluciones para Cargas de Colapso Plástico
- *Annex C*: Perfiles de Tensiones Residuales

- *Annex D*: Técnicas no Destructivas
- *Annex E*: Idealización y Re-caracterización de Fisuras
- *Annex F*: Interacción de Fisuras: Reglas de Combinación
- *Annex G*: *FAT Classes*
- *Annex H*: Principios de Probabilidad y Fiabilidad
- *Annex I*: No alineación de soldaduras
- *Annex K*: *Inputs* para Análisis de Confinamiento
- *Annex L*: Referencias para la Obtención de Propiedades del Material

7. OTRAS ACTIVIDADES DEL FITNET

De forma paralela a la elaboración del *FITNET FFS Procedure* se han desarrollado actividades de gran trascendencia con respecto al mismo que han completado los trabajos realizados en el marco del proyecto FITNET. En este trabajo se van a destacar la labor de formación realizada y la de estandarización.

7.1. Training & Education.

El WP6 del proyecto FITNET ha desarrollado una importante labor formativa que ha cubierto desde los conceptos más básicos de la mecánica de la fractura, la fatiga, la fluencia y la corrosión hasta las aplicaciones más avanzadas de los mismos en el propio Procedimiento [40,41]. El objetivo ha sido conseguir una adecuada transferencia de conocimiento hacia la industria que permita a los ingenieros poner en práctica las metodologías de evaluación del FITNET FFS.

Esta labor se ha realizado a través de tres herramientas fundamentales:

-*FITNET Training Seminars*: Se han realizado un total de 3 seminarios internacionales (Santander, Maribor y Miskolc) en los cuales se han desarrollado sesiones sobre fractura, fatiga, fluencia y corrosión cubriendo aspectos teóricos, introducción a los procedimientos de evaluación y ejercicios prácticos, además de sesiones de laboratorio.

- *FITNET Training Package* [12]: Se ha desarrollado una publicación de más de 500 páginas en formato powerpoint cubriendo la fractura, la fatiga, la fluencia y la corrosión y la Fisuración Inducida por el Ambiente, desde los conceptos básicos hasta ejercicios prácticos, pasando por una visión panorámica de los procedimientos de evaluación en cada campo y de la

explicación en detalle del tratamiento dado por el FITNET a cada uno de estos problemas.

- *FITNET Tutorials*: comentados anteriormente, están incluidos en el *Volume II* del Procedimiento.

7.2. Standardization.

El *FITNET FFS Procedure* tiene vocación de convertirse en una futura norma europea de integridad estructural. Una vez finalizado el Procedimiento, y a partir de los trabajos desarrollados en el seno del FITNET WP7, el documento ha sido remitido al Comité Europeo de Normalización (CEN). En este contexto ha sido abierto el *CEN Workshop Agreement 22*, que una vez finalizado de forma favorable permitirá al documento llevar el sello CEN, como primer paso en el camino de su adopción como norma europea.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la colaboración prestada a todos los miembros del proyecto FITNET (EU's Framework 5, Proposal No. GTC1-2001-43049, Contract No. G1RT-CT-2001-05071).

REFERENCIAS

- [1] British Standard BS 7910: "Guide on Methods for Assessing the Acceptability of Flaws in Metallic Structures", BSi, London, 2000.
- [2] *RCC-MR: Règles de Conception et de Construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires RNR*: AFCEN, 2002.
- [3] *R5, Assessment Procedure for the High Temperature Response of Structures*, Procedure R5 Issue 3, British Energy, Gloucester, UK, 2003.
- [4] *R6: Assessment of the Integrity of Structures Containing Defects*, British Energy Generation, Report R/H/R6, Revision 4, 2001.
- [5] Bergman, M., Brickstad, B., Dahlberg, L., *A Procedure for Safety Assessment of Components with Cracks-Handbook*, SAQ/FoU Report, 91/01, AB Svensk Anläggningsprovning, Swedish Plant Inspection Ltd, 1991.
- [6] *SINTAP, Structural Integrity Assessment Procedure for European Industry*, SINTAP BRITE-EURAM Project BRPR-CT95-0024, 1999.
- [7] *API 579, Recommended Practice for Fitness for Service*, Draft Issue 4, American Petroleum Institute, 1996.
- [8] ASME Boiler and Pressure Vessel Code, *Section XI, Rules for In-Service Inspection of Nuclear Power Plant Components*, The American Society of Mechanical Engineers, 1995.
- [9] JSME, *Codes for Nuclear Power Generation Facilities- Rules on Design and Construction for Nuclear Power Plants*, JSME S NC1, 2001.
- [10] *FITNET, European Fitness-for-Service Network*, EU's Framework 5, Proposal No. GTC1-2001-43049, Contract No. G1RT-CT-2001-05071.
- [11] *FITNET FFS Procedure*, Final Draft MK7, Prepared by European Fitness-for-Service Network-FITNET, 2006.
- [12] Gutiérrez-Solana, F., Cicero, S., Álvarez, J.A., Lacalle, R., *FITNET Training Package*, Universidad de Cantabria, 2006.
- [13] *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 67, Issue 6, Pages 481-668, 2000.
- [14] Gutiérrez-Solana, F., Ruiz, J., Ainsworth, R.A., Kim, J.-Y. y Zerbst, U., *Driving Force and Failure Assessment Diagram Methods for Defect Assessment*, Proceedings of 17th International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering (OMAE 1998), 1998.
- [15] Ruiz Ocejo, J., Gutiérrez-Solana, F., González-Posada, M.A., y Gorrochategui, I., *Failure Assessment Diagram-Crack Driving Force Diagram COMPATIBILITY*, SINTAP Task 5, Report SINTAP/UC/05, 1997.
- [16] Ainsworth, R. A., Gutierrez-Solana, F. and Ruiz Ocejo, J., *Analysis Levels within the SINTAP Lefect Assessment Procedures*, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 67, Issue 6, p. 515-527, 2000.
- [17] Kim, Y.-J., *Comparison: Various Levels of the SINTAP Procedure for Homogeneous Structures*, SINTAP Task 1, Report SINTAP/GKSS/17, 1998.
- [18] Anderson T. L., *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, 2nd edition, CRC Press, Boca Raton, 1995.
- [19] *VOCALIST, Validation of Constraint Based Assessment Methodology in Structural Integrity*, FIKS CT-2000-00090, Fifth Framework of the European Atomic Energy Community (EURATOM).
- [20] Cicero, S., *Evaluación de la Integridad Estructural de Componentes Sometidos a Condiciones de Bajo Confinamiento*, Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria, 2007.
- [21] Kim, J.H., Kim, D.H., Moon, S.I., *Evaluation of Static and Dynamic Fracture Toughness Using Apparent Fracture Toughness of Notched*

- Specimens*, Materials Science and Engineering A, Vol. 387-389, p.381-384, 2004.
- [22] Taylor, D., Cornetti, P. y Pugno, N., *The Fracture Mechanics of Finite Crack Extension*, Engineering Fracture Mechanics, 72, Issue 7, p. 1021-1038, 2005.
- [23] Cicero, S., Ainsworth, R.A., *The Treatment of Constraint Effects in Integrity Evaluations*, Proceedings of 24th International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering (OMAE 2005), Halkidiki, Grecia, 2005.
- [24] Cicero, S., Ainsworth, R.A., Gutiérrez-Solana, F., Álvarez, J.A. *El Tratamiento del Confinamiento en las Evaluaciones de Integridad Estructural*, Anales de Mecánica de la Fractura. XXIII Congreso Anual del Grupo Español de Fractura, Vol. 23, Albarracín, 2006.
- [25] Cicero, S., Ainsworth, R.A., Tkach, Y., *The Treatment of Constraint in FITNET FFS Procedure*, Proceedings of International Conference on Fitness for Service FITNET 2006, Amsterdam, Holanda, 2006.
- [26] Palmgren, A., *Die Lebensdauer von Kugellagern*, Zeitschrift des Vereins Deutscher Ingenieure, 68:339-341, 1924.
- [27] Miner, M. A., *Cumulative damage in fatigue*, Journal of Applied Mechanics, 12:159-164, 1945.
- [28] *IIV Structural Hot-Spot stress approach to fatigue analysis of welded components –doc XIII-1819-00*.
- [29] *Bureau Veritas rules for steel ships classification – Fatigue check of structural details – Part B*, Chapter 7, Section 4 – Edition May 2003.
- [30] Coffin Jr., L. F., *A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal*, Trans. of ASME, 76 , pp 931-950, 1954
- [31] Manson, S. S., *Fatigue, a complex subject: some simple approximations*, Exp. Mech., 5, pp 193-226, 1965.
- [32] Forman, R.G. and Mettu, S.R., 1992. *Behaviour of surface and corner cracks subjected to tensile and bending loads in a Ti-6Al-4V alloy*. Ernst, H.A., Saxena, A. and McDowell, D.L. Editors., Fracture Mechanics 22th Symposium 1 American Society for Testing and Materials, Philadelphia, pp. 519–646, ASTP STP 1131, 1992.
- [33] Ewald, J., Sheng, S., Klenk, A., and Schellenberg, G., *Engineering Guide to Assessment of Creep Crack Initiation on Components by Two-Criteria-Diagram*, Int. J. Pres. Ves. Piping, 78, 937-949, 2001.
- [34] Álvarez, J.A, Gutiérrez-Solana, F., Cicero, S., *Evaluación de la Integridad Estructural de Componentes Frente a Procesos de Fisuración Inducida por Ambiente*, Anales de Mecánica de la Fractura. XXIII Congreso Anual del Grupo Español de Fractura, Vol. 23, Albarracín, 2006.
- [35] Turnbull, A., Koers, R.W.J., Gutiérrez-Solana F., and Alvarez, J.A., *Environment induced cracking-a Fitness for Service Perspective*, Proceedings of 24th International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering (OMAE 2005), Halkidiki, Grecia, 2005.
- [36] *Performance Criteria for Cold Formed Structural Steels*, Corus, Universidad de Cantabria, IEHK-RWTH, Labein, Contract No 7210-PR/246, European Commission, 2003
- [37] Wallin, K., *The Scatter in K_{IC} Results*, Engineering Fracture Mechanics, Vol. 19, p. 1085-1093, 1984.
- [38] Wallin, K., Nevasmaa, P., Laukkanen, A. and Planman T., *Master Curve Analysis of Inhomogeneous Ferritic Steels*. Engineering Fracture Mechanics 71, pp. 2329-2346, 2004.
- [39] Nevasmaa, P., Laukkanen, A., Planman, T. and Wallin, K., *A Novel Method for Fracture Toughness Assessment of Inhomogeneous Ferritic Steel Weldments using Bimodal Master Curve Analysis*. Proceedings of the "11th International Conference on Fracture (ICF XI)", Turin, 20-25, 2005.
- [40] Cicero, S., Gutiérrez-Solana, F., Álvarez, J.A., *The Education and Training Content of FITNET*, Proceedings of International Conference on Fitness for Service FITNET 2006, Amsterdam, Holanda, 2006
- [41] Cicero, S., Gutiérrez-Solana, F., Álvarez, J.A., *Una Experiencia Educativa dentro del V Programa Marco: el Work Package 6 (Training and Education) del Proyecto FITNET*, Anales de Mecánica de la Fractura. XXIV Congreso Anual del Grupo Español de Fractura, Vol. 24, Burgos, 2007.

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

INFLUENCIA DEL NIVEL DE DAÑO SOBRE LA VIDA A FATIGA A ALTA TEMPERATURA DE UNA SUPERALEACIÓN BASE NÍQUEL.

E. Silveira, G. Atxaga, A. M. Irisarri

INASMET – Tecnalia. Mikeletegi Pasealekua 2. 20009 SAN SEBASTIÁN
airisar@inasmets.es

RESUMEN

El presente trabajo estudia el efecto ejercido por la presencia de arañazos y rasgaduras producidos durante el proceso de su manipulación y montaje de los discos de la turbina de un motor de aviación sobre su vida a fatiga. Se efectuaron ensayos de fatiga sobre probetas sin y con diferentes niveles de daño a 300 y 600° C. A 600° C existe una relación inversa entre la profundidad de las rasgaduras y la vida a fatiga. Sin embargo, a 300° C no se detecta el efecto de este daño sobre la vida a fatiga, obteniéndose resultados muy similares en todos los casos. El examen de las probetas reveló que el fallo se originaba fuera de la rasgadura. La medida de tensiones residuales permitió encontrar una explicación a este comportamiento aparentemente anómalo al comprobar que el proceso de mecanizado había dejado unas elevadas tensiones residuales de tracción en las probetas. Estas tensiones se alivian por la permanencia a 600° C promoviendo el fallo en la zona entallada.

ABSTRACT

This paper analyses the effect induced by those scratches produced during the handling and mounting of a disc of an aircraft turbine on their fatigue life. Fatigue tests were performed at 300 and 600° C on specimens without and with various levels of damage. At 600° C an inverse relationship between the depth of the scratches and the fatigue life was found. However, at 300° C no effect of these scratches on fatigue life was detected, obtaining very similar results in all them. Examination of the failed specimens revealed that failure was originated away from the scratch. Measurement of residual stresses helps to find an explanation to this apparently anomalous behaviour. It was observed that machining of the specimens induced high tensile residual stresses. At 600° C these stresses are relieved and failure at the scratched zone is promoted.

PALABRAS CLAVE: Aleación base níquel, Fatiga de bajo número de ciclos, Tensiones residuales.

1. INTRODUCCIÓN

Los discos de la turbina de un motor de aviación tienen por misión el posicionar adecuadamente el anillo de álabes móviles en el paso del gas, transmitiendo el par desde el eje hasta los álabes en el compresor y desde los álabes al eje en la turbina [1]. Estos discos pueden fallar por diversas causas siendo la principal la fatiga que se provoca como consecuencia de la prolongada operación a elevada temperatura. La F. A. requiere que el motor sea capaz de retener en su interior un álabe roto pero actualmente no se puede garantizar que esto se logre con los fragmentos, más pesados y que poseen una mayor energía, como son la mayoría de los provenientes de la rotura de un disco. La altísima velocidad que adquieren estos fragmentos les confiere una gran energía cinética, facilitando su penetración en el tanque de combustible, pudiendo provocar un incendio con consecuencias catastróficas para el aparato [2].

En consecuencia, el diseño de los discos debe asegurar que no se producirá su rotura en servicio. Esto supone que el nivel de validación exigido en la certificación del

motor se incrementa considerablemente. La metodología de vida hasta la primera grieta (Life to first crack LTFC) utilizada para la valoración de vida de un componente asume que inicialmente éste se halla totalmente libre de cualquier tipo de defecto [3]. Sin embargo, en el curso de la manipulación, el montaje o el mantenimiento de los discos se pueden producir arañazos o rasgaduras que representen potenciales orígenes de un fallo por fatiga en servicio con las gravísimas consecuencias que ello conlleva. Resulta evidente que la influencia de este daño sobre la vida a fatiga del disco debe ser evaluada con vistas a garantizar una operación segura del mismo.

El proyecto del cual se ha extraído el presente trabajo se planteó con dos objetivos. El primero es el deseo de los fabricantes de motores de aviación de utilizar aleaciones de mayor resistencia en la fabricación de los discos que permitan diseñar unos componentes más ligeros con las ventajas de ahorro de combustible y disminución del volumen de emisiones a la atmósfera que ello supone. El segundo es el garantizar que el trabajo de los discos se desarrollará sin problemas. Teniendo estos objetivos

en mente se planteó el analizar el efecto que pueden ejercer rasgaduras de diferente entidad sobre la vida a fatiga de los discos y determinar cual es el estado superficial que conduce a unas óptimas prestaciones desde este punto de vista [4].

En este trabajo se analiza el efecto ejercido por las rasgaduras de diferente profundidad (entre 25 y 125 μ m) sobre la vida a fatiga a dos temperaturas (300 y 600° C) de una superaleación base níquel IN718 (UNS N07718).

2. TÉCNICA EXPERIMENTAL

El material elegido para el estudio corresponde a una superaleación base níquel IN718 (UNS N07718) que es ampliamente utilizada en la fabricación de los discos de las distintas etapas de la turbina o del compresor. En el presente caso concreto se empleó un disco de turbina de baja presión para la extracción de las probetas de fatiga que se ensayaron en el proyecto. Sin entrar en detalles si conviene recalcar que esta aleación se caracteriza por la presencia de un alto contenido en niobio (del orden de un 5%) lo que conduce a que el principal agente endurecedor sea la fase γ'' , si bien también se pueden formar pequeñas cantidades de fase γ' [5].

El disco fue sometido a un tratamiento de precipitación consistente en la solubilización a 968° C, mantenimiento durante 1 hora a esa temperatura y enfriamiento al aire seguido de un envejecimiento a 720° C durante 8 horas, enfriamiento controlado a una velocidad de 50° C/hora hasta 620° C, permanencia a esa temperatura durante otras 8 horas y enfriamiento final al aire. La aleación en este estado presenta unos granos finos (tamaño ASTM 9) y algunas partículas de fase δ , de la misma naturaleza que la γ'' pero de origen primario y no disuelta en el tratamiento de solubilización. La dureza del material se encuentra en torno a 504HV0.3 con ligeras variaciones de unas a otras zonas.

Del disco así tratado se extrajeron las probetas de fatiga con orientación radial. Se requiere que al menos dos de los lados de la probeta sean planos para garantizar que poseen la condición superficial a estudiar. Por ello, se eligió una forma prismática de 24mm de longitud en la zona recta, 12mm de anchura y 5mm de espesor. Sobre la cara de 24x12 de algunas probetas se introdujeron rasgaduras de 25, 50, 100 ó 125 μ m, en tanto que otras se dejaron en su condición inicial, sin daño. El daño de las probetas se introdujo deslizando una herramienta, tallada a la geometría elegida, una longitud definida en la citada cara y controlando su penetración para que las rasgaduras tuvieran la profundidad deseada.

Los ensayos de fatiga con control por deformación se efectuaron de acuerdo con el borrador de norma PrEN 3998 [6]. Con el fin de poder efectuar el control de la deformación, se amarró un extensómetro axial a una de

las caras mecanizadas de la probeta. La forma elegida de la onda de deformación fue la trapezoidal con una relación entre los valores mínimo y máximo de cada ciclo $R=0$. Se analizaron dos posibles métodos para la realización de los ensayos. El primero efectuaría todos los ensayos a la misma velocidad de deformación, lo que supone que variaría, por tanto, el tiempo necesario para completar un ciclo. El segundo método, por el contrario, mantiene constante la frecuencia, de todos los ensayos con lo que la velocidad de aplicación de la deformación varía entre uno y otro. Se sopesaron las ventajas y los inconvenientes de uno y otro, optando finalmente por este último por considerar que proporciona una mejor valoración del comportamiento a fatiga del material al mantener constante la duración de todos los ciclos en los distintos ensayos, aunque en la norma PrEN 3988 [6] se considera preferible la primera alternativa.

Los ensayos se realizaron con una onda trapezoidal, con 1 segundo de subida desde la deformación cero hasta la máxima del ciclo, 1 segundo de permanencia a este nivel máximo, 1 segundo de bajada hasta la deformación cero y, finalmente, 1 segundo en este estado sin deformación. Esto supone que la frecuencia de todos los ensayos es la misma, 0.25Hz.

Todos los ensayos se efectuaron al aire, sin atmósfera protectora, en un horno de tres zonas, con calentamiento por resistencias, garantizando que la máxima variación de temperatura entre las diferentes zonas de la probeta no superaba los 4° C. Para controlar que la temperatura de ensayo era la deseada se amarró un termopar a la probeta, siendo el valor de esta lectura el considerado como la temperatura de ensayo. La temperatura medida no se desvió en ningún caso más de 2° C con respecto a la especificada. Antes de la iniciación de los ensayos las probetas se mantuvieron en el horno durante un periodo de 20 minutos para conseguir una homogeneización de la temperatura, dentro de los márgenes arriba indicados, a lo largo de toda su longitud

Se eligieron dos diferentes temperaturas de ensayo. La primera (600° C) se encuentra muy próxima a la máxima temperatura de utilización de la aleación IN718, dada la temperatura de 620° C a la que se aplicó el tratamiento de envejecimiento. La segunda, sensiblemente más baja (300° C) corresponde a la que alcanzan partes más frías de los discos u otros componentes. Se obtuvo un registro de la amplitud de la tensión frente a la deformación de los ciclos iniciales y, posteriormente, cada 500 ciclos adicionales de vida.

Las deformaciones aplicadas se eligieron con el objetivo de que la rotura se produjera tras un número de ciclos comprendido entre 10^4 y 10^5 ciclos. En aquellos casos en que la vida de la probeta rebasó esta última cifra se detuvo el ensayo no prosiguiéndolo hasta la rotura. Con todos los resultados de estos ensayos se obtuvieron las gráficas que relacionan la máxima deformación aplicada en el ensayo con la vida a fatiga de la probeta. Dos de estas gráficas merecieron especial

atención; la obtenida en el primer ciclo de deformación y la correspondiente al denominado ciclo estabilizado, es decir aquél a partir del cual la gráfica tensión – deformación no muestra unas variaciones apreciables entre ciclos sucesivos

Las superficies de fractura de las probetas de fatiga, especialmente de aquellas en que el inicio del fallo se situaba fuera de la rasgadura, fueron examinadas en el microscopio electrónico de barrido para identificar las facetas que pudieran haber promovido el fallo.

3. RESULTADOS

Un examen de los valores registrados de la tensión en el primer ciclo de cada ensayo frente a los obtenidos en el ciclo estabilizado revela que el material sufre un proceso de ablandamiento cíclico, tanto a 600 como a 300° C.

La figura 1 presenta la gráfica que relaciona la máxima deformación aplicada sobre la probeta con la vida a fatiga de ésta en los ensayos efectuados a 600° C. Se aprecia la lógica tendencia hacia la obtención de una menor vida a fatiga conforme aumenta la profundidad de las rasgaduras. Se observa asimismo que aunque el objetivo de los ensayos era que su duración se hallara entre 10^4 y 10^5 ciclos, muchos de ellos no alcanzaban estas cifras en tanto que otros rebasaban los 10^5 ciclos sin que se produjera el fallo, habiendo sido señalados con una flecha horizontal para indicar este hecho.

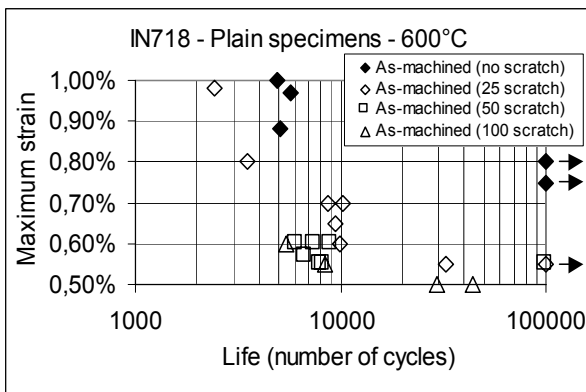


Figura 1. Relación entre la vida a fatiga y la máxima deformación en los ensayos realizados a 600° C sobre probetas en las diferentes condiciones.

Un análisis más exhaustivo de los resultados obtenidos en estos ensayos pone claramente de manifiesto que la introducción de una rasgadura de tan sólo 25µm reduce en aproximadamente un 25% la máxima deformación admisible para alcanzar una vida promedio de 10000 ciclos. Si bien las rasgaduras de una mayor profundidad reducen aún en mayor medida la capacidad del material de admitir una deformación, la pendiente de la gráfica que relaciona la máxima deformación admisible con la profundidad de la rasgadura se atenúa apreciablemente.

Si se consideran mayores vidas a fatiga más largas (30000 ciclos) este efecto negativo de las rasgaduras se mantiene.

Por su parte, la figura 2 exhibe la gráfica de la máxima deformación frente a la vida a fatiga correspondiente a los ensayos realizados a 300° C sobre probetas con diferentes niveles de daño. Contrariamente a los ensayos realizados a 600° C, en este caso no se aprecia un efecto claro de la profundidad de las rasgaduras sobre la vida a fatiga de las probetas.

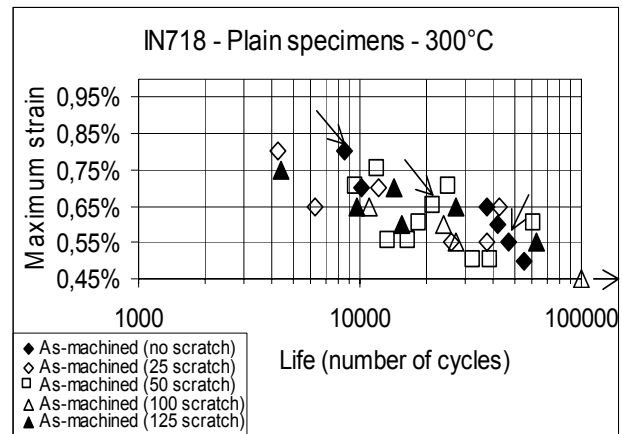


Figura 2. Relación entre la vida a fatiga y la máxima deformación en los ensayos realizados a 300° C sobre probetas en las diferentes condiciones.

Una comprobación similar a la realizada con los ensayos efectuados a 600° C revela que el efecto ejercido por las rasgaduras sobre la máxima capacidad de deformación no es uniforme. Cuando se considera una vida promedio corta (10000 ciclos), correspondiente a un elevado nivel de carga, la máxima deformación admisible es la misma para rasgaduras de 25, 50µm o para el material libre de ellas. Rasgaduras de mayor profundidad si reducen el valor de la máxima deformación admisible aunque muy ligeramente (apenas un 15%). Por el contrario, para vidas más largas, esto es menores cargas aplicadas, se aprecia un cierto efecto negativo de las rasgaduras desde que éstas poseen la mínima profundidad estudiada (25µm), representando un 23% para las de 50µm y no variando para mayores profundidades.

Tabla 1. Porcentaje de probetas cuya rotura se originó en un punto ajeno a las rasgaduras.

25µ	50µ	100µ	125µ
50	50	0	28.5

La observación en el microscopio electrónico de barrido de las superficies de fractura de estas probetas reveló que el origen del fallo se encontraba en todas ellas en

los ángulos redondeados de las mismas. El empleo de mayores aumentos y el análisis mediante espectrometría por dispersión de energía de rayos X permitió identificar las partículas situadas en esta zona de inicio del fallo, y asociadas al mismo. La mayoría de éstas corresponden a carburos de niobio, carburos de titanio y niobio y, en mucha menor proporción, unas partículas con un alto porcentaje de hierro y otros menores de cromo, níquel y niobio en su composición identificadas como fases de Laves. Este hecho proporcionó una primera explicación razonable al fallo por esta zona pues una concentración puntual de partículas podía promover el mismo. Sin embargo, el estudio metalográfico de las probetas en los microscopios óptico y electrónico de barrido condujo a rechazar esta hipótesis al detectarse que la distribución de los carburos era homogénea a lo largo del material sin que se llegara a apreciar una concentración mayor en las zonas de inicio de la rotura. Tampoco la presencia de las fases de Laves, en número muy reducido parece justificar el fallo [7]. No obstante, en este punto se debe señalar que la norma AMS 5662L establece de forma categórica que el material debe hallarse totalmente libre de fases de Laves por lo que la calidad del mismo no es la adecuada conforme a dicha norma [8]. El riesgo de formación de estas fases en el curso de la operación a elevada temperatura de esta aleación es una de las razones que limitan la máxima temperatura de trabajo de los componentes fabricados con ella. Sin embargo, la posibilidad de que se hayan generado en el curso de los ensayos efectuados a 300° C resulta absolutamente ilógica.

Rechazada esta primera hipótesis se buscó alguna otra que pudiera ofrecer una explicación plausible. Con este fin se comprobó el alineamiento de la máquina utilizada en los ensayos puesto que en el caso de que las probetas hubieran sido ensayadas desalineadas las tensiones de flexión generadas hubieran podido acelerar el fallo. La comprobación efectuada demostró que el alineamiento de la máquina era correcto, cumpliendo las exigencias establecidas en la norma ASTM E1012 [9], por lo que esta hipótesis tampoco justifica los resultados obtenidos.

El hecho de que la rotura de las probetas ensayadas a 600° C se originara siempre a partir de las rasgaduras llevó a considerar la posibilidad de que las tensiones residuales dejadas por el proceso de fabricación de los discos y las probetas fuera responsable del diferente comportamiento en unas y otras condiciones. En tanto que a 600° C las tensiones podían aliviarse en el curso de los ensayos de fatiga, la temperatura de 300° C no sería suficientemente alta para completar esta acción. Es evidente que antes de aceptar esta hipótesis como válida debe ser debidamente ratificada.

Se procedió a la medida de las tensiones residuales en los discos utilizados para la extracción de las probetas mediante difracción de rayos X. Esta medida reveló la existencia de unas elevadas tensiones de tracción (del orden de 800MPa) en la dirección radial, aquélla en la

que se extrajeron las probetas. Este valor es del orden del límite elástico de la aleación a 650° C [8] por lo que debe ser tenido muy en cuenta a la hora de valorar las prestaciones frente a la fatiga que ofrece el material a 300 y 600° C. La superposición de esta tensión residual y la que se produce por la aplicación de los ciclos de deformación conducen a un valor total que es muy alto, pudiendo acelerar el fallo.

Esta medida de las tensiones residuales del disco indica claramente que el material de los discos de los cuales se extrajeron las probetas presenta unas elevadas tensiones de tracción pero por sí sólo no basta para justificar el diferente comportamiento a una y otra temperatura. Por ello se realizaron unas nuevas medidas de las tensiones residuales, esta vez sobre las probetas, tras el ensayo, en una zona suficientemente alejada de la rotura para evitar que el posible alivio de las tensiones provocado por la misma pudiera alterar el nivel de tensiones existente durante el ensayo, conduciendo a valorar erróneamente dichas tensiones. Las medidas efectuadas también por medio de difracción de rayos X sobre varias probetas ensayadas a 300° C, reveló la existencia aún de un alto nivel de tensiones de tracción, ligeramente inferior al medido sobre el material de partida.

Sin embargo, la medida realizada por el mismo método sobre las probetas que fueron ensayadas a 600° C apunta en el sentido de que la prolongada permanencia a esta temperatura condujo a un alivio de las mismas. A la vista de estos resultados la hipótesis que atribuye el diferente comportamiento a estas tensiones residuales se ve notablemente reforzada. Resta únicamente encontrar una explicación razonable al hecho de que los fallos no se localicen en el fondo de las rasgaduras donde existe una concentración de tensiones. Desgraciadamente no fue posible efectuar una medida de la tensión residual existente en ese punto, ni antes ni tras el ensayo por las dificultades de acceso que presenta. No obstante, en el posterior estudio metalográfico se pudo constatar que su extremo no era tan agudo como se suponía sino que se hallaba bastante redondeado. Esto supone una reducción del factor de concentración de tensiones.

Por otra parte, la medida de las tensiones residuales en capas más interiores a la periferia reveló que éstas se hacían nulas o incluso pasaban a ser de compresión para profundidades del orden de 30µm, es decir menor que la profundidad de muchas rasgaduras. En consecuencia, en el fondo de las rasgaduras pueden existir tensiones de compresión o, en el peor de los casos, unas de tracción sensiblemente inferiores a las medidas en la superficie de los discos. A la vista de estos hechos se consideró que la entalla provocaba un alivio de las altas tensiones residuales de tracción del mecanizado [7]. Seguidamente se ofrece una explicación al diferente comportamiento del material a una y otra temperatura.

Se debe recalcar que, como se ha indicado previamente, las probetas de fatiga se extrajeron directamente de los discos manteniéndose en dos de sus caras el mecanizado original. Eso supone que en los ensayos se valorará el

comportamiento a fatiga del material en su condición real y los resultados obtenidos podrán ser extrapolados a los discos. Por el contrario, en el supuesto de haber utilizado, como es habitual en muchos ensayos de fatiga, probetas con un mecanizado fino o, incluso, pulidas a espejo, no se hubiera conseguido valorar correctamente las prestaciones reales en servicio de los discos. Éste es un aspecto que debe ser recalcado en su justa medida a la hora de efectuar la valoración del comportamiento frente a la fatiga de un componente real.

El mecanizado de los discos, y de las probetas, se ha efectuado utilizando un proceso convencional, sin cuidar en exceso que el acabado fuera suficientemente fino, con una herramienta de carburo y velocidad de avance bastante elevada. Por otra parte, tampoco se comprobó el estado en que se encontraba la herramienta utilizada en este trabajo, que pudiera hallarse desgastada o haber sufrido desconchamientos. A consecuencia de todo ello se han generado unas tensiones de tracción importantes que, al sumarse a las propias del ensayo, han disminuido la vida a fatiga de las probetas.

En los ensayos efectuados a 300° C estas tensiones de mecanizado apenas han experimentado un alivio por lo que siguen presente con un nivel elevado a lo largo de la superficie de las probetas, promoviendo su fallo en los ensayos de fatiga. Los extremos de las rasgaduras se sitúan en una zona donde las tensiones de tracción son sensiblemente menores o, incluso, existen tensiones de compresión. Desgraciadamente, este punto no ha podido ser confirmado mediante medidas directas de tensiones residuales en el extremo de las rasgaduras pero si se ha podido comprobar en las efectuadas sobre los discos que tras una zona periférica, de pocas micras, que presenta fuertes tensiones residuales de tracción estas disminuyen notablemente pasando a ser de compresión a unas 30µm de profundidad. Como consecuencia de ello la suma de las tensiones aplicadas en el ensayo y de las residuales del proceso de mecanizado en esta zona son inferiores a las existentes en la superficie de las probetas, lo que conduce a que el origen del fallo, que se produce en el punto más fuertemente solicitado, se sitúe en uno ajeno a las rasgaduras.

El posible efecto de concentración de tensiones que se produce en el fondo de las rasgaduras por efecto de las mismas se reduce bastante con respecto a lo esperado al hallarse su extremo bastante redondeado. Este aspecto ha podido ser comprobado en el examen metalográfico de secciones transversales a las rasgaduras en aquellas probetas que han fallado por otra zona. Debido a ello la vida a fatiga se verá mucho menos influenciada que lo previsto por la presencia de las rasgaduras. Esto supone un nuevo argumento a favor de que el fallo se produzca en otra zona de las probetas, como efectivamente ocurre.

El mantenimiento prolongado a 600° C en el curso de

los ensayos realizados a esta temperatura promueve un alivio de las tensiones de mecanizado, hipótesis que se ve ratificada por las medidas de las tensiones residuales realizadas sobre las probetas en zonas suficientemente alejadas de la rotura para que no se haya producido su alivio como consecuencia del fallo, lo que conduciría a una valoración errónea.

Esta observación parece proporcionar un argumento a favor de que las tensiones de mecanizado no juegan un papel importante en la vida de aquellos componentes que operan a temperatura elevada, al verse aliviadas en servicio. Ello pudiera llevar a menospreciar el efecto de dichas tensiones. Sin embargo, no se puede olvidar que algunas partes de los discos operan a temperaturas más bajas, por lo que no experimentan este alivio térmico de las tensiones. Por este motivo, se recomienda efectuar un mecanizado más cuidadoso de los discos, lo que conducirá a que las tensiones residuales que se puedan generar en su superficie sean más bajas.

Este alivio de tensiones que se produce a 600° C, y que puede tener un efecto positivo sobre las prestaciones a fatiga del material en estado bruto de mecanizado, constituye un inconveniente cuando se intenta mejorar la vida a fatiga de los componentes mediante la aplicación de tratamientos superficiales que induzcan la aparición de tensiones residuales de compresión. La permanencia prolongada a alta temperatura, favorable en el caso del material en estado bruto de mecanizado al aliviar las tensiones de tracción, puede tornarse negativa cuando se ha aplicado alguno de estos tratamientos superficiales para generar tensiones de compresión, puesto que puede provocar una disminución o, incluso, la desaparición de las mismas. En un trabajo posterior se analizará el efecto que ejerce la aplicación de los tratamientos superficiales sobre las prestaciones a fatiga de la aleación 718 a las dos temperaturas (300 y 600° C) y el posible alivio de las tensiones en los ensayos de fatiga realizados a la temperatura más alta. En este punto tan sólo se comenta la posibilidad de alivio de las tensiones residuales de compresión con la consiguiente repercusión negativa sobre la vida a fatiga de los componentes así tratados.

4. CONCLUSIONES

- a. Se ha caracterizado el comportamiento a fatiga a dos temperaturas de un disco de un motor de aviación fabricado con una aleación IN718 a dos temperaturas y con diferentes niveles de daño.
- b. La utilización de probetas de fatiga que en dos de sus caras mantienen el mecanizado original garantiza que los resultados obtenidos podrán ser extrapolados a la valoración de la vida a fatiga de los discos. Por el contrario, el uso de probetas con un mecanizado fino o pulidas a espejo, no representa la situación real de los

- mismos y puede conducir a unas conclusiones erróneas.
- c. Se han introducido en una de las caras de las probetas rasgaduras de diferente profundidad (25, 50, 100 y 125 μ m) y comparado la vida a fatiga de las probetas con estos niveles de daño con la que ofrece el material libre de él.
- d. En los ensayos efectuados a 600° C se observa el esperado efecto negativo de las rasgaduras sobre la vida a fatiga, con una disminución de ésta conforme la profundidad de aquéllas se incrementa.
- e. Por el contrario, en los ensayos realizados a 300° C el comportamiento a fatiga del material no parece verse influenciado por la presencia de estas rasgaduras. La identificación de los orígenes del fallo de las probetas ensayadas a esta temperatura, en unos puntos sensiblemente alejados de las rasgaduras proporciona una justificación a la observada falta de efecto de las mismas.
- f. La medida de las tensiones residuales tanto en el disco de partida como sobre las probetas de fatiga ensayadas a 300 y 600° C ofrece una explicación al diferente efecto observado de las rasgaduras a una y otra temperatura.
- g. El mecanizado por un proceso convencional del disco de partida y de las probetas induce la aparición de tensiones residuales de tracción, muy elevadas, que apenas se ven aliviadas en el curso de los ensayos a 300° C. Debido a ello, la suma de estas tensiones residuales de tracción y de las aplicadas en servicio acelerará el fallo por fatiga.
- h. El extremo de las rasgaduras se sitúa en una zona donde las tensiones de tracción medidas son sensiblemente más bajas o, incluso, pasan a ser de compresión. Por ello, la suma de las tensiones aplicadas y residuales en este punto será menor que la existente en la superficie de las probetas. Como consecuencia, la rotura se iniciará en esta última zona y no se apreciará ningún efecto de las rasgaduras sobre la vida a fatiga.
- i. La permanencia prolongada a 600° C provoca un alivio de las tensiones de tracción con la consiguiente repercusión favorable sobre la vida a fatiga que ello supone. En ese estado la suma de las tensiones en la superficie de las probetas será inferior a la existente en el fondo de las rasgaduras, iniciándose el fallo en esta última zona.
- j. Se recomienda efectuar un mecanizado más cuidadoso de los discos, evitando o, al menos, limitando la aparición de tensiones residuales de tracción, lo que repercutirá favorablemente sobre su vida a fatiga.

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo se ha realizado dentro del marco del proyecto Brite – Euram BE 95- 1612 liderado por Rolls - Royce y en el cual también participaron, Rolls Royce Deutschland, Snecma, Turbomeca, MTU, QuinetiQ y la Universidad de Cranfield, financiado parcialmente por la Comisión Europea. Los autores desean también agradecer al Ministerio de Ciencia y Tecnología la ayuda recibida a través del programa MAT 97 – 1644-CE.

REFERENCIAS

- [1] Corran R. S. J. *Complex cycles in aeroengines*. Anales de Mecánica de la Fractura. (1999) Vol. 16 1-7.
- [2] F. A. A. Aircraft catastrophic failure prevention program: Statement of work. (1996).
- [3] Claudio R. A., Branco C. M., Gomes E. C., Byrne J. Harrison G. F. y Winstone M. R. *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.* (2004), 27, 849-860.
- [4] Optimum surface condition for fatigue sensitive components operating at elevated temperature. OPSURCON Proyecto Brite – Euram BE95 – 1612.
- [5] Atxaga G., Erauzkin E. e Irisarri A. M. *Análisis microestructural de dos superaleaciones base níquel moldeadas*. 1ª Jornada de Metalografía (2000) 175-187.
- [6] PrEN 3998. Aerospace series. Test methods for metallic materials. Constant amplitude strain controlled low cycle fatigue testing (1995).
- [7] Irisarri A. M. *Efecto de las tensiones residuales sobre las prestaciones de diversos componentes*. Anales de Mecánica de la Fractura (2006) Vol. 23, 245 -250.
- [8] Aerospace Material Specification AMS 5662L. *Nickel alloy, corrosion and heat resistant bar, forgings and rings, 52.5 Ni, 19 Cr, 3.0 Mo, 5.1 Cb, 0.90 Ti, 0.50 Al 18 Fe. Consumable electrode for vacuum induction melted. 968° C solution heat treated, precipitation hardenable UNS N07718*, Jul. (2005).
- [9] ASTM E1012 Standard Practice for the verification of alignment under tensile testing. ASTM Annual book of standards.

PREDICCIÓN DEL RIESGO DE AGRIETAMIENTO DE LAS UNIONES SOLDADAS DE LAS ALEACIONES BASE NÍQUEL.

L. M. Plaza, I. Eizaguirre, J. L. Barreda, X. Azpiroz, C. Jiménez, A. M. Irisarri

INASMET – Tecnalia. Mikeletegi Pasealekua 2. 20009 SAN SEBASTIÁN
airisar@inasmets.es

RESUMEN

La soldadura de las superaleaciones base níquel endurecibles por precipitación presenta un serio riesgo debido a la posible aparición de agrietamientos o de una considerable pérdida de resistencia con respecto a la que ofrece la aleación base. Por este motivo, la formulación de un método de valoración previo de este riesgo con la suficiente fiabilidad constituye un paso importante para efectuar una selección correcta de la aleación a emplear para un componente concreto. En el presente trabajo se han analizado los diferentes métodos de valoración, comparándolos con los resultados experimentales. Se han encontrado apreciables contradicciones entre las predicciones y la experiencia que obligan a continuar en la labor de desarrollar un nuevo método capaz de superar las mismas, e incluir la totalidad de las variables que juegan un papel importante a la hora de obtener una junta libre de defectos.

ABSTRACT

Welding of precipitation hardened nickel base superalloys presents a serious risk of cracking or loss of resistance when compared with the parent material. Consequently, finding of one method allowing a reliable evaluation of this risk constitutes an important step ahead to carry out a correct selection of the best alloy to be used to manufacture a part. Present paper analyses different methods proposed for this labour and predictions are compared with experimental results. Significant contradictions between those prediction and experience have been found pointing to the necessity to continue the labour to develop a new method that could overcome them and include the influence of all the variables that play an important role to obtain a defect free joining.

PALABRAS CLAVE: Aleación base níquel, Uniones soldadas, Agrietamiento

1. INTRODUCCIÓN

Se ha señalado que el níquel y sus aleaciones pueden ser unidos por una gran variedad de procesos [1]. Sin embargo, esta afirmación debe ser matizada en sus justos términos. Este comentario es acertado en el caso de las aleaciones que constituyen soluciones sólidas, más dúctiles, que pueden ser soldadas sin necesidad de aplicar ningún precalentamiento previo o tratamiento térmico post-soldadura y el control de la temperatura entre pasadas no resulta un factor crítico. Sin embargo, las aleaciones endurecibles por precipitación presentan dificultades en este proceso. Además de poder sufrir una pérdida de resistencia, consecuencia de la disolución o el excesivo crecimiento de las partículas presentes en la zona afectada, estas aleaciones presentan el riesgo de sufrir agrietamientos por dos mecanismos diferentes: el denominado en inglés “strain ageing” (deformación del envejecimiento) y el asociado a la licuación de algunas fases, conocido como agrietamiento por licuación [2].

El primero de estos mecanismos se origina en el curso de los calentamientos o enfriamientos que se aplican a la unión soldada en el intervalo de temperaturas en que se produce la precipitación de las partículas de segunda

fase, viéndose favorecido por la existencia de tensiones residuales o aplicadas sobre la junta, sobre todo si ésta se halla embridada lo que dificulta la acomodación de las deformaciones que pudieran producirse al formarse dichas partículas. Esto sucede cuando tras la soldadura se aplica un tratamiento térmico de solubilización y envejecimiento con vistas a dotar a la junta de unas propiedades similares a las que posee la aleación base, recobrando la resistencia perdida por la disolución o el excesivo crecimiento de las partículas antes citados. El no aplicar este tratamiento además de la contrapartida de no poder recuperar la resistencia mecánica, no garantiza totalmente que la unión no sufra la aparición de estos agrietamientos ya que también pueden producirse en el propio proceso de soldadura.

Contrariamente al anterior, que suele generarse en el metal de soldadura, el agrietamiento por licuación se produce en la zona afectada como consecuencia de las contracciones térmicas que sufre el material durante el enfriamiento, mientras aún existe una cierta cantidad de metal líquido en dicha zona. El agrietamiento se asocia con la existencia de constituyentes de bajo punto de fusión como las fases de Laves [3]. La susceptibilidad del material a sufrir este agrietamiento se ve favorecida por la presencia de aquellos elementos que promuevan

la formación de estas fases, jugando, el hierro un papel muy importante. No obstante, existen otros factores que también influyen sobre este riesgo como son el tamaño de grano o el estado de tratamiento térmico o el aumento de los porcentajes de niobio o titanio o molibdeno de la aleación [4]. El riesgo de que una unión soldada pueda sufrir un agrietamiento por este mecanismo es menor que el debido al agrietamiento por la deformación del envejecimiento, antes mencionado, y en el cual se centra este trabajo.

2. MECANISMO DE AGRIETAMIENTO POR DEFORMACIÓN DEL ENVEJECIMIENTO (STRAIN-AGEING)

Antes de pasar a describir los diferentes métodos que han sido propuestos para la valoración del riesgo de agrietamiento por este mecanismo resulta conveniente ofrecer una exposición más detallada de cómo opera el mismo. Este mecanismo se conoce como agrietamiento por la deformación del envejecimiento debido a que se produce en las uniones, con una dilatación fuertemente restringida, cuando la precipitación de las partículas de segunda fase a partir de los elementos que se hallaban en solución sólida en el níquel, provoca la aparición de deformaciones que se transmiten a las juntas de grano y al no poder ser acomodadas por el material se produce la aparición de los agrietamientos [5]. En el momento de la precipitación se generan tensiones de tracción y, dado que la ductilidad de la aleación en ese instante se reduce hasta unos niveles muy bajos, la aparición de grietas es muy probable. Si la junta presenta tensiones residuales o se encuentra fuertemente embridada, lo que dificulta aún más el poder acomodar las deformaciones, el problema se agrava.

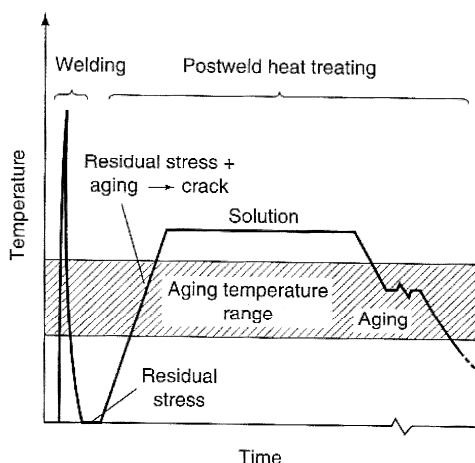


Figura 1. Ciclo térmico y zona de riesgo de aparición de agrietamientos por deformación del envejecimiento según [6]

La figura 1, obtenida de la referencia bibliográfica [6] muestra de una forma esquemática el ciclo térmico del proceso de soldadura y tratamiento térmico posterior. Se señala con un sombreado el intervalo de temperaturas

(590–800° C) en el cual existe riesgo de que aparezcan los agrietamientos. En esta figura se aprecia claramente que, como se ha comentado previamente, el no aplicar un tratamiento post-soldadura no garantiza que no se produzcan agrietamientos pues en el propio proceso de soldadura se atraviesa la región crítica.

La gravedad de este mecanismo de fallo debe valorarse en su justa medida ya que puede conducir a la aparición de roturas catastróficas. Dado que se halla asociado con la precipitación de las partículas de segunda fase cuanto más fácil e intensa sea ésta será mayor el riesgo de que aparezcan agrietamientos. Éste es un hecho conocido desde hace bastantes años, se asoció con la presencia en la composición de la aleación de los dos elementos que promueven la formación de la fase γ' ; aluminio y titanio [7].

No es preciso insistir en la importancia que reviste el encontrar un método que sea capaz de clasificar las aleaciones base níquel en función de su susceptibilidad de sufrir este tipo de agrietamientos. Ello permitirá tanto una selección juiciosa de la aleación y las condiciones óptimas para un uso concreto como desarrollar otras nuevas. En el siguiente apartado se analizan diversos métodos que se han propuesto con este fin y comparan sus predicciones con la experiencia.

3. MÉTODOS DE VALORACIÓN DEL RIESGO DE AGRIETAMIENTO.

Los primeros estudios realizados en este campo datan del comienzo de los años 60 del siglo pasado y se basan en los resultados de los ensayos del denominado “parche circular”. Sin entrar en detalles acerca de este ensayo se debe señalar que consiste en insertar un disco, fabricado en la aleación objeto de estudio, de unas dimensiones dadas, en el interior del agujero ligeramente más grande, practicado en una chapa de la misma aleación y espesor. Los bordes interior de la chapa y exterior del disco se preparan de forma que se pueda realizar una soldadura a tope o con un chaflán en V. Las dos piezas se embridan en la forma establecida y se procede a la soldadura en unas condiciones que sean en lo posible lo más similares a las que se utilizarán posteriormente en el proceso de unión o reparación.

Este método cuenta con la ventaja de basarse en la obtención de una junta soldada real y demuestra si una aleación concreta se puede soldar sin problemas o puede sufrir agrietamientos. No obstante, como contrapartida presenta algunas desventajas. En primer lugar, requiere un gasto importante en material, generalmente muy caro, y horas de personal. Por otro lado, el ensayo contempla muchas variables que resultan difíciles de controlar por lo que sólo es fielmente reproducible si el proceso se halla automatizado. Ya los primeros ensayos realizados por este método permitieron comprobar que el nivel de embridamiento del ensayo era suficiente para provocar

la aparición de agrietamientos en la reparación simulada de una superaleación Rene 41 pero no en la soldadura original [9]. Esta falta de reproducibilidad pone en duda la validez del ensayo para valorar el riesgo de rotura y no permite establecer una clasificación de las aleaciones en función del mismo.

No obstante, a partir de resultados experimentales de este tipo se propuso un diagrama que permitía valorar la soldabilidad de las superaleaciones base níquel. Para ello se representa en el eje de abscisas el porcentaje de titanio de la aleación y el de aluminio en ordenadas. Se traza una línea que une los puntos correspondientes al 6% atómico de estos elementos. Las aleaciones cuyos contenidos en aluminio y titanio sitúen su composición por encima de esta línea presentarán problemas en el proceso de soldadura. Sin embargo, si los porcentajes de estos dos elementos son tales que la composición de la aleación se sitúa por debajo de la frontera trazada por la citada línea se podrá efectuar la unión sin que aparezcan agrietamientos [7]. Más recientemente, se ha modificado ligeramente el criterio de aceptación o rechazo situando la nueva frontera en la línea que une los puntos que corresponden a los porcentajes en peso del 3% y 6% de aluminio y titanio, respectivamente [10].

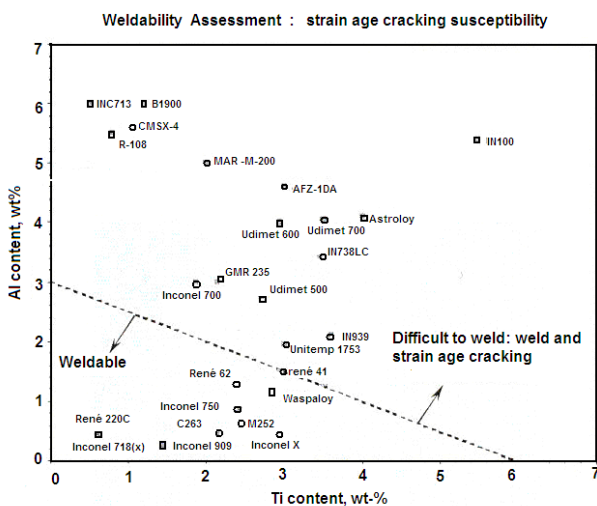


Figura 2. Diagrama de valoración de la susceptibilidad al agrietamiento por la deformación del envejecimiento según [10].

La figura 2 presenta este diagrama para la valoración del riesgo de aparición de agrietamientos por el mecanismo de deformación del envejecimiento, habiéndose incluido en el mismo algunas superaleaciones más ampliamente utilizadas.

Este diagrama, y otros métodos que se expondrán más adelante, apuntan claramente en el sentido de que si los contenidos en aluminio y titanio de la aleación son bajos la probabilidad de obtener una junta sana se eleva. Sin embargo, estos elementos son los responsables de la formación de las partículas de segunda fase, que dotan al material de resistencia mecánica a alta temperatura y mejoran su comportamiento frente a la fluencia por lo

que su adición resulta absolutamente necesaria para lograr estas propiedades. Posteriormente se discuten con mayor detalle las formas de solventar este problema.

Otra forma de valorar el riesgo de agrietamiento es mediante las denominadas curvas de susceptibilidad al agrietamiento. En estas curvas, muy similares a las TTT de los aceros, se trazan representando el tiempo en que se inicia el agrietamiento frente a la temperatura. Si el enfriamiento del material se realiza lo suficientemente rápido, sin cortar la curva de inicio del agrietamiento, no deberán de aparecer grietas en la junta. Por el contrario, si las condiciones de enfriamiento suponen el rebasar la curva de inicio del agrietamiento la aparición de éstos en la junta será muy probable. En el caso de prever que se dará una situación de este tipo se deberá optar por una aleación que presenta una curva situada más a la derecha, esto es, que el tiempo necesario para que se produzca el agrietamiento sea más largo. Las aleaciones endurecidas por la fase γ'' , formada mediante la adición de un elevado porcentaje de niobio a su composición, se encuentran en esta situación y se recomienda su uso en aquellas circunstancias en que se prevea que pueden surgir problemas durante la soldadura. No obstante, en algún trabajo publicado recientemente [8] se señala que estas aleaciones son también susceptibles de sufrir este tipo de agrietamientos. Al discutir la precisión de los distintos métodos se tratará más ampliamente este punto.

Un método, totalmente diferente a los anteriores, se basa en el empleo de un equipo Gleeble, capaz de aplicar diferentes ciclos térmicos y deformaciones mecánicas, simulando la situación que se produce en el proceso de soldadura. Sin embargo, este método presenta dos serios inconvenientes. Por un lado, el coste del equipo supone una inversión muy importante a la que hacer frente para poder usarlo. Por otro, los ensayos realizados con este equipo difícilmente reproducen fielmente la historia termomecánica de la junta. Se ha indicado que en la mayoría de los casos no simulan de forma adecuada la generación de las tensiones residuales de la unión y, cuando intenta solventar esta deficiencia, imponiendo unas tensiones en el enfriamiento desde la temperatura pico no se permite su relajación en el tratamiento post-soldadura [11]. Se han propuesto diferentes variantes del método para superar esta limitación, pero el coste del equipo sigue constituyendo un freno para su uso.

En un trabajo recientemente publicado se ha establecido una clasificación de las aleaciones base níquel forjadas [8]. Esta labor se basó en los resultados obtenidos en los ensayos realizados utilizando el procedimiento conocido con el nombre de ensayo de velocidad de calentamiento controlada. Este método de ensayo es bastante antiguo pues data de los años 60 [12] pero constituye un método simple y barato de caracterización. En esencia consiste en calentar la probeta a una velocidad que reproduzca las condiciones de soldadura hasta la temperatura deseada y efectuar

inmediatamente que se alcanza ésta un ensayo de tracción, sin mantener la probeta durante un tiempo para que se homogenice la temperatura, como se realiza en los ensayos de tracción convencionales. Se registra el alargamiento a la rotura que experimenta la probeta en el ensayo. La realización de estos ensayos a diferentes temperaturas permite determinar la ductilidad mínima del material, que se considera una medida de la susceptibilidad al agrietamiento del mismo. Se puede, por tanto, establecer una clasificación de las distintas aleaciones en base a este parámetro.

4. COMPARACIÓN DE LAS PREDICCIONES DE LOS DISTINTOS MÉTODOS CON LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES.

Ya se ha recalado previamente la necesidad de lograr una valoración correcta y fiable del riesgo de aparición de agrietamientos en una unión soldada para evitar que éstos se produzcan en el curso de la soldadura o de la reparación del componente, permitiendo una selección correcta de la aleación y del proceso. Se debe tener en cuenta que estos agrietamientos se pueden generar no sólo cuando se realiza una soldadura entre dos partes del mismo material sino también en las reparaciones que se efectúan para recuperar los componentes moldeados, que presentan defectos que conducen a que su geometría de origen no se ajuste a la exigida, o de aquellos otros que han sufrido un desgaste en servicio y es preciso que recobren las dimensiones perdidas y prolongar su vida en servicio. Seguidamente se comparan las predicciones que ofrecen los diversos métodos de valoración del riesgo de agrietamiento propuestos con los resultados obtenidos en uniones reales.

Un punto en el que existe práctica total unanimidad es en el incremento del riesgo de agrietamiento que supone la presencia de titanio y, sobre todo, de aluminio en la composición de la aleación. Ya se ha comentado con anterioridad que uno de los métodos de valoración más ampliamente aceptados establece la frontera entre las superaleaciones soldables y no soldables en la línea que une los puntos de los porcentajes en peso del 6% y el 3% de titanio y aluminio, respectivamente. Se puede observar en la figura 2 que reproduce dicha gráfica, que los porcentajes de aluminio y titanio de la aleación Rene 41 la sitúan justamente en la frontera entre las soldables y no soldables. Ello implica que es necesario ejercer un estricto control del tamaño de grano del material y del tratamiento térmico post-soldadura para evitar que se produzcan agrietamientos. El uso de procesos de unión de alta energía (láser, haz de electrones) reduce el riesgo de agrietamiento durante el proceso de soldadura [13].

La superaleación IN713LC, ampliamente utilizada en la fabricación de álabes de turbina, posee un alto contenido en peso de aluminio, en torno al 6% en peso, cantidad claramente superior al máximo admisible de acuerdo con el citado diagrama para poder ser calificada como soldable. De hecho, la gran mayoría de los

métodos de reparación propuestos han conducido a un fracaso. Sin embargo, recientemente se ha presentado una patente que contempla la reparación del desgaste sufrido por estos álabes mediante el uso de láser y polvo de la aleación [14]. Otras aleaciones como IN738 e IN939 que también se hallan fuera del campo en el cual se consideran soldables han sido reparadas por soldadura por fricción [15]. Ello supone que si bien los porcentajes de aluminio y titanio juegan un papel importante a la hora de definir la soldabilidad de una aleación pero no decisivo puesto que hay que tener en cuenta también otras variables.

Estos resultados apuntan claramente a que es la cinética de la precipitación de la fase γ' la que condiciona la aparición o no del agrietamiento. En un trabajo en el que se ha efectuado una modelización de la precipitación de la fase γ' se ha señalado que basta la ligera diferencia de composición que existe entre las aleaciones Waspalloy y Rene 41 para que esta última, en la cual la precipitación se produce más rápidamente sea más susceptible al agrietamiento [16]. No obstante, se debe recalcar que en el proceso de precipitación además de la composición intervienen otras variables (mantenimiento más o menos prolongado en el margen de temperaturas en que se produce la precipitación, velocidad de calentamiento del material a través de dicho margen) que condicionan la aparición de los agrietamientos. Es preciso incorporar estas variables a los métodos de valoración para obtener una predicción precisa y fiable del mismo.

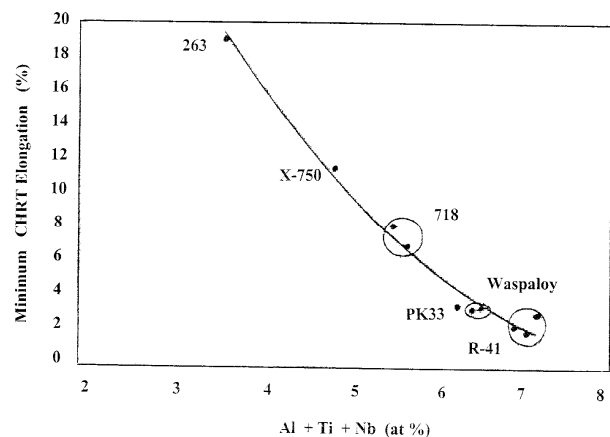


Figura 3. Relación entre la suma de los contenidos de aluminio, titanio y niobio y la ductilidad de la aleación según [8].

Ya se ha comentado previamente que la realización de ensayos con velocidad de calentamiento controlada constituye un método simple y económico de obtener una valoración del riesgo de aparición de agrietamientos en las uniones soldadas. Sin embargo, el empleo de este método ha conducido a unos resultados que se pueden calificar de contradictorios respecto a los obtenidos por

los restantes métodos de evaluación. Como muestra la figura 3 se ha obtenido una relación inversa entre la suma de los contenidos, en porcentajes atómicos, de aluminio, titanio y niobio y la ductilidad de la aleación, considerando como tal el valor mínimo del alargamiento a la rotura registrado en estos ensayos con velocidad controlada de calentamiento. En la figura 3, extraída de la referencia bibliográfica [8] se muestra esta relación.

La predicción obtenida por este método contrasta con la de los anteriores pues incluye, además de los efectos del aluminio y del titanio, el del niobio no tenido en cuenta en aquéllos. Esto lleva a considerar que la aleación 718, que aparecía como prácticamente inmune, considerando los bajos porcentajes de aluminio y titanio que posee en su composición, presente ahora un riesgo apreciable de agrietamiento, por razón de su elevado contenido en niobio. Ante esta discrepancia se hace necesario efectuar un análisis cuidadoso de los resultados experimentales que sirvieron de base para la obtención de esta gráfica.

En la publicación se señala que la precipitación de la fase γ'' , principal agente endurecedor de esta aleación es lenta pero que en los ensayos se registra un incremento del valor del límite elástico que debe estar asociado a la precipitación de esta fase γ'' , de la fase γ' o de ambas de forma simultánea. Sorprende que este endurecimiento se observe a temperaturas superiores a 750°C cuando en los ensayos de tracción convencionales se produce una sensible disminución de resistencia en esas condiciones del material que ha sido solubilizado y envejecido en las condiciones habituales. La discrepancia puede atribuirse al diferente estado en que se encuentra el material que se ensayó en uno y otro caso. No obstante, los resultados de los ensayos de tracción convencionales efectuados a esas mismas temperaturas, sobre material solubilizado y envejecido exhiben una acusada merma de la ductilidad [17] que se halla en consonancia con la registrada en los ensayos de calentamiento controlado. Por este motivo, no parece lógico pensar que las discrepancias tengan su origen en una medida errónea del alargamiento en estos ensayos de tracción sino que puede deberse a que el método propuesto no conduce a una valoración correcta del riesgo de agrietamiento.

Pese a esta comprobada merma de ductilidad observada en los ensayos realizados, ésta no parece constituir una causa suficiente para provocar un agrietamiento en las uniones soldadas y reparaciones de la aleación 718. De hecho, en un trabajo anterior se comprobó la posibilidad de obtener una unión soldada por fricción rotativa o una refusión por el proceso de haz de electrones sin que se apreciara ningún agrietamiento de este tipo. Los únicos defectos detectados en las refusiones efectuadas por haz de electrones se identificaron como faltas de fusión, que se asociaron con la poca potencia del equipo utilizado en el estudio [18]. También una simulación del proceso de unión de esta aleación demostró que la cinética del endurecimiento de esta aleación era mucho más lenta

que la mostrada por una superaleación Waspalloy que posee unos contenidos en aluminio y titanio más altos y se endurece por la precipitación de la fase γ' [11].

En este mismo trabajo se definieron las condiciones de potencia y velocidad de soldadura en las cuales se puede obtener una unión libre de defectos de esta aleación. Como se muestra en la figura 4 cuando se suelda con baja velocidad y alta potencia pueden aparecer en la junta agrietamientos de solidificación. Por el contrario, cuando la potencia no es suficiente no se consigue una penetración total, defecto antes comentado. Tampoco es recomendable emplear de una velocidad de soldeo muy alta por el riesgo de aparición de agrietamientos por licuación. Diagramas de este tipo son ideales para fijar las condiciones de unión de una aleación concreta pero hacen tedioso el proceso de selección del material más adecuado para un uso concreto.

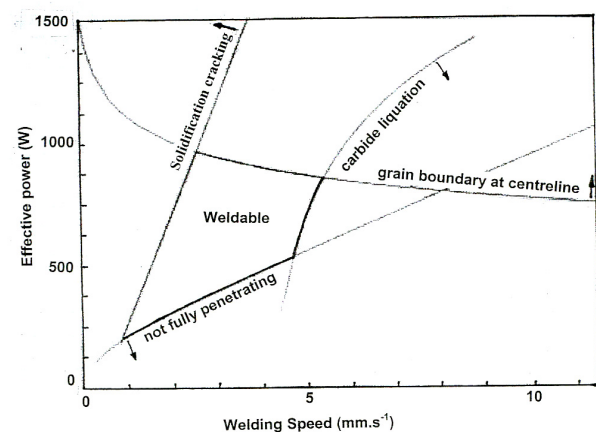


Figura 4. Diagrama de soldabilidad de una chapa de aleación 718 [11].

El análisis de los distintos métodos ha demostrado que actualmente no existe ninguno que posea la requerida fiabilidad en sus predicciones. Los existentes, empíricos, sufren la limitación de no contemplar el efecto de todas las variables que intervienen en el proceso. Resta por tanto, aún mucho trabajo por delante antes de que dicho método sea una realidad.

5. CONCLUSIONES

- a. Se han analizado diversos métodos propuestos para valorar el riesgo de que una superaleación base níquel sufra un agrietamiento por la deformación del envejecimiento en el curso de los procesos de soldadura o reparación.
- b. Se han hallado apreciables divergencias entre las predicciones que ofrecen estos métodos y los resultados experimentales o la experiencia práctica por lo que ninguno de ellos puede ser calificado como plenamente satisfactorio. Esto

- supone que resta un apreciable camino por recorrer antes de alcanzar la meta deseada.
- c. Un aumento en los porcentajes de titanio y, sobre todo, de aluminio de la aleación elevan el riesgo de que se produzcan agrietamientos. No obstante, existen otras variables que juegan un papel trascendental a la hora de conseguir o no uniones libres de defectos.
 - d. Aunque algunos autores apuntan a la existencia también de una susceptibilidad al agrietamiento por la deformación del envejecimiento de las aleaciones endurecidas por la fase γ'' , ésta es sensiblemente menor que la mostrada por las aleaciones endurecidas por la fase γ' .
 - e. La formulación de un método capaz de simular de forma precisa las condiciones de unión de las superaleaciones, analizando la influencia de las diferentes variables que intervienen en el proceso, permitirá valorar su susceptibilidad al agrietamiento y constituirá un paso importante tanto en el desarrollo de las nuevas aleaciones como para lograr una valoración juiciosa del riesgo de fallo de las actuales en dicho proceso de unión.

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo se ha realizado dentro del marco del proyecto PI-2000-14, Desarrollo de procesos avanzados de unión en superaleaciones (PAUSA) financiado por la Consejería de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco a quien los autores quieren expresar su agradecimiento.

REFERENCIAS

- [1] *Welding and brazing of nickel alloys*. Nickel, cobalt and their alloys. ASM International. Materials Park Ohio (2000) 243 -272.
- [2] Irisarri A. M. *Níquel y aleaciones de níquel*. Curso de Ingeniero Europeo de Soldadura. Tema 2.22. (2005).
- [3] Barreda J. L., Jiménez C., Azpiroz X., Eizaguirre I. e Irisarri A. M. *Análisis del comportamiento mecánico de una aleación Inco 718 soldada por diferentes procesos de soldeo*. Jornadas de Productividad de la soldadura. Cádiz (2003).
- [4] Thompson E. G. *Hot cracking studies of alloy 718 weld heat affected zone*. Weld. J. (1969) Vol. 48, N° 2, 70s – 79s.
- [5] Cam G. y Koçak M. *Progress in joining of advanced materials*. International Materials Reviews (1998) Vol. 43 N° 1, 1 – 44.
- [6] Kou S. *Precipitation hardening materials II. Nickel base alloys*. Welding Metallurgy (1987) John Wiley & Sons, 297 - 316.
- [7] Prager M. y Shira C. S. *Welding of precipitation hardening nickel base alloys*. (1968) Weld. Res. Counc. Bull. N° 128.
- [8] Rowe M. D. *Ranking the resistance of wrought superalloys to strain age cracking*. Weld. J. (2006) Vol. 86 N° 2, 27s – 34s.
- [9] Weiss S., Hughes W. P. y Macke H. J. *Welding evaluation of high temperature sheet materials by restrained patch testing*. Weld. J. (1962) Vol. 41 N°1, 17s – 22s.
- [10] Kelly T. *Investigation of elemental effects on the weldability of cast nickel based superalloys*. Advances in welding science and technology (1986), 623 – 627.
- [11] Lippold J. C. *Recent developments in weldability testing for advanced materials*. Joining of advanced and speciality materials VII. ASM International, Materials Park Ohio. (2005).
- [12] Fawley R. W., Prager M. Carlton J. B. y Sines J. *Recent studies of cracking during postwelding heat treatment of nickel base alloys*. WRC Bulletin N° 150. Welding Research Council (1970).
- [13] Cam G., dos Santos J. F., y Koçak M. *Laser and electron beam welding of superalloys. Literature review*. Documento GKSS 97/E/70 (1997).
- [14] WO/2005/032755 *Laser powder fusion repair of Z-notches with Inconel 713 powder*.(2005).
- [15] Henderson M. B., Arrell D., Heobel M., Larsson R., y Marchant G. *Nickel-based superalloys welding practices for industrial gas turbines applications*. Science and technology of welding and joining. (2004) Vol. 9 N° 1, 13-21.
- [16] Babu S. S., Khurana S. P., y Dido J. R. *Modelling of γ' phase precipitation from γ phase in nickel base superalloy toward understanding strain age cracking*. MPlus report MC-02-003 (2003)
- [17] Inconel alloy 718. Publication Number SMC-045 Special Metals Corporation (2004)
- [18] Barreda J. L., Azpiroz X., Jiménez C., Atxaga G., e Irisarri A. M. *Comportamiento a fatiga de uniones soldadas de aleación 718*. Anales de Mecánica de la Fractura (2004), Vol. 21, 409 - 414.

ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO DE MADURACIÓN ARTIFICIAL EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE UN PERFIL DE ALEACIÓN DE ALUMINIO 6063 EMPLEADO EN EL SISTEMA DE AMORTIGUACIÓN DE UN AUTOMÓVIL

A. Albístur Goñi¹, J. Pérez-Illarbe² y J. Fernández Carrasquilla³

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

¹E-mail: aranzazu.albistur@unavarra.es
Tfno: 948168471

²E-mail: janvier@teleline.es
Tfno: 948168961

³E-mail: ferca@unavarra.es
Tfno: 948169302. Fax: 948169099

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objeto el estudio del comportamiento a fractura de un perfil extruido en aleación de aluminio 6063 en dos estados de entrega diferentes. El estado T4, puesta en solución y maduración o envejecimiento natural y el estado T6, puesta en solución y maduración o envejecimiento artificial. Para la interpretación del diferente comportamiento a fractura que presenta el perfil en los dos estados de entrega, se recurre a la microscopía óptica, electrónica de barrido y electrónica de transmisión. Las propiedades mecánicas se obtienen mediante ensayos de tracción para la determinación de la resistencia máxima (R_m), límite elástico ($R_{p0.2}$) y alargamiento (A %), tanto en la dirección de extrusión como en la dirección perpendicular a la de extrusión. Para el estudio del comportamiento a fractura, se llevan a cabo ensayos de flexión por choque sobre probeta Charpy (en la dirección de extrusión y en la dirección perpendicular a la de extrusión) y ensayos para la obtención de la tenacidad de fractura (K_I). Se incluye un estudio de los micromecanismos de fractura que tienen lugar en las probetas de tracción y de tenacidad de fractura. De estos ensayos se deduce principalmente que la maduración o envejecimiento artificial procura al perfil una mejora en las propiedades de tracción, dureza, resiliencia y tenacidad de fractura.

ABSTRACT

The research described in this paper has the aim of studying the fracture behaviour of a profile extruded in 6063 aluminum alloy, that has been delivered in two different states. These are T4 state (solution-heat treatment and natural aging) and T6 state (solution-heat treatment and artificial aging). In order to figure out how the two different states of delivering have influenced on the fracture behaviour of the alloy, optical, scanning and transmission electron microscopy are employed. Mechanical properties such as tensile strength (σ_u), yield strength (σ_e) and elongation ($E\%$) are obtained through tensile tests, not only in the extrusion direction, but also in the direction which is perpendicular to it. Charpy impact resistance (in a direction which is perpendicular and parallel to the extrusion one) and fracture toughness tests (K_I) are carried out to study fracture behaviour. A study of the fracture micromechanisms that take place in tensile and fracture toughness samples is included. It can be mainly deduced from this research that artificial aging induces in the profile an improvement of the tensile, hardness and fracture properties.

PALABRAS CLAVE: Extrusión, tratamiento de maduración artificial, tenacidad a la fractura.

1. INTRODUCCIÓN

La demanda de componentes más ligeros en la industria del automóvil ha impulsado en los últimos años el uso de aleaciones de aluminio. En particular, el material sobre el que hemos llevado a cabo este estudio es un perfil extruido en aleación de aluminio 6063. Esta aleación, como muchas otras aleaciones de aluminio, presenta una buena resistencia a la corrosión, excelente

maleabilidad, soldabilidad y buenas propiedades mecánicas. El hecho de que tenga además una buena extrusionabilidad, permite una gran flexibilidad en el diseño y una disminución de los costes de fabricación [1].

La aleación de aluminio 6063 tiene como componentes principales el magnesio y el silicio. Estos dos elementos

se combinan para formar el compuesto de siliciuro de magnesio (Mg_2Si), que constituye el elemento endurecedor de la aleación. Para la formación de este compuesto con la estructura adecuada, es necesario que durante el proceso en caliente (extrusión), se logre la puesta en solución del siliciuro de magnesio. Con un enfriamiento lo suficientemente rápido, se consigue la retención sobresaturada (metaestable) del siliciuro de magnesio. Posteriormente, con un tratamiento de calentamiento a la temperatura adecuada, se logra la precipitación del Mg_2Si con la estructura óptima (agujas) para proporcionar a la aleación una resistencia a tracción elevada y un buen comportamiento a fractura [2,3].

El perfil se fabrica mediante la extrusión en prensa de un tocho obtenido por colada semicontinua. La estructura que se obtiene por este proceso no es la más propicia para la obtención de una buena extrusionabilidad y tampoco para alcanzar las mejores propiedades mecánicas obtenibles para una composición determinada.

La mejora de la extrusionabilidad y de las propiedades finales del perfil se obtiene con el tratamiento de homogeneización del tocho. Para que el perfil extruido consiga, tras el tratamiento final de maduración, las mejores características mecánicas, se necesita que el perfil alcance a la salida de la matriz una temperatura de al menos $510^\circ C$ para la puesta en solución del Mg_2Si . Para lograr que este compuesto quede en solución sobresaturada metaestable, es necesario superar una determinada velocidad de enfriamiento. La aleación de aluminio 6063 no requiere una velocidad de enfriamiento muy elevada, lo que permite obtenerla mediante enfriamiento con ventiladores. Para perfiles gruesos como es el caso del perfil estudiado (figura 1), se recurre a enfriamiento en niebla de agua.

El último proceso de la fabricación del perfil es el tratamiento de maduración artificial en el que se verifica la precipitación del compuesto de siliciuro de magnesio en finas agujas que dan al perfil sus buenas características mecánicas [4].

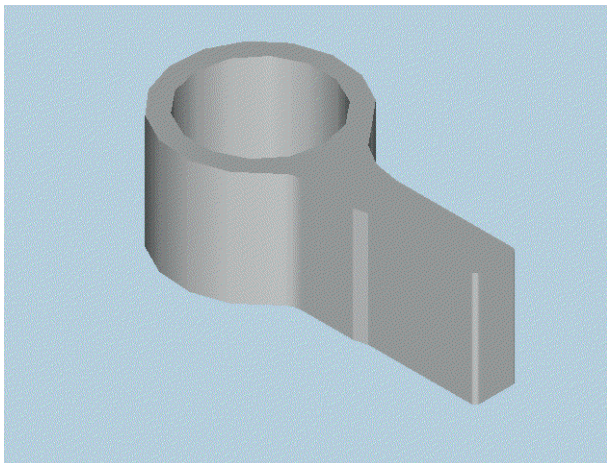


Figura 1. Perfil extruido de aleación de aluminio 6063.

Para situar el comportamiento a fractura de este material en comparación con otras aleaciones de aluminio, se ofrece el diagrama de la figura 1, en el que se observan los valores típicos críticos de tenacidad de fractura en modo I de las distintas aleaciones.

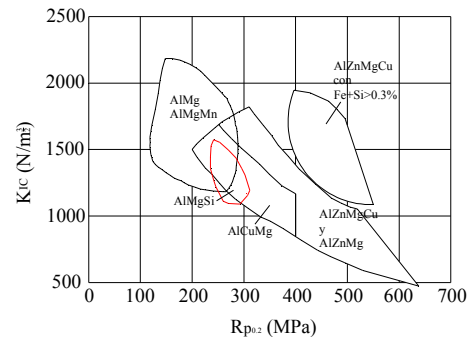


Figura 2. Niveles de tenacidad de fractura de varios tipos de aleaciones de aluminio [5].

Llevar a cabo este estudio resulta enriquecedor porque el cálculo de la tenacidad de fractura en modo I (K_{Ic}) es un parámetro interesante y necesario para valorar la respuesta de ésta aleación durante su vida en servicio como parte del sistema de amortiguación de un automóvil.

Se evalúa el comportamiento a fractura en estado T4 y en estado T6 para cuantificar la mejora obtenida por un tratamiento de envejecimiento artificial (precipitación completa) frente a la ausencia de este tratamiento y comprobar que el proceso industrial establecido contribuye a alcanzar los niveles de resistencia adecuados.

2. EXPERIMENTAL

El perfil seleccionado para este trabajo ha sido suministrado por Alcoa Extrusión Navarra. La composición química de la aleación utilizada en este experimento se resume en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química (en porcentaje en peso) de la aleación de aluminio 6063.

Fe	Si	Mg	Mn	Cu	Ti
0.20	0.43	0.44	0.052	0.019	0.013

La técnica de microscopía óptica no ofrece el nivel de definición adecuada para discernir los precipitados de siliciuro de magnesio. Para poder observar la influencia que el tratamiento de maduración artificial en la forma, tamaño y distribución de dichos precipitados, se ha empleado, tras seguir los procedimientos establecidos de preparación de muestras, la técnica de microscopía electrónica de transmisión.

Las muestras observadas empleando esta técnica y correspondientes a la aleación de aluminio 6063 en

estado T4 muestran precipitados αAlFeSi (figura 3.1), sin embargo, no se observan precipitados de siliciuro de magnesio. En las muestras de aluminio 6063 en estado T6, se siguen apreciando partículas αAlFeSi . El envejecimiento artificial ha provocado la aparición de precipitados de siliciuro de magnesio en forma de agujas.

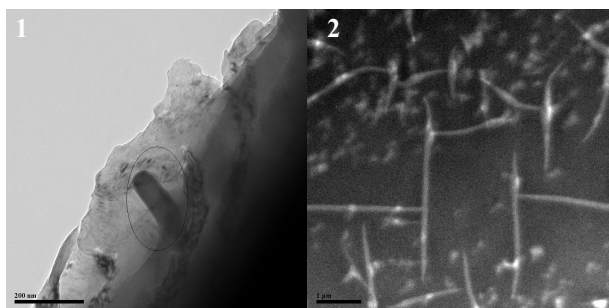


Figura 3. Imágenes de microscopía electrónica de transmisión correspondientes a la aleación de aluminio 6063: (1) en estado T4 y (2) en estado T6.

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo, tanto en la dirección de extrusión, como en la dirección perpendicular a ésta y a temperatura ambiente. La velocidad de ensayo fue de 290 N/s conforme a la norma UNE 7-474-92.

También se determinaron los valores de dureza Vickers de acuerdo con la norma EN ISO 6507-1.

Asimismo, mediante el ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy con entalla en V, según la norma UNE 7-475-92, se obtuvo la resiliencia de la aleación en los dos estados de entrega T4 y T6 a temperatura ambiente y tanto en la dirección de extrusión, como en la dirección perpendicular a la misma.

Los ensayos de determinación experimental del factor K_I de tenacidad de fractura se realizaron en una máquina de fatiga servohidráulica de acuerdo a las normas ASTM E 399-90 a una velocidad de 290 N/s. El espesor de las probetas SENB es de 12 mm.

Todos los ensayos mencionados a excepción del ensayo de dureza van acompañados por el correspondiente análisis de las superficies de fracturas de las probetas sometidas a ensayo.

3. RESULTADOS

Los resultados del ensayo de tracción se presentan en la tabla 2 y muestran un incremento de la resistencia a tracción y del límite elástico en la dirección de extrusión de un 44 y 148% respectivamente, de la aleación en estado T6 con respecto al estado T4, que es consecuencia del tratamiento de maduración artificial. Sin embargo, el alargamiento experimenta una disminución de un 53. Las propiedades mecánicas en la

dirección perpendicular a la de extrusión también experimentan una variación debido al envejecimiento artificial. La resistencia a tracción de las muestras en estado T6 es un 44% mayor que la correspondiente a las muestras en estado T4. El alargamiento es un 40 menor en estado T6. El efecto de la maduración artificial también se ha dejado notar en los valores de dureza Vickers (tabla 2). Ésta ha aumentado un 50 y un 57% en la dirección de extrusión y en la dirección perpendicular a la de extrusión respectivamente.

En relación con la anisotropía de las propiedades, apenas se ha producido variación alguna en la resistencia a tracción máxima de la aleación de aluminio 6063 en ninguno de los estados, pero sí en el alargamiento. Éste es mayor tanto en estado T4 como en estado T6 en la dirección transversal. La dureza de la aleación de aluminio 6063 en estado T4 es un 8% mayor en la dirección longitudinal que en la dirección perpendicular a esta. Asimismo, la dureza en estado T6 es un 5% mayor en la dirección de extrusión respecto a la dirección perpendicular a la misma.

Tabla 2. Resultados obtenidos en el ensayo de tracción.

AA 6063	Dirección de extrusión			
	R_m (MPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	A (%)	HV 30
T4	143.4	73.5	30.9	48.8
T6	206.9	182.6	14.4	73.6
	Dirección perpendicular a la de extrusión			
T4	144.3	-	32.8	44.7
T6	208.0	-	19.5	70.3

La figura 4 corresponde a las macrofotografías y fractografías de las superficies de fractura de las muestras sometidas al ensayo de tracción. La aleación 6063 en estado T4 y dirección de extrusión (figura 4.1) muestra una fractura dúctil (copa-cono) y el microscopio electrónico de barrido revela mecanismo de fractura por coalescencia de microhuecos, que han nucleado a partir de precipitados e inclusiones. Es por eso por lo que se aprecian huecos de distintos tamaños que van desde 0.5 hasta unas 18 micras. Estos huecos se podrían dividir en tres grupos dependiendo del tamaño. Los mayores son principalmente cónicos, mientras que los más pequeños son más superficiales. En la figura 4.2 el plano de grieta es paralelo a la dirección de extrusión y se observa también un mecanismo de coalescencia de microhuecos de diferentes tamaños, si bien, es posible diferenciar una pérdida de equiaxialidad en dichos huecos causada por la extrusión del perfil que ha afectado a precipitados y microprecipitados. La apariencia, sin embargo, ya no es una fractura copa-cono, aunque hay evidencia de una gran deformación plástica.

La figura 4.3 corresponde a la aleación de aluminio en estado T6 y plano de grieta perpendicular a la dirección de extrusión. En ella, además de la fractura copa-cono que se puede percibir a simple vista (aunque con un

porcentaje de área central menor que en la aleación en estado T4), se aprecia principalmente mecanismo de coalescencia de microhuecos. También existe un porcentaje no muy alto de planos de bajo índice y fractura intergranular. El tamaño de los huecos ha disminuido sensiblemente, es decir, las colonias de huecos de diámetro inferior a 1 micra es muy superior a las halladas en las muestras en estado T4. Finalmente, la superficie de fractura de la muestra mecanizada en la dirección perpendicular a la de extrusión, el tipo de fractura es muy similar al que presenta la probeta mecanizada en la dirección de extrusión, aunque el número de planos de bajo índice es algo superior.

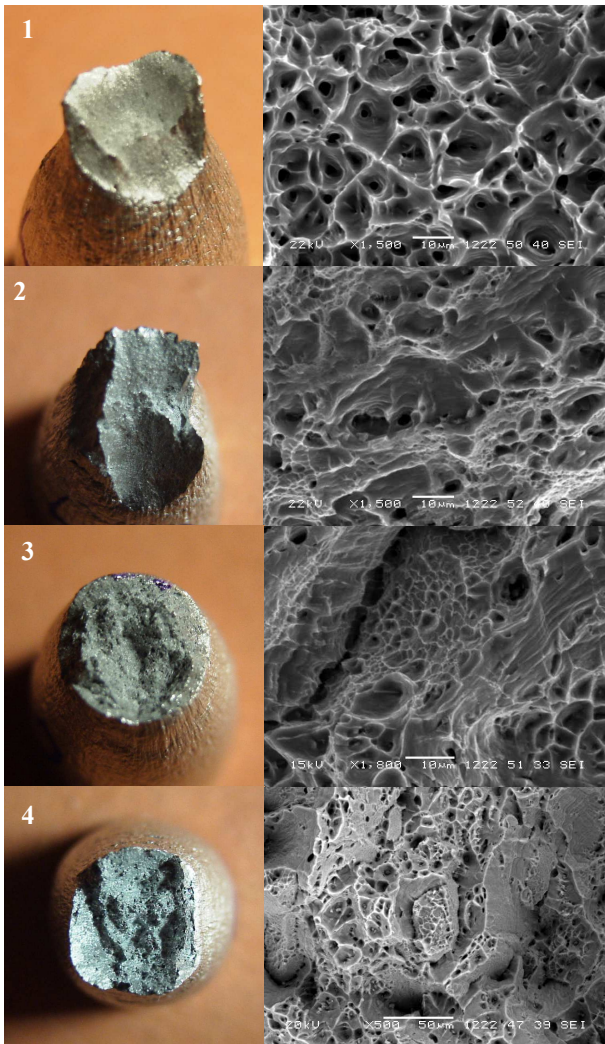


Figura 4. Macrofotografías y fractografías de las superficies de fractura de las probetas de tracción correspondientes a la aleación de aluminio 6063: (1) en estado T4 y plano de grieta perpendicular a la dirección de extrusión, (2) en estado T4 y plano de grieta paralelo a la dirección de extrusión, (3) en estado T6 y plano de grieta perpendicular a la dirección de extrusión y (4) en estado T6 y plano de grieta paralelo a la dirección de extrusión.

La tabla 4 muestra los resultados obtenidos en el ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy. En primer

lugar, es necesario hacer notar que en el caso de las probetas en estado T4, no se rompieron por efecto del martillo aunque pasaron entre el yunque de la máquina. La energía que absorbieron asciende a aproximadamente un 30% de la capacidad total de la máquina. Una vez dicho esto, se observa que por el efecto de la maduración artificial, la resiliencia de la aleación 6063 disminuye un 47% cuando el plano de agrietamiento es perpendicular a la dirección de extrusión. Cuando dicho plano es paralelo a la dirección de extrusión, esa disminución de la energía absorbida antes del fallo, se convierte en un 51%. Asimismo se percibe cómo la orientación preferente de los granos ha hecho que la resiliencia sea menor cuando el plano de grieta es paralelo a la dirección de extrusión, en concreto un 7% y un 15% para la aleación en estado T4 y T6, respectivamente.

Tabla 4. Resultados obtenidos en el ensayo de flexión por choque sobre probetas Charpy.

AA 6063	Dirección de extrusión	
	KV (J)	
	T _a	
T4	88.56	
T6	47.27	
	Dirección perpendicular a la de extrusión	
T4	82.06	
T6	40.42	

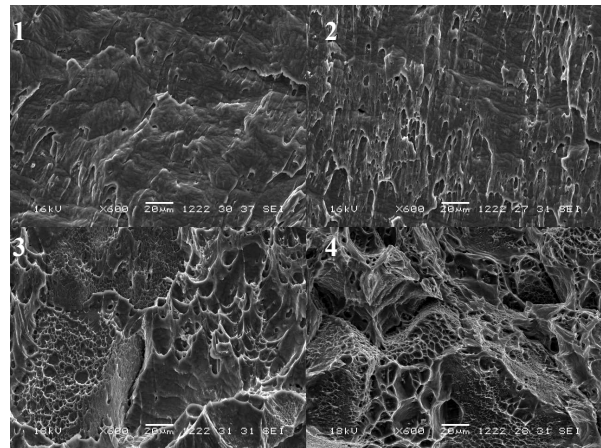


Figura 5. Fractografías de las superficies de fractura de las probetas Charpy correspondientes a la aleación de aluminio 6063: (1) en estado T4 y ensayadas en la dirección de extrusión, (2) en estado T4 y ensayadas en la dirección perpendicular a la de extrusión, (3) en estado T6 y dirección de extrusión y (4) en estado T6 y dirección perpendicular a la de extrusión.

La figura 5 expone el estudio de las superficies de fractura de las probetas sometidas al ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy. La superficie de la muestra en estado T4 y plano de grieta perpendicular a la dirección de extrusión (figura 5.1) exhibe por un lado micromecanismo de coalescencia de microhuecos y por

otro desgarro, que no muestra tanta deformación plástica como la fractura dúctil. La morfología de los huecos es alargada, con un tamaño entre 1 y 7 micras y se encuentran orientados de acuerdo a la dirección de aplicación de la fuerza. Cuando el plano de agrietamiento es paralelo a la dirección de extrusión (figura 5.2), el micromecanismo de fractura es similar.

Si se examina la superficie de fractura de la muestra en estado T6 y plano de fractura perpendicular a la dirección de extrusión, se aprecia un mecanismo de fractura por coalescencia de microhuecos. Se trata de huecos equiaxiales cónicos, con un tamaño muy variado entre 0 y 15 micras aproximadamente, aunque la densidad de huecos de pequeño tamaño es superior.

La tabla 5 ofrece los valores de tenacidad de fractura (K_{Ic}) de la aleación de aluminio 6063 tanto en estado T4 como en estado T6. Estos valores en ningún caso son críticos por no cumplir los requerimientos exigidos, así que serán designados como K_{IQ} . La maduración artificial tras el tratamiento de solubilización ha provocado un incremento de la tenacidad de fractura en modo I (K_{IQ}) que asciende a un 39%.

Las fractografías correspondientes se exponen en la figura 6. En ellas se observa que la muestra en estado T4 ha fallado por mecanismo de coalescencia de microhuecos y desgarro. Los huecos alcanzan un tamaño de hasta 7 micras para las muestras en estado T4 y de hasta 30 micras en estado T6, si bien, la cantidad de huecos de tamaño inferior a 2 micras es muy superior en la muestra en estado T6. En cuanto a la morfología, en las muestras en estado T4 son más superficiales, mientras que son más cónicos en la muestra en estado T6.

Tabla 5. Resultados obtenidos en el ensayo de tenacidad de fractura.

AA 6063	K_{IQ} (MPa·m ^{1/2})
T4	11.3
T6	15.7

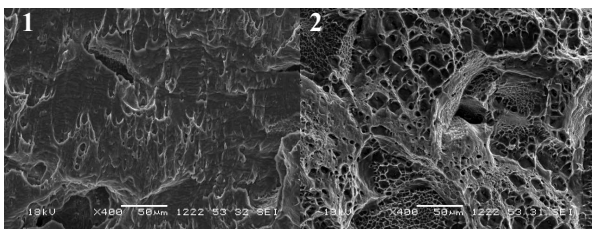


Figura 6. Fractografías de las superficies de fractura de las probetas de tenacidad de fractura (K_{IQ}) correspondientes a la aleación de aluminio 6063: (1) en estado T4 y ensayadas en la dirección de extrusión y (4) en estado T6 y dirección de extrusión.

4. DISCUSIÓN

El análisis de los resultados anteriores demuestra que el tratamiento de maduración artificial posterior al de puesta en solución ha producido un fenómeno de endurecimiento causado por la precipitación de la fase Mg_2Si . Esto se deduce tras observar un incremento del límite elástico, resistencia a tracción, dureza y tenacidad de fractura (K_{IQ}) y una disminución del alargamiento y de la resiliencia de la aleación de aluminio 6063.

En estado T4, el siliciuro de magnesio presente o bien está disuelto o con una estructura que no produce endurecimiento importante. Existen además, partículas $\alpha AlFeSi$ en la matriz de aluminio. En este estado, la aleación presenta valores bajos de resistencia a la tracción y límite elástico y alargamiento elevado. Las probetas se deforman con relativa facilidad y el micromecanismo de fractura es por coalescencia de microhuecos.

Sin embargo, el envejecimiento artificial de la solución sólida sobresaturada de aluminio induce la precipitación del siliciuro de magnesio. Estos precipitados tienen forma de aguja dispuestos en la dirección de extrusión y en la dirección transversal, por toda la matriz de aluminio. Estas partículas de segunda fase actúan como obstáculos e impiden el movimiento de las dislocaciones. Se requiere por lo tanto una mayor tensión para que las dislocaciones se desplacen a través de la red y la deformación continúe. Por consiguiente, la presencia de partículas dispersas conduce a un incremento del endurecimiento. Esto queda reflejado en unos valores de resistencia a tracción, límite elástico y dureza superiores y en un menor alargamiento en el estado T6. El efecto de endurecimiento se refleja también en la aparición de planos de bajo índice y fractura intergranular en las probetas traccionadas, lo que indican fractura frágil. El análisis fractográfico también revela un mayor número de microhuecos de menor tamaño en la aleación de aluminio en este estado. Esto se debe a que la precipitación debida a la maduración artificial ha incrementado el número de partículas de segunda fase que son potenciales núcleos para el crecimiento de huecos. Además, estos precipitados tienen un tamaño que las partículas $\alpha AlFeSi$, lo que explica la disminución del tamaño medio de los microhuecos.

El ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy también desvela el endurecimiento provocado por la precipitación de Mg_2Si . Mientras que en estado T4, las muestras revelan una gran deformación plástica acompañada por altos valores de resiliencia, las muestras en estado T6 muestran una gran disminución de la energía absorbida antes de la fractura, así como un incremento de microhuecos de tamaño inferior a 2 micras que han nucleado a partir de los precipitados de Mg_2Si .

Finalmente, hay que destacar el incremento en la tenacidad de fractura que la precipitación del siliciuro de magnesio ha producido en la aleación de aluminio 6063. El mecanismo por el que estos precipitados influyen en la tenacidad de fractura de esta aleación y de otras aleaciones de aluminio en general es bastante complejo [6]. Por una parte, la precipitación de estas partículas de Mg_2Si hace que la capacidad de endurecimiento por deformación disminuya. La pérdida de esta capacidad da lugar a inestabilidades plásticas tales como la formación de bandas de deslizamiento gruesas cerca de los bordes de grano. Este hecho es más común en materiales con un tamaño de grano grueso. Se sabe que en aleaciones de aluminio, un tamaño de grano grande produce bandas de cizallamiento a escala del grano a lo largo de la superficie de fractura del material. La presencia de partículas de tamaño intermedio en estas bandas facilita la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos dando lugar a una fractura dúctil. Por otra parte, durante la precipitación de estas partículas, se forman regiones delgadas cerca de los bordes y subbordes de grano en las que no hay precipitados. Esto hace que las regiones interiores que están endurecidas por esa precipitación, estén embebidas en una zona más menos frágil. Esto explica en parte, que la aleación de aluminio en estado T6 presente una mayor tenacidad de fractura que la aleación de aluminio en estado T4.

5. CONCLUSIONES

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

El tratamiento de maduración artificial después del tratamiento de puesta en solución ha producido un endurecimiento del material y una mejora de las propiedades mecánicas de la aleación de aluminio 6063 que se refleja en un incremento de la resistencia a tracción (R_m), límite elástico ($R_{p0.2}$) y dureza (HV 30).

Como consecuencia de este endurecimiento, la aleación de aluminio 6063 en estado T6, absorbe menos energía antes de la fractura (KV) que en estado T4.

La tenacidad de fractura (K_{I0}) de la aleación de aluminio en estado T6 es mayor que la tenacidad de fractura de la misma aleación en estado T4. Este hecho se atribuye a la presencia de precipitados de Mg_2Si en la matriz de aluminio y a las zonas libres de precipitados cerca de los bordes de grano.

REFERENCIAS

- [1] Marchive, D., "High extrudability alloys in the 6000 series", *Light metal age*, pag. 6-10, 1983.
- [2] A.N. Anderson, "Physical Metallurgy and Extrusion of 6063 Alloy", *Proceedings of the Fifth International Aluminum Extrusion Technology*

- Seminars*, Chicago, Illinois, United States, 43-52, 1992.
- [3] Siddiqui, R.A., Abdullah, H.A. y Al-Bellushi, K.R., "Influence of aging parameters on the mechanical properties of 6063 aluminum alloy", *Journal of Materials Processing Technology* 102, pag. 234-240, 2000.
- [4] E.C. Beatty, "How the properties and microstructure of 6063 alloy extrusions depend upon fabricating practice", *Proceedings of the First International Aluminum Extrusion Technology Seminars*, New Orleans, Louisiana, United States, 1992.
- [5] Altenpohl, D., *Aluminium von innen*, Aluminium-Verlag, pag. 129-152, Düsseldorf, 1994.
- [6] T. Sheppard, "On the relationship between Extrusion Conditions and Fracture Toughness", *Proceedings of the Sixth International Aluminum Extrusion Technology Seminars*, Chicago, Illinois, United States, 1996.

INFLUENCIA DEL HIDRÓGENO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UNA FUNDICIÓN DE GRAFITO NODULAR DE MATRIZ PERLÍTICA

A. Albístur Goñi¹, J. Fernández Carrasquilla²

Departamento de Mecánica, Energética y de Materiales, E.T.S. de Ingenieros Industriales y de Telecomunicación,

Universidad Pública de Navarra, Campus de Arrosadía, 31006 Pamplona, Navarra, España.

¹E-mail: aranzazu.albistur@unavarra.es

Tfno: 948168471

²E-mail: ferca@unavarra.es

Tfno: 948169302. Fax: 948169099

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objeto el estudio del comportamiento mecánico de una fundición de grafito esferoidal y matriz perlítica, cuando ha sido sometida a una primera etapa de carga catódica con hidrógeno. Asimismo, se procede a comparar los resultados con los obtenidos al analizar otras fundiciones dúctiles similares y una fundición de grafito laminar. Para evaluar el comportamiento de esta fundición frente al hidrógeno se lleva a cabo una segunda etapa de ensayos mecánicos consistente en ensayos de tracción, flexión por choque sobre probeta Charpy, dureza y tenacidad de fractura (K_{Ic} y J_{Ic}), tanto en muestras cargadas como sin cargar electrolíticamente con hidrógeno. También, se hace uso de las técnicas de microscopía electrónica de barrido y espectroscopía óptica de descarga luminiscente (EODL), para analizar los micromecanismos de fractura y la concentración de hidrógeno absorbida por la muestra en función de la profundidad y el tiempo respectivamente. De estos ensayos se deduce que el hidrógeno, que se concentra en su mayor parte en la superficie de las muestras, produce una pérdida de ductilidad, resistencia máxima a tracción, límite elástico y dureza, y una variación en los valores de resiliencia y tenacidad de fractura de la fundición.

ABSTRACT

The research described in this paper has the aim of studying the mechanical behaviour of a ductile cast iron with pearlitic matrix, when it has been submitted to a previous cathodic with hydrogen charging phase. Furthermore, results obtained when similar cast irons were analyzed are compared to results obtained in this research. To asses the behaviour of this cast iron we proceed to the next phase, which consists of tensile, Charpy impact resistance, hardness and fracture toughness tests applied to charged and non-charged with hydrogen samples. Additionally, scanning electron microscopy and glow discharge optical emission spectroscopy (GDOES) techniques are used to evaluate the fracture micromechanisms and the concentration of hydrogen absorbed by the sample as a function of depth and time respectively. It can be deduced from this research that hydrogen, which concentrates preferentially in the surface of the samples, leads to ductility, hardness, yield and tensile strength losses, and a variation of the resilience and fracture toughness of the cast iron.

PALABRAS CLAVE: Fundición dúctil, fragilización por hidrógeno.

1. INTRODUCCIÓN

El efecto más importante del hidrógeno sobre el comportamiento mecánico del hierro, aceros y también fundiciones, es sin duda alguna, la reducción o pérdida de ductilidad expresada como disminución del alargamiento y la estricción. Se ha podido comprobar este hecho en estudios anteriores llevados a cabo en diferentes aceros aleados. Estos materiales exhibían una importante pérdida de ductilidad así como variaciones destacadas en valores de resiliencia y tenacidad de fractura. Pero seguramente reviste mayor interés considerar dos estudios previos. El primero relativo a aceros al carbono [1] y el segundo hace referencia a dos

fundiciones dúctiles de grafito esferoidal y una fundición de grafito laminar [2]. En los mencionados trabajos se analiza principalmente la influencia de dos variables microestructurales (el contenido en carbono y la morfología del mismo) en el fenómeno del daño inducido por hidrógeno. Para ello, se sometieron a estudio un acero F 1110, un acero F 1140, dos fundiciones dúctiles de matriz ferrítica (una de ellas con un acondicionamiento químico) y una fundición gris de matriz perlítica. En el caso de los aceros, el carbono se encuentra combinado como CFe_3 formando una matriz ferrito-perlítica. En las dos primeras fundiciones, el carbono se halla libre, mientras que en la tercera se encuentra tanto combinado como CFe_3 (perlita) como

libre (grafito). Teniendo en cuenta el espectro de materiales estudiados, se infirió por lo tanto, que podría ser muy revelador y complementario incluir el estudio de una fundición de grafito nodular, pero cuya matriz fuese perlítica.

Sin embargo, antes de proceder con el presente estudio, conviene traer a colación algunas de las conclusiones más reseñables extraídas de la investigación llevada a cabo sobre los aceros al carbono y las fundiciones dúctiles de matriz ferrítica y fundición gris. Entre ellas destacamos una mayor pérdida de ductilidad como consecuencia de la carga electrolítica con hidrógeno, por parte de los aceros al carbono en comparación con las fundiciones. Otra diferencia importante a destacar es que los aceros al carbono experimentan un fenómeno de endurecimiento (aumento del límite elástico y de la resistencia máxima) como consecuencia de la introducción de hidrógeno atómico en su microestructura, mientras que las fundiciones exhiben ablandamiento. Finalmente se hace referencia a la cantidad de hidrógeno absorbida. Las fundiciones dúctiles de matriz ferrítica absorben una mayor cantidad de hidrógeno en comparación con los aceros al carbono y la fundición gris. Tras un periodo de 7 días de exposición a la atmósfera, es el acero de menor contenido en carbono el que presenta un menor porcentaje de hidrógeno efundido.

2. EXPERIMENTAL

El material seleccionado para su estudio en este trabajo ha sido una fundición de grafito esferoidal de matriz perlítica. A dicha fundición la designaremos como FDMP. Este material fue suministrado en planchas de dimensiones 290x160x40 mm³ en bruto de colada. La composición química correspondiente se resume en la tabla 1. Para la obtención del contenido en carbono y azufre se ha utilizado un determinador de carbono-azufre y para el contenido en nitrógeno un determinador de nitrógeno-oxígeno. Para el resto de los elementos químicos se ha utilizado un espectrómetro de emisión ICP.

Tabla 1. Composición química (en porcentaje en peso) de la fundición de grafito nodular y matriz perlítica.

C	Mn	Si	P	S
2.7810	0.100	2.160	0.020	0.01045
Cr	Ni	Mo	Cu	Al
0.027	0.055	<0.010	0.009	0.024
Mg	N	C _{equivalente}		
0.027	0.00432	3.508		

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

tiene una estructura de ojo de buey, es decir, matriz perlítica y ferrita rodeando los nódulos de grafito. Además y conforme a la norma UNE-EN ISO 945, dicha fundición presenta una forma, tamaño y distribución del grafito 35%III6 + 30%V6+35%VI6.

La carga catódica con hidrógeno se realizó en disolución de H₂SO₄ 0.5M a la que se le añadieron 7.7 mg/l de As₂O₃, lo que evita la recombinación de los átomos de hidrógeno generados en la superficie del cátodo y en consecuencia favorece su adsorción, incrementándola considerablemente. La corriente aplicada fue de aproximadamente 20 mA/cm² y se mantuvo durante 8 horas. La carga catódica se llevó a cabo a temperatura ambiente. Una vez transcurridas las 8 horas de carga electrolítica, se procedió al estudio de las propiedades mecánicas de la fundición procurando que los ensayos se llevasen a cabo dentro de un intervalo de tiempo no superior a una hora tras extraer las muestras de la cuba electrolítica.

En la máquina de tracción/compresión se llevó a cabo el ensayo de tracción a temperatura ambiente a una velocidad de 350 N/s y siguiendo la norma UNE 7-474-92. También se determinaron los valores de dureza Vickers de acuerdo con la norma EN ISO 6507-1. Mediante el ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy con entalla en V, según la norma UNE 7-475-92, se obtuvo la resiliencia antes y después de la carga catódica con hidrógeno. Conviene aclarar que se realizaron en primer lugar, ensayos en los que el mecanizado de la entalla en V fue anterior al proceso electrolítico y ensayos en los que el mecanizado fue posterior a la carga catódica con hidrógeno. En ambos casos, se llevaron a cabo ensayos a temperatura ambiente (22-25° C), -20 y -30° C utilizando nieve carbónica para el enfriamiento de las muestras. Los ensayos de determinación experimental de los factores K_I y J_I de tenacidad de fractura, se realizaron en una máquina de fatiga servohidráulica conforme a las normas ASTM E 399-90 y E 813-89 respectivamente. Los primeros se realizaron a una velocidad de 350 N/s y los últimos a 15 N/s. El espesor de las probetas SENB fue de 16 mm.

Una vez finalizados los ensayos se llevó a cabo un estudio fractográfico de las muestras tanto de tracción, de flexión por choque sobre probeta Charpy, como de tenacidad de fractura (J_{IC}), mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido. Asimismo se hizo un análisis de la distribución del hidrógeno en función de la profundidad de la muestra y su evolución con el tiempo utilizando la técnica de espectroscopia óptica de descarga luminiscente (EODL).

3. RESULTADOS

Los resultados del ensayo de tracción se presentan en la tabla 2 y muestran una disminución de la resistencia a tracción, límite elástico y alargamiento de un 10.6, 9.9, y 14.0 respectivamente.

Tabla 2. Resultados obtenidos en el ensayo de tracción.

Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno		
	R _m (MPa)	R _{p0.2} (MPa)	A (%)
FDMP	521.1	355	5.7
Muestras cargadas con hidrógeno			
FDMP	465.8	320	4.9

La figura 1 corresponde a las macrofotografías y fractografías de las superficies de fractura de las muestras sometidas al ensayo de tracción. La fundición dúctil exhibe una fractura aparentemente frágil y el microscopio electrónico de barrido revela unos planos de bajo índice y marcas fluviales que están asociados a las áreas perlíticas de la matriz. Sin embargo, también es posible observar fractura dúctil en áreas en las que los nódulos de grafito no están lo suficientemente espaciados. Se deduce por lo tanto que el mecanismo de fallo ha sido cuasi-clivaje, tanto en la muestra sin cargar con hidrógeno como en la muestra carga electroquímicamente con hidrógeno.

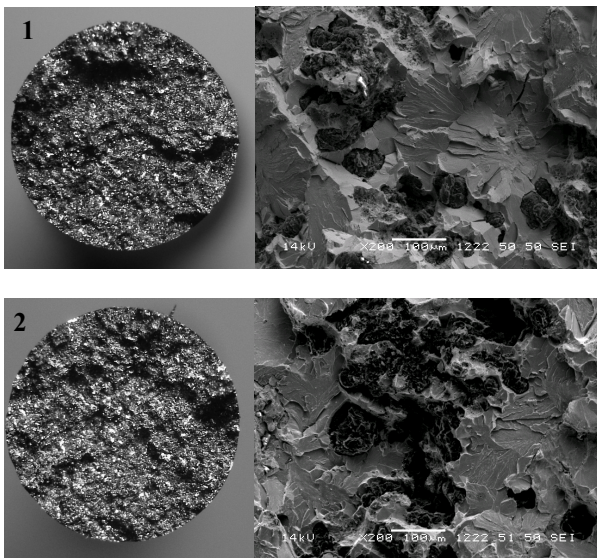


Figura 1. Macrofotografías y fractografías de las superficies de fractura de las probetas de tracción correspondientes a la fundición dúctil de matriz perlítica: (1) sin cargar con hidrógeno y (2) cargada con hidrógeno.

En la tabla 3 se ofrecen los resultados obtenidos en el ensayo de dureza Vickers. Se observa que ésta disminuye un 2.9% como consecuencia del proceso electroquímico.

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

Fundición	Muestras cargadas con hidrógeno
FDMP	HV 100 209
Muestras cargadas con hidrógeno	
FDMP	HV 100 203

La tabla 4 muestra los resultados obtenidos en el ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy y entalla en V mecanizada con posterioridad al proceso electroquímico. Bajo estas condiciones, la resiliencia de la fundición dúctil de matriz perlítica aumenta en todo el rango de temperaturas como consecuencia de la introducción de hidrógeno en su microestructura. Este aumento asciende a un 6.7% cuando la temperatura de ensayo es la ambiente y a un 0.4 y 18.1% cuando las temperatura de ensayo es de -20y -30° C, respectivamente.

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

Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno		
	KV (J) T _a	KV (J) -20° C	KV (J) -30°
FDMP	3.43	2.73	2.60
Muestras cargadas con hidrógeno			
FDMP	3.66	2.74	3.07

La tabla 5 resume los resultados extraídos cuando la entalla en V se mecaniza con anterioridad al proceso de carga catódica. En este caso, la fundición experimenta de nuevo, un incremento de la energía absorbida antes del fallo cualquiera que sea la temperatura de ensayo, debido al hidrógeno absorbido durante la carga electroquímica. Este aumento es de un 4%, 28.4% y 3.1% cuando se ejecuta el ensayo a temperatura ambiente, -20 y -30° C respectivamente.

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

Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno		
	KV (J) T _a	KV (J) -20° C	KV (J) -30°
FDMP	3.25	2.57	2.55
Muestras cargadas con hidrógeno			
FDMP	3.38	3.30	2.63

Con objeto de considerar el efecto del hidrógeno atrapado tras 7 días de exposición del material a la atmósfera, se pensó en llevar a cabo ensayos de flexión por choque sobre probeta Charpy sobre muestras en cuyo historial ya existe un sesión de 8 horas de carga electroquímica con hidrógeno. En la tabla 6 se resumen los resultados obtenidos. Se observa que una segunda carga electroquímica con hidrógeno produce una reducción en la resiliencia de un 5.2%, un 13.8% y un 15.9% cuando la temperatura de ensayo es la ambiente, -20 y -30° C, respectivamente. Además, si comparamos estos resultados con los homólogos de la tabla 5, observamos que la resiliencia de las muestras que no han sido cargadas con hidrógeno, son un 7.4, 30.0 y 23.5% mayores (a temperatura ambiente, -20 y -30° C respectivamente) cuando existe una carga electroquímica previa.

Tabla 6. Resultados obtenidos en el ensayo de flexión por choque sobre probetas Charpy y mecanizado de la entalla en V anterior al proceso electrolítico y sobre muestras que ya fueron una vez sometidas al proceso electrolítico.

Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno		
	KV (J) T_a	KV (J) -20° C	KV (J) -30°
FDMP	3.49	3.34	3.21
Muestras cargadas con hidrógeno			
FDMP	3.31	2.88	2.70

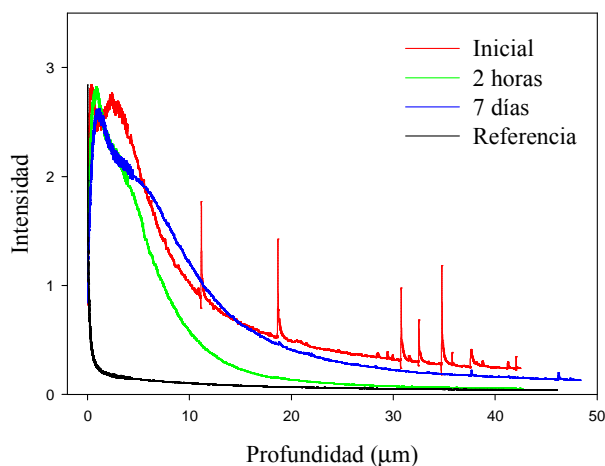


Figura 2. Concentración de hidrógeno en función de la profundidad de la muestra y evolución a lo largo del tiempo.

La figura 2 ofrece la concentración de hidrógeno (intensidad de respuesta del aparato) en función de la profundidad de la muestra y su evolución a lo largo del tiempo determinada mediante técnica EODL. En las curvas se observa que tras el análisis inicial, tras 2 horas y tras 7 días de exposición a la atmósfera y se le ha restado el área bajo la curva correspondiente a la muestra de referencia. A partir de estas curvas se aprecia que tras dos horas en un espacio abierto y a temperatura ambiente, la fundición dúctil ha perdido un 45% del contenido total de hidrógeno. Sin embargo, una vez transcurridos 7 días, tal pérdida únicamente asciende a un 7.3% de la cantidad inicialmente absorbida. Esto indica que la aparente efusión de hidrógeno que ha experimentado la fundición tras las dos primeras horas puede atribuirse a un efecto de distribución heterogénea del hidrógeno absorbido y no ser, por tanto, una pérdida de hidrógeno.

Finalmente, la tabla 7 ofrece los valores de tenacidad de fractura (K_{I0} y J_{IC}) de la fundición antes y después del proceso electrolítico.

Tabla 7. Resultados obtenidos en el ensayo de tenacidad de fractura.

Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno	
	K_{I0} (MPa·m ^{1/2})	J_{IC} (kPa·m)
FDMP	38.26	12.15
Muestras cargadas con hidrógeno		
FDMP	37.42	11.83

En la figura 3 se aprecian las fractografías obtenidas del examen de las muestras sometidas el ensayo para la obtención del factor J_{IC} . La fundición presenta fractura mediante mecanismo por cuasi-clivaje antes y después de la carga electrolítica con hidrógeno.

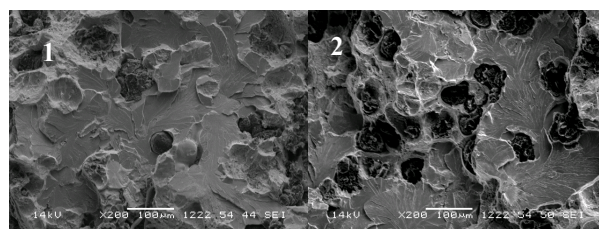


Figura 3. Fractografías de las superficies de fractura de las probetas de tenacidad de fractura en condición de tensión plana correspondientes a la fundición dúctil de matriz perlítica: (1) sin cargar con hidrógeno y (2) cargada con hidrógeno.

4. DISCUSIÓN

Durante la exposición de los resultados, ha quedado demostrado cómo la introducción de hidrógeno en la red del metal ha ocasionado una modificación de las propiedades mecánicas de la fundición dúctil de matriz perlítica. La consecuencia más directa y probada del fenómeno del daño inducido por hidrógeno es la pérdida de ductilidad que se traduce en una disminución del alargamiento. El porcentaje de disminución que experimenta la ductilidad de esta fundición es el más pequeño en comparación con el resto de fundiciones (de grafito esferoidal y matriz ferrítica y de grafito laminar y matriz perlítica). La más afectada ha sido la fundición dúctil sin acondicionar. El mayor contenido en carbono de esta fundición es un factor parcialmente determinante a la hora de inferirle una mayor susceptibilidad frente al daño inducido por hidrógeno. Sin embargo, la ductilidad de los aceros (donde el carbono se encuentra combinado como CFe_3), es la que se ha visto más comprometida en comparación con las cuatro fundiciones, especialmente la del acero C 45 k.

En la tabla 2 se observa que el comportamiento de la fundición de matriz perlítica se suma al mostrado por el resto de las fundiciones. En todas ellas se produce un fenómeno de ablandamiento, que se refleja en una

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

Este fenómeno es completamente opuesto al experimentado por los aceros al carbono, que manifiestan un endurecimiento (aumento del límite elástico y de la dureza). Las teorías de Oriani [5] y los resultados experimentales de G.P. Tiwari et al. [6] sugieren que el hidrógeno en solución sólida puede hacer crecer el límite elástico de los aceros mediante el arrastre del hidrógeno con las dislocaciones o impidiendo el deslizamiento cruzado. Del mismo modo, el hidrógeno que ha quedado atrapado dificulta la nucleación de dislocaciones en los bordes de grano y otras fuentes potenciales y facilita el deslizamiento múltiple en estructuras que contienen carburos o partículas de segunda fase. Hirth [7] por su parte, afirma que se produce endurecimiento cuando la deformación tiene lugar por deslizamiento múltiple y también cuando las dislocaciones forman conjuntos complejos. El fenómeno observado en los aceros está asociado, además, a un aumento de la dureza y a un cambio en el modo de fractura de dúctil a frágil. Esto último es una consecuencia muy común resultado de la carga electrolítica con hidrógeno.

La comparación de los resultados del ensayo de impacto instrumentado cuando la entalla en V ha sido mecanizada con posterioridad al proceso electrolítico y cuando se ha realizado con anterioridad al mismo, nos permite reafirmar el fenómeno de absorción superficial de hidrógeno observado mediante técnica de espectroscopia óptica de descarga luminiscente (EODL). Según estos resultados, el hidrógeno no difunde más allá de las primeras 30-50 μm . Cuando la entalla se mecaniza con posterioridad al proceso electrolítico ocurren dos hechos importantes, el primero es que con la eliminación de material, eliminamos una parte del hidrógeno absorbido. El segundo hace referencia a la ausencia de hidrógeno no solo en la punta de la entalla, sino en toda la superficie de la misma. En el caso en que la entalla se mecaniza con anterioridad al proceso electrolítico se asume la presencia de hidrógeno en toda la superficie de la entalla hasta una profundidad de entre 30 y 50 μm . Esto produce, en general, un empeoramiento del comportamiento de las aleaciones en todo el rango de temperaturas, cuando se someten al ensayo de impacto instrumentado en presencia de hidrógeno. En el caso concreto de la fundición dúctil de matriz perlítica, la resiliencia aumenta como consecuencia de la introducción de hidrógeno en ambos

casos, cuando el mecanizado de la entalla es posterior al proceso electrolítico y cuando es anterior. Sin embargo y de acuerdo a la teoría anterior, la resiliencia es algo menor cuando el mecanizado de la entalla es anterior al proceso electrolítico, es decir, el incremento de la energía absorbida antes de la fractura es menor.

Es posible extraer otra conclusión importante de los resultados del ensayo de impacto instrumentado relativo a las muestras con una sesión de carga catódica con hidrógeno en su historial. Estos resultados confirman lo observado a partir de las curvas EODL y es que parte del hidrógeno absorbido queda retenido permanentemente en la microestructura del material. Esto queda evidenciado por las variaciones significativas producidas en los valores de resiliencia de la tabla 6 con respecto a los resultados homólogos de la tabla 5. Una vez las muestras han sido electrolíticamente cargadas con hidrógeno y tras un periodo prudencial de exposición a la atmósfera, la fundición dúctil de matriz perlítica absorbe una mayor cantidad de energía antes de la rotura. Este hecho se observa además en el resto de fundiciones y aceros al carbono estudiados. Sin embargo, la resiliencia de la fundición, tras una segunda fase de carga catódica, no solo no aumenta, sino que disminuye respecto a la resiliencia de las muestras que no fueron cargadas con hidrógeno por segunda vez.

Por otra parte, se observa una disminución de los valores de $K_{I\text{Q}}$ y $J_{I\text{C}}$ de la fundición dúctil de matriz perlítica. Sin embargo, y es una afirmación extrapolable a los aceros y a las fundiciones, las variaciones producidas en el factor $J_{I\text{C}}$ como consecuencia del hidrógeno disuelto son mucho más significativas que las alteraciones experimentadas por el factor $K_{I\text{Q}}$. Es un hecho demostrado que para altas velocidades de ejecución del ensayo, es decir para velocidades altas de deformación plástica, el hidrógeno interno no puede mantener el ritmo del movimiento de las dislocaciones y por lo tanto, no tiene un efecto fragilizador significativo.

De las curvas obtenidas mediante la técnica de EODL se observan varios hechos importantes. En primer lugar que la distribución de hidrógeno no es uniforme, sino que varía con la profundidad, concentrándose en su mayor parte en la superficie de la probeta de acuerdo con las teorías propuestas por H.P. van Leeuwen [8] y por S.M. Beloglazov. Si hacemos un corte en la gráfica de la figura 2 para una profundidad de 30 μm , observamos que el 90% del hidrógeno que ha absorbido la fundición dúctil de matriz perlítica se acumula a esa distancia. Algo similar ocurre con el resto de los aceros y fundiciones.

De este tipo de gráficas se deduce que la difusión del hidrógeno se manifiesta con mayor intensidad en las fundiciones dúctiles y en especial en la fundición dúctil de matriz perlítica, puesto que tanto la concentración de hidrógeno hallada como la distancia de penetración son mayores. Son los aceros y la fundición gris los

materiales en los que el hidrógeno penetra en menor cantidad.

Finalmente, es obvio que la concentración de hidrógeno presente en las muestras disminuye a medida que pasa el tiempo, aunque tras 7 días de exposición a temperatura ambiente en un espacio abierto, todavía queda una cantidad apreciable en algunas de las muestras y que permanece atrapada en defectos microestructurales del material. Siguiendo el mismo razonamiento, son la fundición dúctil de matriz perlítica y el acero C 15 k los materiales con una mayor cantidad de hidrógeno atrapado. Se sabe que un porcentaje importante de hidrógeno puede ser retenido a temperatura ambiente en la matriz ferrítica y en las interfases ferrita-perlita, debido a la presencia de numerosos defectos microestructurales que atrapan el hidrógeno, hecho sobradamente demostrado gracias a las curvas EODL correspondientes a la fundición dúctil de matriz perlítica. Pressouyre [9] sugiere que tanto en hierro como en aceros, las vacantes, elementos de aleación, dislocaciones, microhuecos e interfases son posibles lugares de atrapamiento. En los aceros, los lugares más frecuentes son los bordes de grano, los bordes de subgrano, los carburos de hierro y los carburos de elementos de aleación. Las fundiciones dúctiles han retenido menos cantidad de hidrógeno ya que a pesar de la gran cantidad de grafito libre presente, su energía de enlace con el hidrógeno es de 3.3 kJ/mol, que en comparación con los más de 84 kJ/mol de las interfases CFe_3 o los 58.6 kJ/mol de los bordes de grano y de las dislocaciones, hacen de aquel un lugar de atrapamiento débil y reversible.

5. CONCLUSIONES

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

El hidrógeno produce una pérdida de ductilidad de la fundición dúctil de matriz perlítica expresada como disminución del alargamiento, si bien, ésta pérdida es más acusada en los aceros, donde el carbono se encuentra combinado como CFe_3 .

La fundición dúctil de matriz perlítica, al igual que las otras fundiciones estudiadas con anterioridad [2], manifiesta un ablandamiento al disminuir su resistencia máxima, límite elástico y dureza. Al contrario, los aceros al carbono estudiados anteriormente [1] experimentan un fenómeno de endurecimiento (aumento de límite elástico y dureza).

La mecanización de la entalla con anterioridad al proceso electrolítico asegura la presencia de hidrógeno en la zona de la entalla y provoca un empeoramiento del comportamiento de las seis aleaciones cuando se someten al ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy en todo el rango de temperaturas.

Los ensayos de flexión por choque sobre probeta Charpy en probetas con un proceso de carga electrolítica con hidrógeno previo en su historial y la aplicación de la técnica de espectroscopía óptica de descarga luminiscente, confirman la teoría de que no todo el hidrógeno efunde tras un periodo de 7 días de exposición a la atmósfera, sino que parte queda atrapado en los distintos defectos microestructurales del material (o lugares de atrapamiento).

REFERENCIAS

- [1] A. Albístur y J. Fernández, "Diseño del dispositivo y experimento adecuados para el análisis de la influencia del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas de algunos materiales", *XVI Congreso Internacional de Ingeniería Mecánica*, León, 2004.
- [2] A. Albístur y J. Fernández, "Influencia del hidrógeno en las propiedades mecánicas de dos fundiciones de grafito esferoidal y una fundición de grafito laminar", *XXIII Encuentro del Grupo Español de la Fractura*, Albarracín, pag. 391-396, 2006.
- [3] Beachem, C.D., "New model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen embrittlement)", *Metallurgical Transactions 3 (2)*, pag. 437-451, 1972.
- [4] H.K. Birnbaum y P. Sofronis, "Hydrogen-dislocations interactions", A.W. Thompson y N.R. Moody eds., *Hydrogen Effects in Materials: Proceedings of the Fifth International Conference on the Effect of Hydrogen on the Behaviour of Materials, Jackson Lake Lodge, 1994*, TMS, Nueva York, pag. 15-34, 1994.
- [5] R.A. Oriani and P.H. Josephic, "Effects of hydrogen on the plastic properties of medium-carbon steels", *Metallurgical Transactions A 11 (11)*, pag. 1809-1820 (1980).
- [6] G.P. Tiwari, A. Bose, J.K. Chakravartty, S.L. Wadekar, M.K. Totlani, R.N. Arya y R.K. Fotedar, "A study of internal hydrogen embrittlement", *Materials Science and Engineering A286*, pag. 269-281, 2000.
- [7] J.P. Hirth, "Effect of hydrogen on the properties of iron and steel", *Metallurgical Transactions A 11 (6)*, pag. 861-890, 1980.
- [8] H.P. Van Leeuwen, "Non-uniform hydrogen distributions in notched delayed failure specimens", *Materialprüfung 16 (9)*, pag. 263-269, 1974.
- [9] G.M. Pressouyre, "Hydrogen traps, repellers, and obstacles in steel; consequences on hydrogen diffusion, solubility and embrittlement", *Metallurgical Transactions A 14*, pag. 2189-2193, 1983.

FACTORES DE INFLUENCIA EN LOS MECANISMOS DE FALLO DE ACEROS ESTRUCTURALES GALVANIZADOS

J. Carpio, J.A. Casado, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana

División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales (LADICIM). E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria. Avda. de los Castros s/n, 39005 Santander, España

RESUMEN

En el presente trabajo se muestran los últimos avances realizados en la comprensión de los mecanismos de fallo durante la galvanización en caliente de aceros estructurales. Se analiza el problema y se muestran los últimos resultados obtenidos por los autores en la determinación y modelización de los factores determinantes de la fragilización de los aceros estructurales durante la galvanización. Esos resultados se centran en: Pérdida de propiedades mecánicas de los aceros a 450°C (temperatura de galvanización), influencia de las etapas previas a la galvanización e influencia de los aleantes Sn, Pb y Bi.

ABSTRACT

This paper shows the new achievements in the comprehension of failure mechanisms during hot-dip galvanizing of structural steels. The problem and its evolution are explained, and the last obtained results about factors that make easier the structural steels embrittlement during galvanization are shown. These results are the following: A decrease of the steel mechanical properties at 450°C (galvanization temperature), the influence of the galvanizing previous steps and the the influence of the alloys in the Zn bath, specially Sn, Pb and Bi.

PALABRAS CLAVE: Galvanización, fragilización por metal líquido, aceros estructurales.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

La galvanización en caliente es una técnica de recubrimiento ampliamente utilizada para proteger el acero de la corrosión. Consiste en la inmersión de un acero previamente desoxidado superficialmente en un baño de Zn líquido a 450°C, generalmente. Durante los 5-10 minutos que dura la inmersión se producen reacciones entre el hierro y el Zn que forman capas de compuestos intermetálicos que permiten una unión metalúrgica, no por adherencia, del recubrimiento [1]. Véanse en la figura 1 dichas capas.

Ocasionalmente, durante la galvanización de grandes perfiles estructurales, se produce la generación y crecimiento de fisuras que en algunos casos pueden llegar a ser críticas. Dichas fisuras quedan a menudo cubiertas por capas de Zn, imposibilitando la detección hasta la puesta en servicio de la pieza o posterior inspección, con el riesgo que implica en estructuras con responsabilidad.

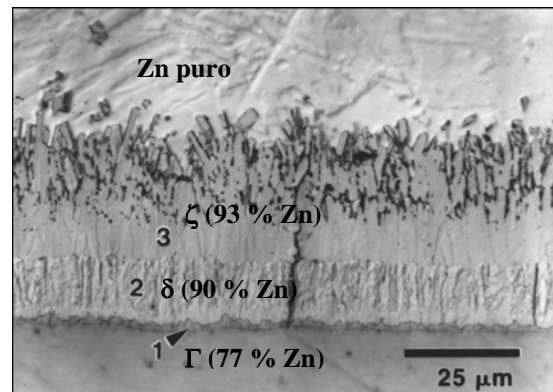


Figura 1. Microestructura de las capas Zn-Fe en un producto galvanizado en caliente [1].

En los últimos diez años, coincidiendo con la introducción de nuevos baños de galvanización con contenidos relativamente altos de elementos de bajo punto de fusión, en especial Sn y Bi, que se añade al Pb que se venía utilizando habitualmente, esos fenómenos de fragilización han aumentado, produciéndose a veces de forma tan espectacular como se muestra en la figura 2.



Figura 2. Ejemplo de grieta producida durante la galvanización.

Durante casi 25 años se ha intentado conocer el mecanismo de aparición y propagación de estas grietas en Japón, Estados Unidos y Europa, sin llegar a unos resultados definitivos debido a la complejidad del problema [2]. Uno de los últimos proyectos que tratan este asunto es el proyecto de investigación europeo FAMEGA (Failure Mechanisms during Galvanizing), financiado por el Fondo para investigación en Carbón y Acero de la Comisión Europea (antigua CECA) y en España por el Ministerio de Educación y Ciencia y el Gobierno de Cantabria.

En el proyecto FAMEGA participan diversos centros de investigación y universidades europeas, entre ellos la Universidad de Cantabria, encargada de determinar los mecanismos de fallo a pequeña escala.

Dentro de este contexto, el objetivo de este artículo es publicar los resultados obtenidos hasta la fecha por la División de Materiales de la Universidad de Cantabria (LADICIM) dentro del proyecto FAMEGA, acerca de los factores que influyen en la fragilización de los aceros estructurales durante la galvanización.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA Y METODOLOGÍA

La fragilización durante la galvanización es un proceso de daño que puede incluirse entre los de corrosión bajo tensión. Se trata principalmente de fragilización por metal líquido, aunque no se descarta alguna influencia de fragilización por hidrógeno, que crítico en aceros de alta resistencia.

La corrosión bajo tensión, y en particular la corrosión por metal líquido es un fenómeno complejo que requiere la intervención de tres factores principales para que se produzca: Un material susceptible, un ambiente agresivo y una tensión aplicada. En el diagrama de la Figura 3 se muestran esos factores, y cómo la intersección de los tres origina el problema.

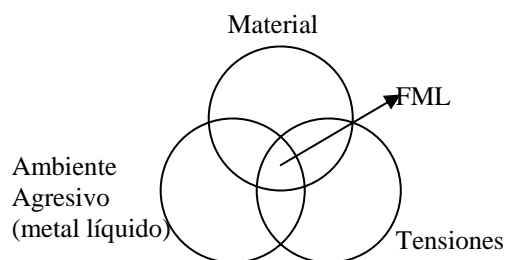


Figura 3. Factores que provocan fragilización por metal líquido (FML).

Para poder estudiar un fenómeno tan complicado, los socios del proyecto FAMEGA se dividieron entre ellos las tareas, de forma que se pudieran realizar caracterizaciones de materiales, ensayos a pequeña y gran escala, modelado numérico, etc. A la Universidad de Cantabria le correspondieron los ensayos a pequeña escala, tanto de los materiales como ensayos en diferentes medios agresivos.

Antes de comenzar a explicar la metodología seguida, se hará un breve resumen del proceso industrial de galvanización. La pieza que se desea galvanizar en caliente ha de someterse a los siguientes procesos [3]:

- 1.- Lavado: con una disolución acuosa de NaOH. La concentración utilizada en este trabajo fue de un 10 %, la temperatura 65°C y el tiempo 10 minutos.
- 2.- Aclarado: Con agua corriente al menos 1 minuto.
- 3.- Decapado: con una disolución acuosa de HCl con un inhibidor. En este trabajo se utilizó un 15 % de HCl, con 100 ppm de hexametilentetramina, a 35°C durante 2 horas.
- 4.- Aclarado.
- 5.- Fluxado: Una disolución acuosa de cloruros. En este caso se utilizó doble sal $[\text{ZnCl}_2 \cdot 2\text{NH}_4\text{Cl}]$ (360g/L) o cuádruple sal $[\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{NH}_4\text{Cl}]$ (500 g/L), a 50°C durante 10 minutos.
- 6.- Secado: Con aire caliente. En este caso fue aire a aproximadamente 60°C durante 5 minutos.
- 7.- Galvanización: Se utilizó un baño tradicional, con un 1 % de Pb, y un baño similar al llamado Galveco®, que contiene un 1,3% de Pb, 1,1 % de Sn y un 0,1 % de Bi.

Los procesos críticos que pueden introducir agentes activos frente a procesos de fragilización son el decapado, que puede introducir hidrógeno en el acero, y el propio proceso de galvanización, en el que el principal agente de fragilización son los elementos de bajo punto de fusión introducidos en los nuevos baños de galvanización, como Galveco®.

La Universidad de Cantabria comenzó con ensayos de caracterización del material tanto a temperatura ambiente como a 450°C, la temperatura de galvanización, con el objetivo de estudiar cambios de comportamiento mecánico a la citada temperatura. En segundo lugar, se estudió el cambio superficial que introducen los tratamientos previos a la galvanización,

decapado y fluxado. Por último, se estudió la fragilización en presencia de metal líquido, y a nivel microscópico, el efecto de diferentes baños de Zn líquido en probetas tensionadas. En la tabla 1 se resumen el conjunto de ensayos realizados. Cada ensayo

se ha realizado al menos sobre un acero, en función de la disponibilidad de los materiales que enviaban los socios del proyecto FAMEGA: ARCELOR Profil Luxembourg, S.A., y CORUS LTD (UK).

Tabla 1. Matriz de ensayos de la Universidad de Cantabria en el proyecto FAMEGA.

Test	Recepción		Pre-galvanising		Liquid Zn-alloy		Galvanised
	Ambient T	High T	Pickling	Fluxing	Usual	other	Service dry
Tracción y Charpy	X	X					
Velocidad de deformación lenta	X	X			X	X	X
Tenacidad (J)	X	X			X	X	X
Caracterización de fisura (DCB)					X	X	X
Fractografías	X	X			X	X	X
Microestructura	X	X	X	X	X	X	X
Rugosidad superficial	X		X	X	X	X	X
[H]	X	X	X	X	X	X	X

3. EQUIPO EXPERIMENTAL

Los ensayos de tracción, J, y velocidad de deformación lenta se realizaron con un actuador servohidráulico marca INSTRON, modelo 8500, de 250 kN de capacidad. Para conseguir 450°C se utilizó una cámara ambiental INSTRON, modelo 5880 R. Los ensayos Charpy se realizaron con un péndulo instrumentado marca AMSLER-(ROELL&KORTHAUS), modelo RKP-300. Los ensayos de determinación de la concentración de hidrógeno se realizaron con una máquina LECO RH-402, capaz de medir el contenido de H en cupones de 6x6x6 mm. Las medidas de rugosidad se obtuvieron con un rugosímetro marca PERTHEN, modelo PERTHOMETER PRK, y con una unidad de control PERTHOMETER S3P. Los ensayos en Zn líquido se realizaron con un dispositivo específicamente diseñado para tal efecto, descrito en el anterior número de esta revista [4]. Por último, la microscopía se realizó con un microscopio electrónico de barrido marca JEOL, modelo JSM-5800LV, dotado con un espectrómetro EDS marca OXFORD.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. Caracterización mecánica.

Se realizaron ensayos de tracción en probetas con orientación transversal y ensayos Charpy de probetas en orientación TL (salvo para el acero S235JR, en orientación TS) de los aceros EN 10025:2 S450J0, S460M, S355JR, S460ML y S235JR, a temperatura ambiente y a 450°C en estado de recepción. Los resultados se muestran en las tablas 2 y 3.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de tracción de aceros estructurales a 20 y 450°C

Acero (T)	σ_y (MPa)	σ_r (MPa)	ϵ a carga máxima	Disminución a 450°C
S450J0 (20°C)	607	699	8,2 %	$\sigma_y = 21$ % $\sigma_r = 16$ % $\epsilon_{CM} = 32$ %
S450J0 (450°C)	481	584	5,6 %	
S460M (20°C)	567	682	10,7 %	$\sigma_y = 24$ % $\sigma_r = 29$ % $\epsilon_{CM} = 23$ %
S460M (450°C)	431	481	8,2 %	
S460ML (20°C)	544	662	10,3 %	$\sigma_y = 31$ % $\sigma_r = 27$ % $\epsilon_{CM} = 9$ %
S460ML (450°C)	375	480	9,4 %	
S355JR (20°C)	434	536	16,6 %	$\sigma_y = 35$ % $\sigma_r = 20$ % $\epsilon_{CM} = 24$ %
S355JR (450°C)	280	429	12,5 %	
S235JR (20°C)	337	403	12,5 %	$\sigma_y = 30$ % $\sigma_r = 23$ % $\epsilon_{CM} = 32$ %
S235JR (450°C)	235	310	8,5 %	

Tabla 3. Resultados de los ensayos Charpy de aceros estructurales a 20 y 450°C.

Acero (T)	Energía absorbida (J)	Carga máxima (kN)	Reducción a 450°C
S450J0 (20°C)	36	16,2	$E_{abs} = 25$ % $L_{m\acute{a}x} = 19$ %
S450J0 (450°C)	27	13,2	
S460M (20°C)	99	16,2	$E_{abs} = 22$ %

S460M (450°C)	72	13,1	$L_{m\acute{a}x} = 19\%$
S460ML (20°C)	184	17,9	$E_{abs} = 25\%$
S460ML(450°C)	138	13,7	$L_{m\acute{a}x} = 33\%$
S355JR (20°C)	101	14,4	$E_{abs} = 13\%$
S355JR (450°C)	88	11,2	$L_{m\acute{a}x} = 22\%$
S235JR (20°C)	195	13,5	$E_{abs} = 36\%$
S235JR (450°C)	124	10,2	$L_{m\acute{a}x} = 24\%$

Se observa una pérdida de propiedades mecánicas y de tenacidad a 450°C.

Tras la galvanización las propiedades del acero se recuperan, como se observa en la tabla 4 para los ensayos Charpy.

Tabla 4. Resultados de ensayos Charpy sobre probetas de acero estructural galvanizadas.

Acero (T)	Energía absorbida (J)	Carga máxima (kN)	Diferencia tras galvanizar
S450J0 (20°C)	36	16,2	$E_{abs} = 0\%$
S450J0 (Galv.)	36	14,8	$L_{m\acute{a}x} = -9\%$
S460M (20°C)	91	16,2	$E_{abs} = +2\%$
S460M (Galv.)	93	16,2	$L_{m\acute{a}x} = 0\%$
S460ML (20°C)	184	17,8	$E_{abs} = +11\%$
S460ML (Galv.)	204	19,1	$L_{m\acute{a}x} = +7\%$
S355JR (20°C)	101	14,4	$E_{abs} = -1\%$
S355JR (Galv.)	100	14,3	$L_{m\acute{a}x} = -1\%$

4.2. Caracterización de la superficie en el decapado y fluxado.

Se estudió la rugosidad del acero EN 10025:2 S450J0 en condiciones de recepción, tras el decapado y tras el fluxado. Se obtuvieron los resultados de la figura 4.

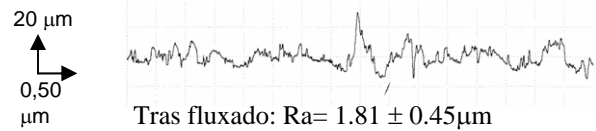
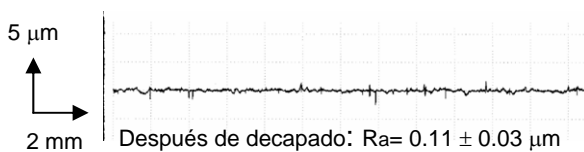
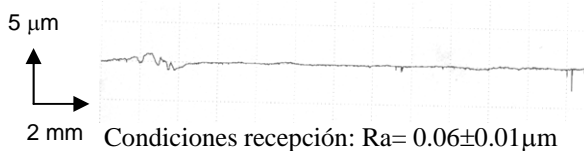


Figura 4. Resultados de los ensayos de rugosidad.

Para conocer el motivo del aumento de rugosidad tras el fluxado se estudió con microscopio electrónico y EDS una superficie fluxada, y se registraron valores de 27 % de contenido en Zn, con un contenido en Cl de sólo un 1,5 %. Por lo tanto, se había depositado Zn metálico en la superficie del acero tras el fluxado.

4.3. Caracterización del contenido de hidrógeno en las etapas industriales

Se realizaron ensayos de medición de contenido de hidrógeno para acotar la presencia y cuantificar el efecto de este elemento en cada etapa del proceso industrial de galvanización. Los resultados obtenidos, que aparecen en la figura 5, muestran un incremento importante de la presencia de dicho elemento en la etapa de fluxado, pasando de niveles menores de 2 ppm a un intervalo entre 2 y 10 ppm en función del material. Este incremento se acentúa en la etapa final de galvanización llegando a valores de 18 ppm en el acero S460ML. Estos valores alcanzados son, por sí solos, susceptibles de provocar fenómenos de fragilización por hidrógeno aunque es necesario determinar los lugares de acumulación del mismo que pueden ser fundamentalmente la intercara capa galvanizada-metal base y en menor medida el acero base.

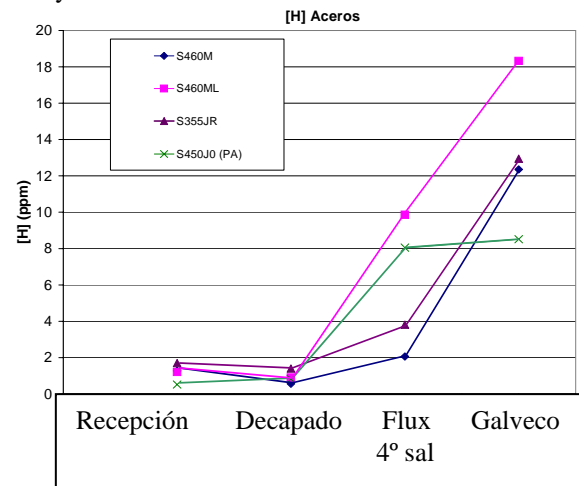


Figura 5. Gráfica con los resultados de los ensayos de concentración de hidrógeno en varios aceros.

4.4. Estudio de los efectos del baño de Zn líquido en la fragilización durante la galvanización.

Se realizaron ensayos J con probetas CT en Zn líquido. Los resultados se exponen en las figuras 6 y 7. Se observa un fuerte efecto fragilizante por la presencia del metal líquido, de forma que las probetas rompen con una plastificación mínima y a niveles tensionales

muy por debajo de los obtenidos en ensayos al aire. Las cargas máximas observadas en el ensayo J en Zn líquido con baño Zn-Pb son aproximadamente un 50% menores que los homónimos al aire a 20°C, y si el baño es Galveco®, la caída aumenta hasta el 60%, frente al 30% de caída en condiciones de aire a 450°C.

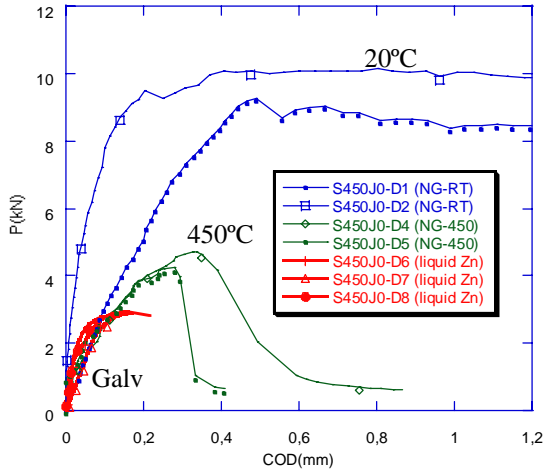


Figura 6. Resultados de los ensayos J en Galveco® sobre el acero EN 10025:2 S450J0.

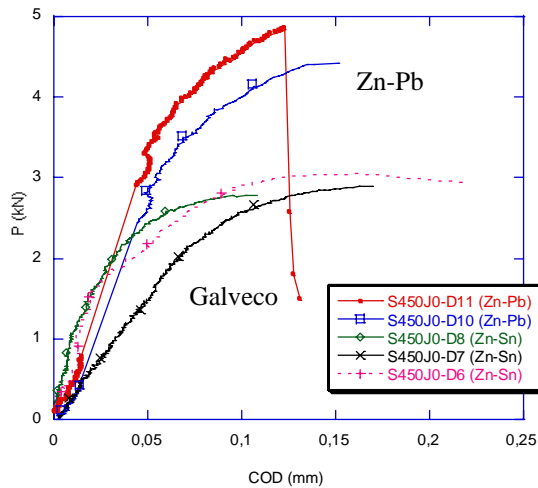


Figura 7. Resultados de los ensayos J sobre acero S450J0, tanto en baño Zn-Pb como en Galveco®.

Una vez comprobado el efecto fragilizante del metal líquido, se deseó conocer si había diferencias entre la estructura habitual de las capas de Zn-Fe tras la galvanización con baños habituales Zn-Pb (denominados Prime-Western) y baños que añadían Sn y Bi, como Galveco®. Se observaron dos fenómenos:

- 1.- En el límite entre las capas δ y ζ obtenidas con baños Zn-Sn existe una concentración de Sn y Pb con valores mucho mayores que en el baño original de Zn líquido. Véanse la figura 8 y la tabla 5.
- 2.- De forma puntual en el límite entre el acero base y las capas de Zn-Fe se detectan acumulaciones de Sn y Pb. Véanse la figura 9 y la tabla 6.
- 3.- En las grietas rellenas con metal líquido, ya sea aquellas obtenidas por fragilización o las provocadas

artificialmente, el contenido en Pb y sobre todo de Sn aumenta a medida que el frente de fisura está más cercano. Véase la figura 10, donde se muestran los contenidos relativos de Zn y Sn obtenidos por microanálisis EDS de las zonas de inicio y final de una grieta obtenida por pre-fatiga.

Una posible explicación de esa unión tan frecuente entre el Sn y el Pb es la formación de un eutéctico con un 61,9 % Sn, que funde a 183°C [6]. La presencia de un metal líquido de punto de fusión tan bajo en el frente de fisura puede ser determinante en la producción de fragilización. Esta vía de investigación se está desarrollando actualmente.

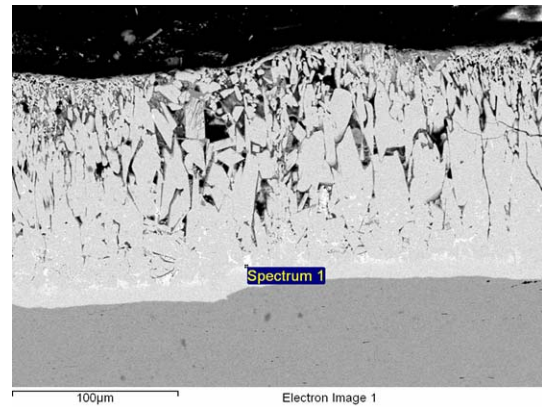


Figura 8. Micrografía de una pieza de acero 10025:2 S460N galvanizada industrialmente con Galveco®.

Tabla 5. Resultados del análisis por EDS realizado al punto señalado en la figura 8.

Elemento	% en peso	% atómico
Al	0.18	0.49
Fe	6.25	8.33
Cu	0.66	0.78
Zn	70.55	80.48
Sn	8.87	5.54
Pb	14.23	5.13
Total	100.0	

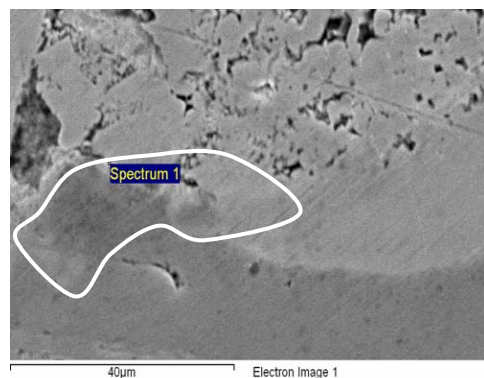


Figura 9. Micrografía de una zona límite entre el acero base y las capas Fe-Zn.

Tabla 6. Resultados de los microanálisis realizados al punto señalado en la figura 9.

Elemento	% en peso	% atómico
Mn K	0.20	0.27
Fe K	15.51	20.97
Zn K	54.59	63.09
Sn L	17.79	11.32
Pb M	11.74	4.28
Bi M	0.17	0.06
Total	100.00	

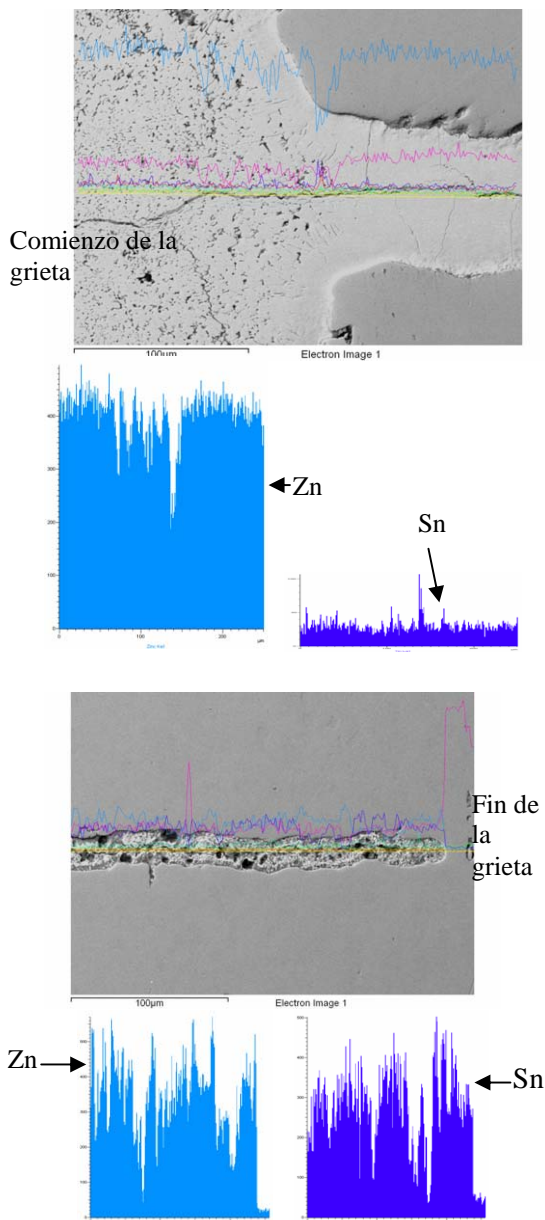


Figura 10. Micrografías y microanálisis de una grieta de pre-fatiga sobre una probeta DCB de acero EN 10025:2 S460ML galvanizada con Galveco®.

5. CONCLUSIONES

Tras este estudio de los factores que a pequeña escala pueden producir fragilización durante la galvanización, se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- 1.- Todos los aceros estructurales estudiados presentan pérdida de resistencia y ductilidad a la temperatura de 450°C. Dichas propiedades se recuperan tras realizar la galvanización.
- 2.- El fluxado aumenta la rugosidad superficial debido a que produce una reacción química en la superficie del acero, sobre el que deposita Zn. Esa reacción tiene lugar desde el mismo momento en comienza el fluxado, no ocurre solamente durante la galvanización.
- 3.- La reacción durante el fluxado puede hacer aumentar el contenido de hidrógeno en el acero durante el proceso, no durante el decapado (siempre que se use un inhibidor apropiado).
- 3.- En zonas cercanas al límite entre el acero base y las capas Zn-Fe, en especial en el fondo de fisuras y entre las capas δ y ζ , existen acumulaciones de Sn y Pb, que forman mezclas de bajo punto de fusión que contienen un metal, el Sn, muy reactivo con el acero.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Comisión Europea, al Ministerio de Educación y Ciencia español y al Gobierno de Cantabria su apoyo económico al proyecto FAMEGA. También desean agradecer a Boris Donnay (ARCELOR) y Bill Rudd (CORUS) el suministro de material para los ensayos.

REFERENCIAS

- [1] MARDER, A.R. "The Metallurgy of Zinc-Coated Steel", *Progress in Material Science*, Vol. 45. Pergamon, Elsevier. pp. 191-271.
- [2] KINSTLER, T.J. "Current Knowledge of the Cracking of Steels during Galvanizing" http://www.aisc.org/Content/ContentGroups/Engineering_and_Research/Research1/Final5906.pdf. Galvscience LLC, Springville, USA, 2005. 79 pag.
- [3] WETZEL, D. "Batch Hot Dip Galvanized Coatings", *ASM Handbook. Volume 5: Surface Engineering*. ASM International. Ohio, USA, 1994. Pp. 360-371.
- [4] CARPIO, J. ÁLVAREZ, J.A., CASADO, J.A. y GUTIÉRREZ-SOLANA, F. "Diseño y validación de un utensilio para ensayos de tracción y fractura de probetas sumergidas en Zn líquido", *Anales de Mecánica de la Fractura. Texto de las comunicaciones presentadas en el XXIII Congreso del Grupo Español de Fractura*. Albarracín, Teruel (2006), pp. 45-50.

FRACTURE BEHAVIOUR OF LINEAR FRICTION WELDS IN TITANIUM ALLOYS**M. Corzo, Y. Torres, M. Anglada and A. Mateo**

Dpto Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya,
Av. Diagonal 647, 08028-Barcelona, España.
E-mail: antonio.manuel.mateo@upc.edu
Tfno: 934011089 Fax: 934016706

RESUMEN

Las turbinas de gas para aplicación aeronáutica se suelen construir mediante el ensamblado mecánico de los álabes individuales con el disco. Sin embargo, el novedoso proceso de soldadura por fricción lineal es una alternativa de fabricación que permite producir un único componente denominado BLISK (blade + disk). El diseño del BLISK presenta como principal ventaja el ahorro de peso.

En este trabajo se analiza el comportamiento a fractura de soldaduras por fricción en una aleación de titanio de alta resistencia tipo Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo. La caracterización microestructural se ha realizado por medio de microscopía óptica y electrónica de barrido, mientras que las evaluaciones mecánicas se han efectuado determinando perfiles de dureza a lo largo del área soldada, junto con ensayos de tracción y de tenacidad de fractura. Los resultados muestran que la tenacidad de fractura está fuertemente correlacionada con la trayectoria de la grieta por las diferentes zonas de la unión soldada.

ABSTRACT

Gas turbines for aero-engines are primarily manufactured by attaching individual blades into slots in the disk. However, the use of the recently developed linear friction welding process offers the possibility to produce BLISK (BLaded DISKs). BLISK design presents the main advantage of weight saving.

In this study, the fracture behaviour of linear friction welds of a high strength titanium alloy type Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo is analyzed. Microstructural characterizations have been performed by means of optical and scanning electron microscopy, whereas mechanical evaluations have been conducted by determining hardness profiles along the welded region, tensile and fracture toughness testing. The results show the relationship between the fracture toughness and the crack path along the different zones of the weld joint.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fatiga y fractura de materiales metálicos. Casos Prácticos y Aplicaciones en Ingeniería.

PALABRAS CLAVE: Titanium alloys, friction welds, fracture toughness, BLISK

1. INTRODUCTION

European aeronautics has succeeded in establishing itself as the main competitor to the United States [1]. In order to maintain this position, European gas turbine industry is bound to continue improving its technical capabilities in terms of achieving higher efficiencies with regard to lower fuel consumption, enhanced reliability and safety, while simultaneously meet the terms of restrictive environmental legislations imposed by Kyoto Protocol. The feasibility of enhanced aeroengines depends on the achievements of R&D activities concerning the improvement of materials and structures. In this sense, advanced compressor designs are critical to attain these goals. Aircraft engines and industrial gas turbines have traditionally used bladed compressor disks with individual airfoils anchored by

nuts and bolts in a slotted central retainer. Nevertheless, a recently introduced improvement of the component disk + blade is the BLISK (bladed disk), also called IBR (Integrated Bladed Rotor). BLISK denotes a design where disk and blades are a single piece, obviating the need for blade roots and disk slots. This design is rapidly gaining ground thanks to its advantages, mainly weight saving and eliminating the deterioration of the blade/disk attachment caused by fretting fatigue damage, which is very often the life limiting feature [2].

BLISK can be produced by machining from a single forged raw part or by bonding single blades in one way or another to a disk-like structure. In the low pressure stage of the compressor and the first stages of the high pressure stage, where the length of the blade contributes significantly to the full diameter of the component,

machining the BLISK is a costly way. A more efficient technology is to weld the blades one by one to the disk.

On the other hand, BLISK manufactured by machining comprise one single material. Therefore disks and blades have the same microstructure, being mostly optimised thinking in the in-service requirements of the disk. Nevertheless, BLISK produced by welding might have dissimilar alloys for disks and blades, and then optimised material properties for both. These properties depend on the dominating damage mechanisms in each component. Thus, high tensile strength and low cycle fatigue resistance are required for the disks, whereas high cycle fatigue performance and creep resistance are the most important properties for the design of blades.

Electron-beam (EB) and inertia welding are used for BLISK production. However, EB welding is generally not recommended in critical applications concerning fatigue [3]. An interesting alternative technique is Linear Friction Welding (LFW). LFW is a process in which the heat for welding is produced by direct conversion of mechanical to thermal energy at the interface of the workpieces without the application of electrical energy or heat from other sources. This mechanical energy is produced by a linear reciprocating motion, of small amplitude (1-3 mm) and high frequency (25-100 Hz). This generates frictional heat in the immediate region around the weld plane, thereby softening a finite volume of material. As the weld proceeds, a portion of this visco-plastic layer is extruded at the periphery of the weld interface in rippled sheets of metal known as flash. No liquid phase occurs during the process, minimising thereby the possibility of pores formation, which in subsequent applications minimises the risk of premature fatigue crack initiation.

For a critical application like the BLISK, it is clear that the mechanical properties of the welds, and especially their fracture toughness, must be high enough. However, these properties are difficult to predict because the microstructure produced in the weld region is very heterogeneous, and even more when two different base materials are welded together. Various researchers have studied the influence of welding processes in the fracture toughness properties of titanium alloys. In their contributions, J.L. Barreda et al. [4] and I. Eizaguirre et al. [5] compared the fracture toughness behaviour of plasma arc weldings (PAW) and electron beam weldings (EBW) using Ti-6Al-4V as a material system. They concluded that the plate welded by PAW showed higher values related to the acicular microstructure, while the EBW presented more α' martensite. However, in both cases poor toughness values were obtained. F. Toster et al. [5] studied the laser beam welds of two titanium alloys, i.e. Ti-6Al-4V and Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo, and they determined lower fracture toughness values in the fusion zone and the heat affected zone (HAZ) as compared to the base materials. This fact was attributed to the presence of

martensite. Although aeroengine companies are currently investing developing LFW, only a limited number of publications can be found in the open literature.

On the other hand, standard fracture toughness test procedures cover the measurement of toughness in terms of K, J, and CTOD. These tests are only strictly valid for homogeneous materials, but they are frequently used to characterize weld joints despite the diverse regions of a welding can display significantly different properties. It is evident that the differences in tensile properties between the different weld areas will influence the development of plasticity during a fracture toughness test, and hence, will affect the relationship between the crack driving force and the applied load.

Therefore, the aim of this work is to characterize the fracture behaviour of LFW of titanium alloys. The crack path in the different zones of the weld is discussed.

2. MICROSTRUCTURAL CHARACTERISATION

2.1. Base Material

Materials used for fan and compressor disks and blades in today's state-of-the-art aero engines are primarily titanium alloys and nickel-based superalloys. The later being used in the last stages of the high pressure compressor due to temperature, strength and oxidation constrains. For low pressure compressors and the first stage of the high pressure compressors of civil aero engines, the typical titanium alloys are Ti-6Al-4V (Ti-64) for applications up to 300°C and Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.15Si (Ti-6242) up to 480°C. The first alloy is the standard ($\alpha+\beta$)-alloy since the late 50s, whereas the later is a near- α alloy used since the late 60s. These alloys are used in various $\alpha+\beta$ -processed conditions leading to microstructures with a content of primary- α (α_p) in the range of 5 - 45 % and a matrix consisting of fine α plates and β between them. They offer good tensile strength and ductility, as well as fatigue strength, but are more limited in creep resistance and fracture toughness. Also, with increasing cross sections of disks to be heat treated, the strength capability of these alloys is reduced due to slower cooling rates and subsequent larger α structures.

In this investigation, the alloy selected for the BLISK was Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo (Ti-6246). Ti-6246 is considered a high strength ($\alpha+\beta$)-alloy, because in β -processed condition offers 10-20% higher tensile strength as compared to Ti-64 and Ti-6242. On the other hand, Ti-6246 has a high content of β -stabilising elements (Mo, Cr) leading to more sluggish reactions during processing. Thus, thicker cross sections can be heat treated achieving uniform property levels.

Different fabrication processes were selected for the disk and for the blades in order to achieve optimised microstructural characteristics for each part. Ti-6246 for the disk was forged in the β -region, being the β -transus for this alloy of 945°C. In the case of the blades, slabs were forged at 900°C, i.e. in the $\alpha+\beta$ field. The heat treatment after forging was the same in both cases, consisting on solution annealing at 915°C for 2 hours, with a forced air cooling, and a final age hardening at 595°C for 8 hours with air cooling.

Ti-6246 for the disk exhibits the typical aspect of a β -forged microstructure, with platelet-like α_p -formation and the desired discontinuous α -layer along the grain boundaries (figure 1). This type of microstructure is often designated as lamellar. Only some isolated continuous α -layer is observed, as well as formation of parallel side-plates along grain boundaries). The age hardening treatment produces α_{sec} -platelets in the β -matrix, between the α_p -plates, but they are only visible at high magnification.

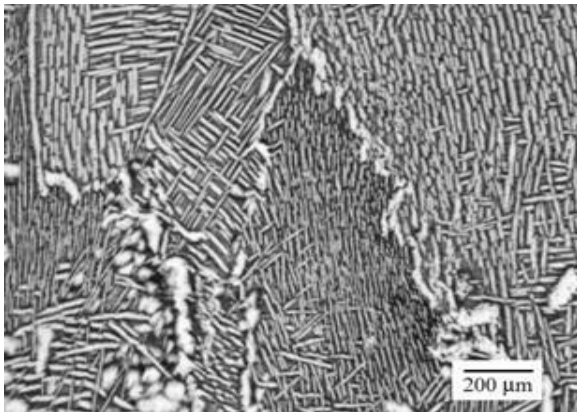


Figure 1. Microstructure of β -forged Ti-6246

The appearance of the $\alpha+\beta$ forged alloy, with its typical bi-modal microstructure, can be observed in figure 2. It is composed by globular α_p particles embedded in a fine lamellar $\alpha+\beta$ matrix. The α_p content is 27.6 ± 5 vol.-% and the mean size of the nodules is about 15 μm .

2.2. Welds

Blocks of 60 x 36 x 15 mm were welded using an electromechanical LFW machine instrumented to monitor and record the time dependant evolution of all significant process parameters, with special attention to the extrusion phase, which has been shown to have an important effect on weld integrity [7]. The appearance after welding is shown in Fig. 3, where flash is clearly visible. A post-weld heat treatment at 620 °C during 4 hours was always performed.

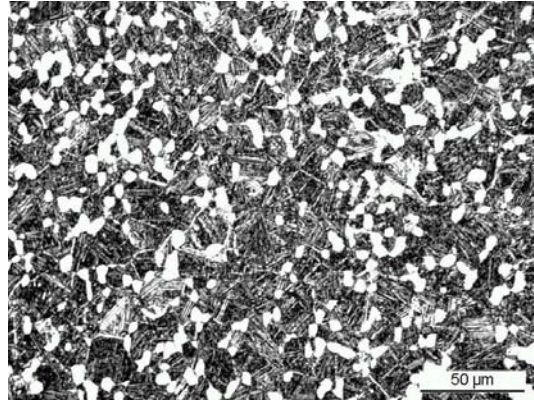


Figure 2. Microstructure of $\alpha+\beta$ -forged Ti-6246.

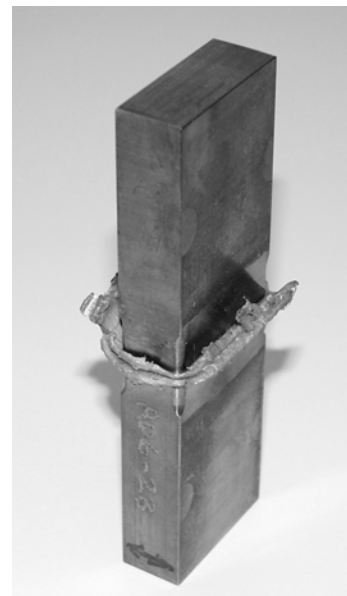


Figure 3. Photograph of a welded block.

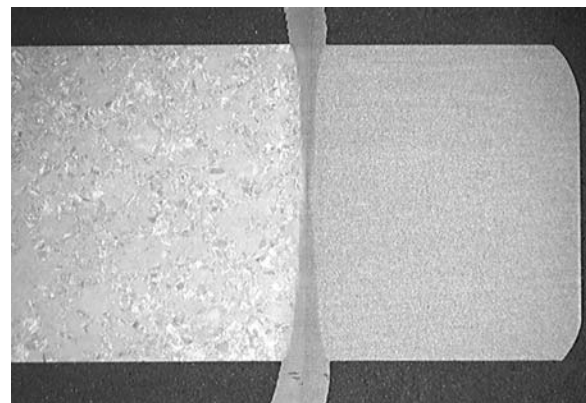


Figure 4. Macrograph of a welded block.

The microstructural characterisation by optical microscopy and Scanning Electron Microscopy (SEM) was performed on polished and etched (with Kroll's solutions) cross sections of welds. An overview of the weld is given in Fig. 4. The image corresponds to a transversal section and shows the narrow weld-zone. Its apparent width is around 1 mm in the centre, being wider at the extremes of the joint.

A detailed examination of the joint reveals the very fine microstructure directly in the weld plane which is characteristic of LFW [8]. This fine microstructure evolves from the fact that the temperature during the process exceeds the β -transus in a small volume and that the cooling rate for this small volume is high. The transition from the weld plane up to the base materials can be divided in different areas. The evolution when going in the direction of the disk side is first analyzed. Zone A: from the centre to a distance of about 100 μm , the microstructure consists of recrystallized β -grains with a size less than 20 μm ; Zone B: from 100 μm to 300 μm of recrystallized β -grains and also deformed β -grains (size > 20 μm) elongated in the friction movement direction; Zone C: from 300 μm to about 750 μm the overview micrograph shows a different etching behaviour (i.e. different colour) and it looks like as if the platelets α_p have partially dissolved; Zone D: from 750 μm to 1500 μm , the original base material microstructure is visible, with a slightly different colour compared to the "real" base material, but in the detailed micrographs there is no difference between the microstructures at 1000 μm and 1500 μm ; Zone E: above a distance of approx. 1500 μm no influence of the LFW on the microstructure is detectable.

On the other hand, when the microstructural changes are observed from the centre of the weld towards the blade side, the same areas are distinguished, with a few differences: in the Zone B recrystallized β -grains coexist with a deformed $\alpha+\beta$ microstructure; Zone C extends from 150 to about 400 μm and it is characterised by a white phase similar to the α_p . These are most likely "ghost- α " grains, as described by Roder et al. [3]. "Ghost- α " grains occur when the temperature goes above the β -transus but during a time too short to allow a full chemical equalisation with the surrounding matrix.

3. MECHANICAL CHARACTERISATION

3.1. Hardness profiles

The first step for the characterization of the mechanical response of the welds was measuring their hardness profiles. Loads of 1 kg were applied with a Vickers indenter. The profile showed in figure 5 corresponds to the central part of the specimen, where the HAZ is narrower. An increased hardness region extending around 1 mm on each side from the centre of the weld is patent. The elevated hardness of this region is a

consequence of the refinement of the microstructure described in the previous paragraph. Other factors, such as the partly recovery of the hardening by secondary α -platelets by the post-weld heat-treatment and residual stresses produced by the welding process could also contribute. On the other hand, Ti-6246 base materials exhibit similar hardness values despite their different microstructures. A more detailed evaluation of the indentation response of the welds is given by the authors in [9].

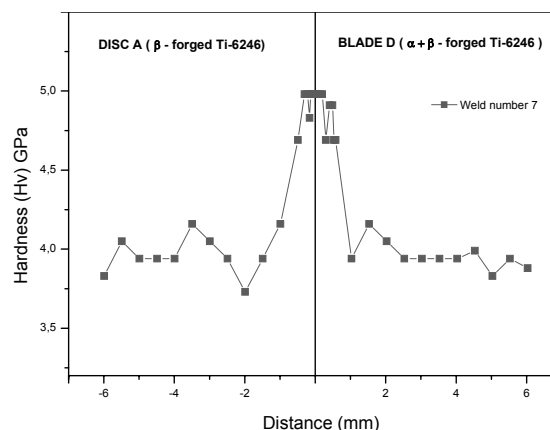


Figure 5. Hardness profile of the weld.

3.2. Tensile testing

Tensile testing for the base materials was conducted on cylindrical specimens of diameter 6 mm. The same geometry was used to machine specimens from the welded blocks, always with the load axis perpendicular to the joining plane of the weld. All tests were performed under displacement control at a rate of 2 mm/min and at least two specimens for condition were tested. Table 1 summarizes the results.

Table 1. Tensile testing results.

Alloy	σ_{ys} (MPa)	σ_{uts} (MPa)	Elongation (%)
β Ti-6246	1051	1155	13
$\alpha+\beta$ Ti-6246	1044	1125	18
Welded specimens	1030	1078	19

Both base material conditions exhibit similar strength values, being slightly higher in the case of the β -forged alloy. All of them are in the typical range reported for Ti-6246 [10]. For the tests performed on the welded specimens, it is important to note that fracture never took place by the weld zone. Moreover, it always began in the blade alloy side, at a distance of at least 10 mm from the centre of the weld. The same behaviour was observed in high cycle fatigue tests [11]. Tensile

properties of the welds are close to those obtained for the $\alpha+\beta$ Ti-6246, where the fracture occurred.

3.3. Fracture toughness

Toughness determination was performed according to the ASTM E-399 standard [12]. 3-point-bending specimens were cut by electro-discharge machining. In the case of base materials, specimens had a section of 15 x 15 mm, whereas those taken from welded joints were 10 x 5 mm.

The notch was produced in the weld plane with a diamond disk and sharpened with a razor blade up to a length to width ratio (a/w) of about 0.3. For the precracking process, a sharp precrack was introduced through application of cyclic compressive loads.

Fracture toughness of titanium alloys is very dependent on microstructural and also crystallographic characteristics. Therefore, it is hard to establish a narrow range of “typical values”. From literature data [10], it can be realized that β processed alloys consistently have higher toughness than $\alpha+\beta$ processed ones. The same trend is appreciated when K_{Ic} values obtained for the two Ti-6246 conditions considered in this study are compared, i.e. β -forged Ti-6246 has higher toughness than $\alpha+\beta$ -processed Ti-6246 (Table 2). This is related to the fact that the lamellar microstructure induces crack deviations and bifurcations following prior β grain boundaries or colony boundaries [13]. Both deviations of the mode I plane and bifurcations serve to reduce the effective near tip stress intensity factor: in the case of deviations by inducing mixed mode near tip conditions, while bifurcations disperse the strain field energy among multiple crack tips. For the β -forged alloy, rough and bright fracture surfaces are observed, with basket-weave arrangements corresponding to the colonies (Fig. 6a), whereas fractographies corresponding to bimodal microstructure appears flatter (Fig. 6b).

Table 2. Fracture toughness testing results.

Specimen	Fracture Toughness (MPa.m ^{1/2})
β Ti-6246	67
$\alpha+\beta$ Ti-6246	54
Weld 1	15
Weld 2	31
Weld 3	45

Three tests were performed on welded specimens. The scatter is very high, and all the values are clearly lower than those obtained for base materials, but two different behaviours can be separated. Only for one specimen both the fatigue precrack and the final fracture crack grew completely by the weld line, as shown in figure

7a. In this case, the K_{Ic} obtained was the lowest one, i.e. 14 MPa.m^{1/2}. In the other two tests, crack deviations towards the HAZ were observed (Fig. 7b), at least in one of the faces of the specimen, and toughness were more than double than in the previous specimen.

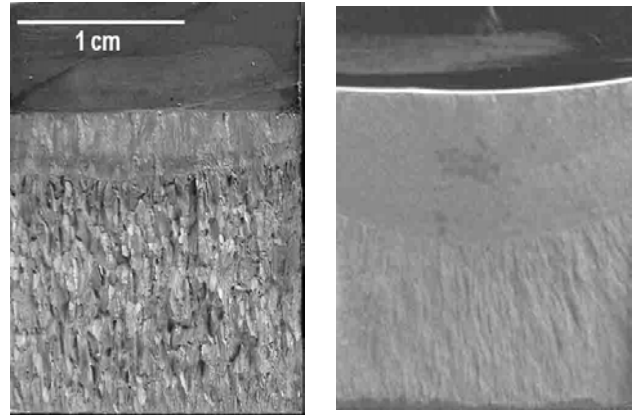


Figure 6. Fracture surfaces of toughness specimens. a) β -forged Ti-6246 b) $\alpha+\beta$ -forged Ti-6246

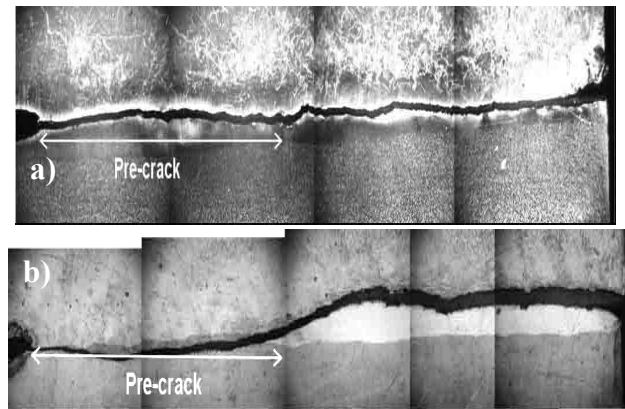


Figure 7. Crack paths for fracture toughness specimens. a) $K_{Ic} = 14 \text{ MPa.m}^{1/2}$ b) $K_{Ic} = 45 \text{ MPa.m}^{1/2}$

Fracture surfaces are quite different too. When the crack remained by the weld line, a brittle appearance and a very fine equiaxial microstructure are visible. In the other cases, rougher surfaces and coarser microstructural details, probably corresponding to deformed lamellae of alpha phase, are appreciated

From these observations, it can be concluded that the “real” toughness of the weld is around 14 MPa.m^{1/2}, because in that test the crack front went through the weld line. This low value was expected because the extremely fine microstructure on the weld zone has a very high hardness, which is usually associated with a loss in fracture toughness. The results obtained for the other specimens are in fact evaluations of the HAZ toughness, because the crack deviated to this area. Values are higher than for the weld but lower than for the base material since the HAZ microstructure is a transition between both.

In this line of ideas, for these inhomogeneous systems, measurement of toughness alone has little meaning if it is not related to the tensile properties of the material system. It has been demonstrated that the apparent fracture toughness of the same HAZ microstructure can change dramatically by just modifying the tensile properties of the adjacent weld metal [14,15].

4. SUMMARY

Specimens of titanium alloys for aero-engine applications were welded by linear friction. Microstructural and mechanical analysis showed a narrow heat affected zone with a very fine microstructure and high hardness.

In the tensile tests of welded samples, fracture never took place by the weld zone and properties are close to those of base materials.

Fracture toughness of the weld was difficult to evaluate because the crack tend to deviate from the weld centre. When the crack remains totally in the weld line, low toughness values are found.

ACKNOWLEDGEMENTS

Authors acknowledge the financial support of the European Commission (Contract G6RDCT200100631-DUTIFRISK) and from the Spanish Ministerio de Ciencia y Tecnología (MAT2003-01685).

REFERENCES

- [1] Aeronautics for Europe. *Office for Official Publications of the European Communities*, 2000.
- [2] Esslinger, J. *Proceedings of the 10th World conference of titanium* (Ed. G. Lütjering) Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2003.
- [3] Roder O., Helm D., Lütjering G. *Proceedings of the 10th World conference of titanium* (Ed. G. Lütjering) Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2003.
- [4] Barreda J.L., Santamaría F., Azpiroz X., Irisarri A.M. y Varona J.M. "Electron beam welded high thickness Ti6Al4V plates using filler metal of similar and different composition to the base plate". *Vacuum* 62 (2-3): 143-150, 2001.
- [5] Eizaguirre I., Barreda J.L., Azpiroz X., Santamaría F. y Irisarri A.M. "Fracture toughness of the weldments of thick plates of two titanium alloys". *Titanium'99: Proceedings of the 9th World Conference on Titanium: Saint Petersburg*, 1999, pp. 1734-1740.
- [6] Toster F., Dos Santos J.F., Koçak M. y Penasa M. "Mechanical and Microstructural Characterization of Laser Beam Welded Titanium Alloys" *5th International Conference: Trends in Welding Research*, Pine

Mountain, GA, USA, 1-5 June 1998, ASM International, Materials Park, OH, 1999, pp.887-892

[7] Varis A. y Frost M. "On extrusion stage of linear friction welding of Ti-6Al-4V". *Mater. Sci. Eng. A271*, 477-484, 1999.

[8] Helm D. y Lütjering G. "Microstructure and properties of friction-welds in titanium alloys". *Titanium'99: Proceedings of the 9th World Conference on Titanium: Saint Petersburg*, 1999, pp. 1726-1733.

[9] Corzo M., Casals O., Alcalá J., Mateo A. y Anglada M., "Evaluación mediante técnicas de indentación de soldaduras por fricción lineal en aleaciones de titanio". *Rev. Metal. Madrid* 41, 6, pp. 403-409, 2005.

[10] Donachie, M.J., *Titanium. A technical guide*. ASM 2000.

[11] Corzo M., Mendez J., Villechaise P., Rebours C., Ferte J.-P., Gach E., Roder O., Llanes L., Anglada M. y Mateo A., "High-cycle fatigue performance of dissimilar linear friction welds of titanium alloys" *Proceedings of the 9th International Fatigue Congress*. Ed. Elsevier, Atlanta, USA, 2006.

[12] E-399, "Standard test method for plane strain fracture toughness of metallic materials", ASTM, Philadelphia, EEUU, 1990.

[13] Saucer C. y Lütjering G. "Influence of α layers and β grains boundaries on mechanical properties of Ti alloy". *Mater. Sci. and Eng. A319-321*, pp. 393-397, 2001.

[14] Thaulow C., Hauge M., Zhang Z.L., Ranestad O. y Fattorini F. "On the interrelationship between fracture toughness and material mismatch for cracks located at the fusion line of weldments". *Engng. Fract. Mech* 64, pp. 367-382, 1999.

[15] Toyoda M. "Transferability of fracture mechanics parameters to fracture performance evaluation of welds with mismatching". *Prog. Struct. Engng. Mater.* 4, pp. 117-125, 2002.

MOULD STEELS REPAIRED BY LASER WELDING**L. P. Borrego¹, J. T. B. Pires², J. M. Costa³ and J. M. Ferreira³**

¹ Department of Mechanical Engineering, Instituto Superior de Engenharia de Coimbra, IPC, Rua Pedro Nunes, 3030-199 Coimbra, Portugal. E-mail: borrego@isec.pt

² Department of Industrial Engineering, Escola Superior de Tecnologia, IPCB Avenida do Empresário, 6000-767 Castelo Branco, Portugal. E-mail: tbom@est.ipcb.pt

³ Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, Polo II, Pinhal de Marrocos, 3030-201 Coimbra, Portugal. E-mail: martins.ferreira@dem.uc.pt, josé.domingos@dem.uc.pt

ABSTRACT

Laser deposit welding, by using Nd-YAG, is a mould repairing process, which has the advantages relatively to the traditional methods of achieving a less change of the metal composition around the repaired zone and permitting a very accurate deposition of a small volume of the filler material in the area chosen at the work-piece surface. This paper presents a fatigue study in specimens of two base materials used in mould production (AISI H13 and P20). Filler material as well as welding parameters were analysed in order to obtain better fatigue strength. The tests were carried out under constant amplitude loading, with two stress ratios $R=0$ and $R=0.4$. Welded specimens were prepared with V notches and filled with laser welding deposits which promote some distortion and residual stresses. The fatigue results are presented in the form of S-N curves obtained in welded and non-welded conditions. Complementary measurements of hardness profiles and SEM analysis were carried out to understanding the fatigue behaviour and failure sites. The laser deposit material was the weaker region in both steels, probably due to tensile residual stresses and planar defects that are potential failure sites. Fatigue crack initiation is therefore reduced and the fatigue life propagation is enhanced. A significant mean stress effect in the base material was also observed in both mould steels.

KEYWORDS: Fatigue, Laser welding, Mould steels

1. INTRODUCTION

Mould producing is one of the more relevant Portuguese industries using high CAD/CAM technologies. The shape and manufacturing of tools for moulds are usually extremely exact and consequently very expensive. Therefore, during moulds manufacturing, the correction of localized imperfections due to design or execution as well as tool marks is very frequent.

In injection and bow moulds for plastic products and in die casting processes of aluminium and magnesium alloys, these tools are subjected to strong thermo-mechanical loads which can lead to damage of the moulds surface in the form of wear or fatigue cracks.

Laser deposit welding, by using modern ND-YAG lasers, is a new repair process, very flexible, that has the advantage relatively to the traditional methods (Micro-plasma and TIG methods) of achieving less change of the metal composition around the repaired zone. Moreover, it permits a very accurate deposition of a small volume of filler material at the area chosen in the work-piece surface, without distortion, even in the case of a small thickness of 0.2 mm. Taking in account the costs involved to produce a new mould, is obvious the

relevance of the possibility in repairing moulds without significant loss of quality. Therefore, if the operation life of dies could be successfully extended by a regular maintenance of die parts, the final price of moulds would be significantly improved.

An important property for repairing mould steels is a good weldability in both states prior and after the post-weld heat treatment. Gehricke [1] reported the superiority of the maraging steels relatively to hot-working tool steels. Grum and Slabe also observed [2, 3] that the heat treatment of maraging steels, including solution annealing and precipitation annealing, is less difficult than the heat treatment of hot-working tool steels. Despite these advantages of the maraging steels, the majority of the moulds produced in Portugal for die casting processes of aluminium and magnesium alloys use hot-working tool steels (AISI H13 and AISI P20).

The influence of the micro laser repairing welding on the fatigue strength of welded parts is a recent subject and therefore insufficiently analysed. There are only few research studies in materials welded by Nd-YAG laser such as, Waspaloy [4], NiTi alloy [5], titanium alloy [6] and automotive aluminium alloys [7], but none of these analyses the fatigue behaviour.

For moulds steels there are also no research studies about the laser deposit welding process effects in respect to microstructure, hardness and residual stresses variations in the laser-deposited layer and in the heat-affected zone. These variations will have an important influence in the thermal-mechanical fatigue strength of the moulds parts.

In recent work [8], the authors obtained the fatigue strength of H13 and P20 mould steels, for both non-welding and surface laser welded specimens with U notches. Filler material and welding parameters used in the preparation of the welded specimens were the ones currently used in the mould industry. The obtained data indicated that the repaired joints using Nd-YAG laser welds present significantly lower fatigue strength than base materials, mainly due the high number of defects in the welds, which promote crack initiation, and, therefore are potential failure sites. The higher residual stresses obtained in the laser-deposited material also contributed to that trend. Therefore, the optimization of the welding process is important to obtain better mechanical properties of repaired moulds.

In the present study, an Nd-YAG micro laser process will be used in order to simulate the repair of damaged tool surfaces. A fatigue analysis of the H13 and P20 mould steels with surface defects repaired by the laser process will be performed with several filler materials, welding parameters and welding geometry. The fatigue data obtained with the new welding conditions will be compared with the previously obtained S-N curves in welded and plain specimens [8]. Finally, microhardness analyses of the laser-welded regions, as well as SEM observation, will also be performed after laser repair.

2. EXPERIMENTAL DETAILS

This research was conducted using two base materials, namely hot-working tool steels: AISI H13 and AISI P20. The P20 steel was investigated in the as received condition, *i.e.*, with quenching and tempering treatment, while the H13 steel was quenching and tempering only after machining. The chemical composition and the mechanical properties of these alloys are depicted in tables 1 and 2, respectively.

Table 1. Chemical composition of the analysed mould steels (weight %).

Steel	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V
H13	0.39	1.0	0.4	5.2	1.3	-	1.0
P20	0.37	0.3	1.4	2.0	0.2	1.0	-

The H13 steel is mainly used in the production of moulds for die casting processes of aluminium and magnesium alloys and the P20 steel in the production of moulds for injection and bow of plastic products

Table 2. Mechanical properties of the mould steels.

Steel	σ_{UTS} [MPa]	σ_{YS} [MPa]	ϵ_r [%]	HV
H13	1990	1650	9	550
P20	995	830	12	300

Fatigue tests were performed with rectangular cross-section specimens with surface welded specimens. Welded specimens were prepared with V notches and filled with laser welding deposits in order to simulate the repair of damaged tool surfaces. Figure 1 illustrates the major dimensions of the samples used in the tests. The radius of the V notch tip was 0.5 mm. Several laser-deposited layers were performed in these specimens using filler wire.

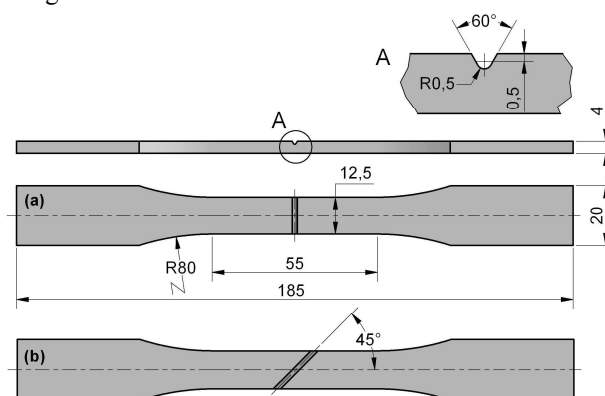


Figure 1. Geometry of the rectangular cross-section specimens used in the tests (dimensions in mm)

Welding was conducted with a Nd-YAG laser system, HTS 180 Laser Tool, using a pulsating electric current with 6 Hz and 8 ms of impulse time. A filler wire with 0.4 mm diameter was used. An Ar/He-mixture (5% He) with a flow of 0.6 l/min was used as shielding gas. The filler material used for the H13 steel specimens was a stainless steel while for the P20 steel specimens several alloy steels were analysed. The chemical composition of the filler wires are presented in table 3.

Table 3. Chemical composition of the filler wire materials (weight %).

Steel	Wire	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V
H13		0.15	1.5	2	20		7	
P20	A	0.35	0.3	1.2	7	2		
	B	0.1	0.6	1.3		0.5		
	C	0.25		1.4	1.6	0.3		0.4

Four combinations of welding parameters were analysed in order to obtain the lower level of defects. As indicated in table 4 the power was ranged between 58% and 63% of maximum laser system power (180 W) and the laser beam diameter was ranged between 0.5 and 0.6 mm. The best combination was selected after optical microscopy analysis of the level of defects observed in cross sections of the welds.

Table 4. Welding parameters analysed.

Type	Laser Power [W]	Laser beam Ø [mm]
(a)	104.4	0.5
(b)	106.2	0.5
(c)	111.6	0.6
(d)	113.4	0.6

All the fatigue tests were performed in load control using a computer-controlled servo-hydraulic Instron machine with 100 kN capacity. The tests were carried out under constant amplitude loading, with two stress ratio $R=0$ and $R=0.4$. All tests were conducted in air, at room temperature and with a load frequency of 25 Hz. The specimens were clamped by hydraulic grips.

In order to characterise the welded joint and the Heated Affected Zone (HAZ) Vickers hardness profiles were obtained using a Struers Type Duramin-1 microhardness tester, with an indentation load of 2000 gf during 15 s, according to the ASTM E 348 standard [9]. The hardness profiles were obtained at the repairing joint cross-sections, along a longitudinal line at 0.5 mm from the specimen surface. The measurements were performed at each 0.15 mm, along a distance from the laser weld centre until hardness stabilization.

Finally, SEM observations of the final rupture locals were performed in laser welded specimens using a Philips XL30 scanning electron microscope.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Optimization of the welding process

Fatigue strength of welded specimens of P20 mould steel are plotted in figure 2 as nominal stress amplitude, $\Delta\sigma/2$, against the number of cycles to failure, N_f (S-N Wholler curves). Three series of specimens were tested with the notches filled with the three materials (A, B and C) indicated in table 3. It can be observed that filler materials B and C present the higher fatigue strength, being material C the more resistant.

The mean values of the hardness measured near the middle of the weld deposit were: 744 HV for material A, 406 HV for material B and 398 HV for material C. Material A, which presents the higher hardness is also the one that has the lower resistance. The chemical composition with a higher level of Cr content justifies the formations of hard microstructures. Materials B and C having lower and similar hardness present very close S-N curves.

Figure 3 shows SEM images of the fatigue surfaces obtained in P20 welded specimens filled with the filler materials A, B and C indicated in table 3. Figure 3(a) is for the type A filler material showing a rough surface

where the brittle crack propagation is the main mechanism. Some secondary cracks normal to the surface can also be observed.

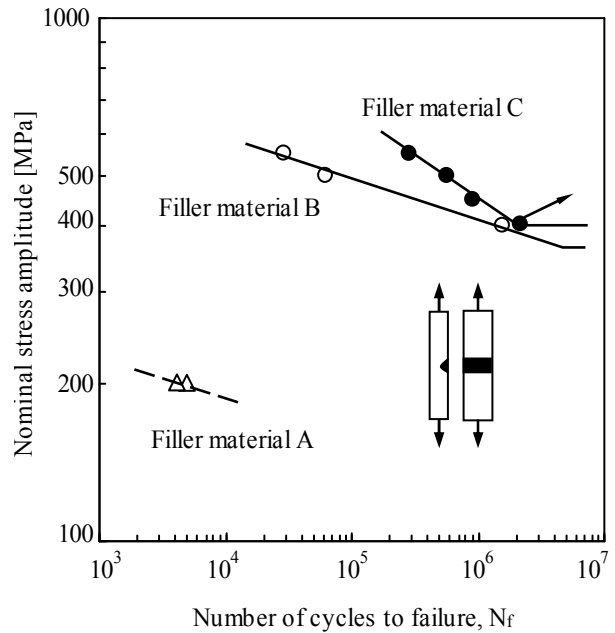


Figure 2. S-N curves for the three filler materials of table 3. P20 mould steel.

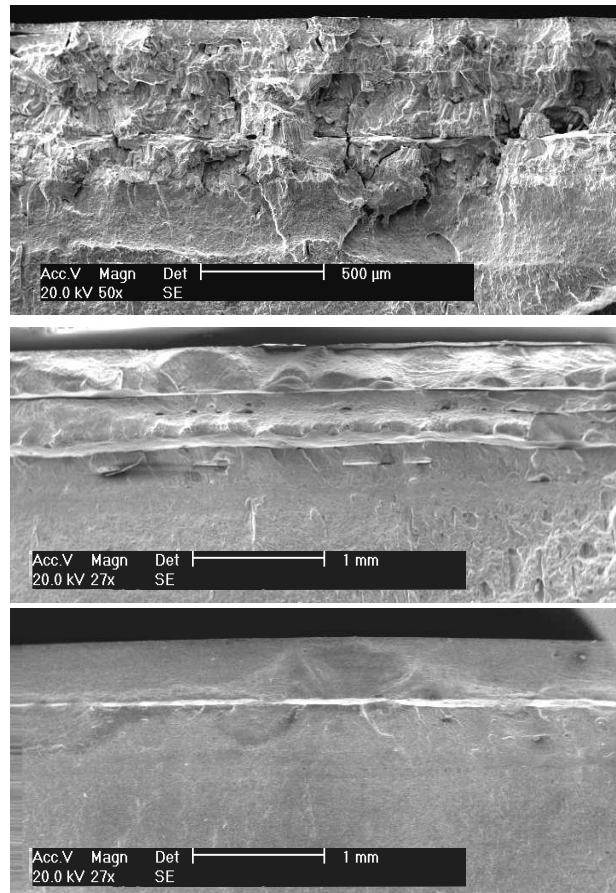


Figure 3. Fatigue fracture appearance of the P20 welded specimens filled with type A, B and C filler wires. $R=0$, $\Delta\sigma = 500$ MPa.

Figures 3(b) and 3(c) are for type B and C filler materials, respectively. Smooth fatigue surface with several planar defects normal to the surface can be observed. In both figures multiple crack initiation sites starting from the surface of these defects are visible. However, the SEM image (b) obtained for type B filler wire present a higher level of defects than image (c) obtained type C material, which can explain its slightly higher fatigue resistance observed in figure 2.

The hardness profiles obtained at the repaired joint cross-sections of specimens welded with welding processes (a) to (c), as indicated in table 4, are shown in figure 4, along a longitudinal line at 0.5 mm from the specimen surface. The measurements were performed at each 0.15 mm, along a distance from the laser weld centre until hardness stabilization. Four combinations of welding parameters were analysed in order to obtain the lower level of defects. It can be seen that the increase of the laser power lead to an increase of the hardness values, specially, in the heat affected zone. The best combination was selected after an optical microscopy analysis of the level of defects observed in the weld cross sections.

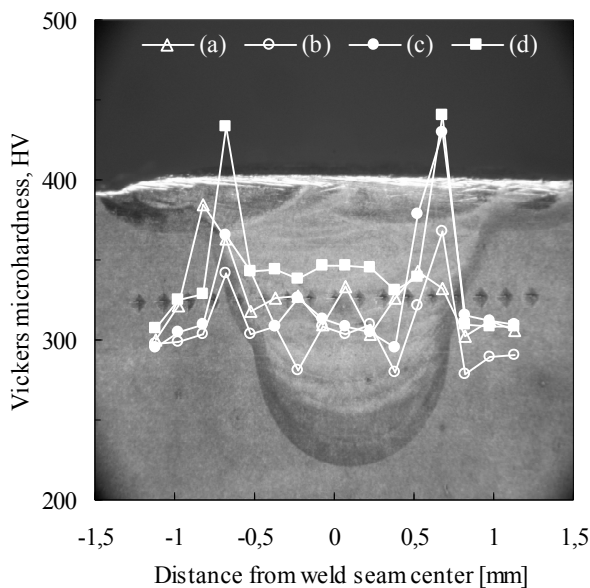


Figure 4. Hardness profiles in laser welds: (a) $P=104,4$ W, $d=0,5$ mm; (b) $P=106,6$ W $d=0,5$ mm; (c) $P=111,6$ W $d=0,6$ mm; (d) $P=113,4$ W, $d=0,6$ mm. P =laser power., d = laser beam diameter.

Figure 5 present photos obtained by optical microscopy analysis of the level of defects observed in hatched cross sections trough the welds. Between the four combinations of welding parameters analysed in order to obtain the lower level of defects. The one that provides the best results was with a laser power of 113.4 W (about 63% of the maximum power of the laser welding machine – 180W) and a laser beam diameter of 0.6 mm. Figure 5(d) shows that with these parameters planar defects are virtually absent.

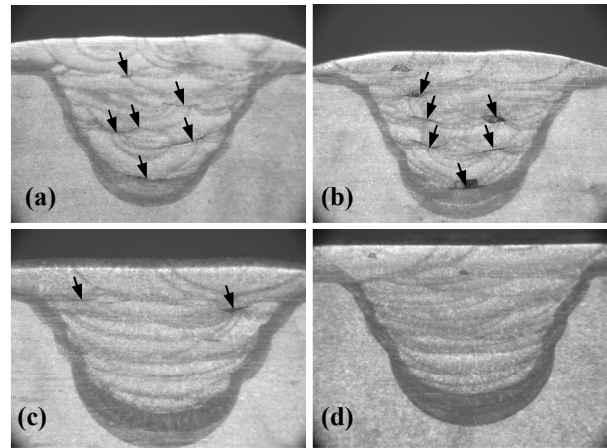


Figure 5. Welds hatched cross section: (a) $P=104,4$ W, $d=0,5$ mm; (b) $P=106,6$ W $d=0,5$ mm; (c) $P=111,6$ W $d=0,6$ mm; (d) $P=113,4$ W, $d=0,6$ mm. P =laser power., d = laser beam diameter.

3.2 Fatigue results

Fatigue strength of welded and non-welded specimens are plotted in Fig. 6 for P20 mould steel as nominal stress amplitude, $\Delta\sigma/2$, against the number of cycles to failure, N_f (S-N Wholler curves).

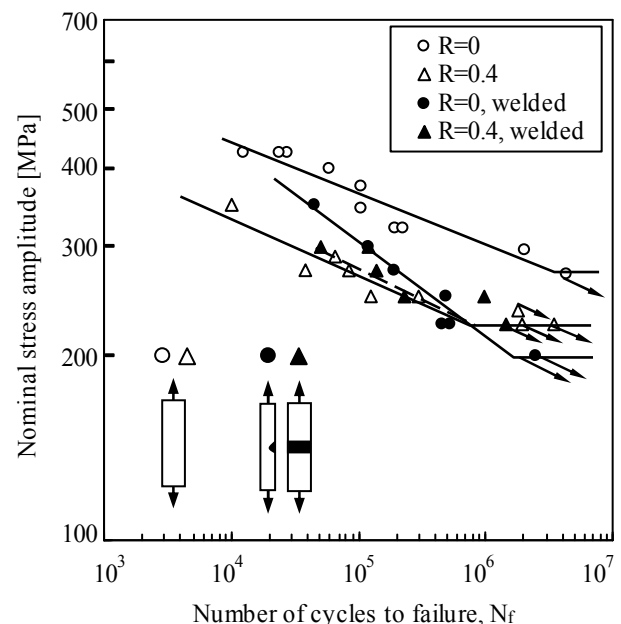


Figure 6. S-N curves for welded and non-welded specimens. P20 steel. $R=0$ and $R=0.4$. Weld angle= 0° .

The results were obtained from tests performed at stress ratios $R=0$ and $R=0.4$. This figure shows an important decrease of the fatigue strength obtained at $R=0.4$ in comparison to the stress ratio $R=0$, *i.e.*, there is a high mean stress effect in the fatigue strength of P20 steel using non-welded specimens.

Welded specimens, tested at $R=0$, present a significant lower fatigue resistance than the correspondent non-welded specimens tested for the same stress ratio. The

welded specimen have a plane surface laser welding, therefore there is no stress concentration in the weld joint. Also, the finishing of both welded and non-welded specimens is similar. Therefore, the decrease of the fatigue strength observed in the welded specimens must be explained in terms of other factors such as filler material mechanical properties, residual stresses or welding defects. However, the welded specimens, tested at $R=0.4$, present a similar fatigue resistance to the correspondent non-welded specimens tested for the same stress ratio and also very close to the curve obtained with welded specimens for $R=0$. We must conclude that the residual stresses is probably the main factor affecting the fatigue behaviour and that the low level of planar defects obtained with the new welding parameters have only small influence.

Preliminary residual stresses measurement were obtained in previous work [8] by X-ray diffraction. The residual stresses values observed at critical points (laser-deposited material) greater than 400 MPa increases significantly the value of the mean-stress of the fatigue cycle which has a detrimental effect in fatigue lives and contributes as a consequence to the lower fatigue resistance observed in the welded specimens. A more extensive analysis of the residual stresses distribution in the laser deposit welding is in course by X-ray diffraction and by the hole technique in order to permit a better understanding of the trends of the fatigue curves shown in figure 6.

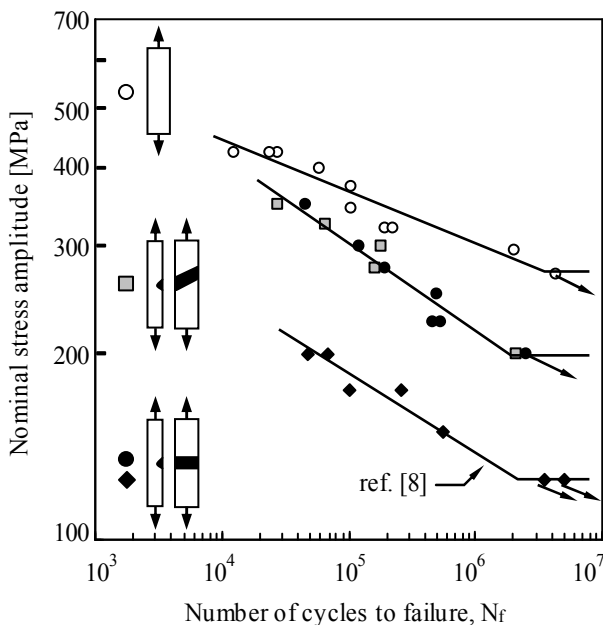


Figure 7. Influence of welding parameters in fatigue strength. P20 steel. $R=0$. Weld angles = 0° and 45° .

Figure 7 compares the S-N fatigue curves for non-welded specimens and welded specimens in P20 steel and $R=0$. Two series of tests performed with welded specimens are shown: one is for the new welding parameters optimized as indicated above and using two directions for the welds (0° and 45°); the other was

previously obtained [8] using the currently used parameters in the mould industry. It can be clearly observed an important increase of the fatigue resistance with the welding procedure and that the weld angle has no effect on the fatigue lives.

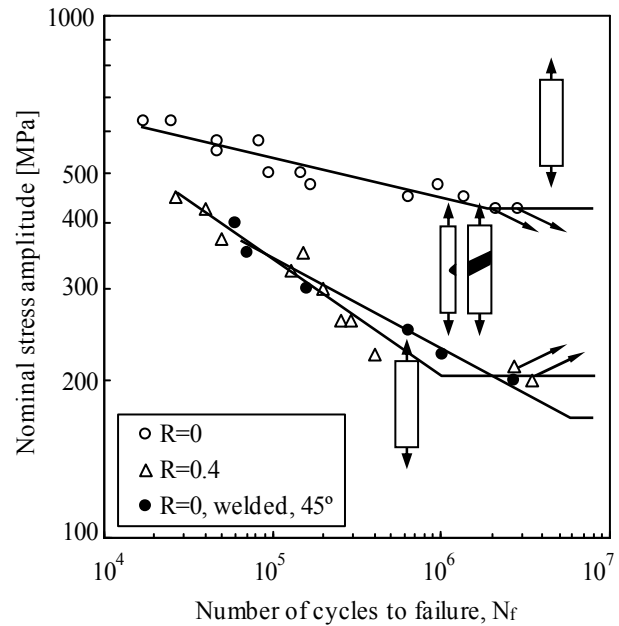


Figure 8. S-N curves for welded and non-welded specimens. H13 steel. $R=0$ and $R=0.4$. Weld angle = 45° .

The fatigue results obtained for H13 mould steel at $R=0$ and $R=0.4$ for non-welded specimen and at $R=0$ for welded-specimens with a weld angle of 45° are depicted in figure 8. As for the P20 steel the results obtained in the H13 hot-working steel show a significant fatigue strength decrease of welded specimens when compared with non-welded specimens for $R=0$. Additionally, there is also a high mean stress effect in the fatigue strength obtained with the non-welded specimens.

Figure 9(a) shows several planar defects that result from a lack of fusion between the successive laser-deposit layers. It seems that there are multiple crack initiation sites starting from the surface of these defects. These defects provide new surfaces where the crack can be more easily initiated due to the lower constraint of the plastic deformation that characterizes the surface grains of a material. However, taking in account that the defects are planar and almost parallel with to the loading direction there is no detrimental effect in the fatigue resistance. In spite of the optimization of the welding process which leads to an effective increase on the fatigue resistant as observed in figure 7, some defects remain in the welds, although in a number significant less than the obtained with the generally welding process currently used in mould industry.

Figure 9(b) is a SEM image obtained in a P20 welded specimen with a weld angle of 45° . In this case a single crack initiation site, starting from the specimen surface is observed. Only one important planar defect can be

seen inside the weld deposit. In spite of its high dimension, the provable higher level of the residual stress near the surface and the less constrain of the surface grains can explain the initiation site observed. The direction of the weld is the obvious reason for figure (b) presenting a lower level of defects compared to figure (a).

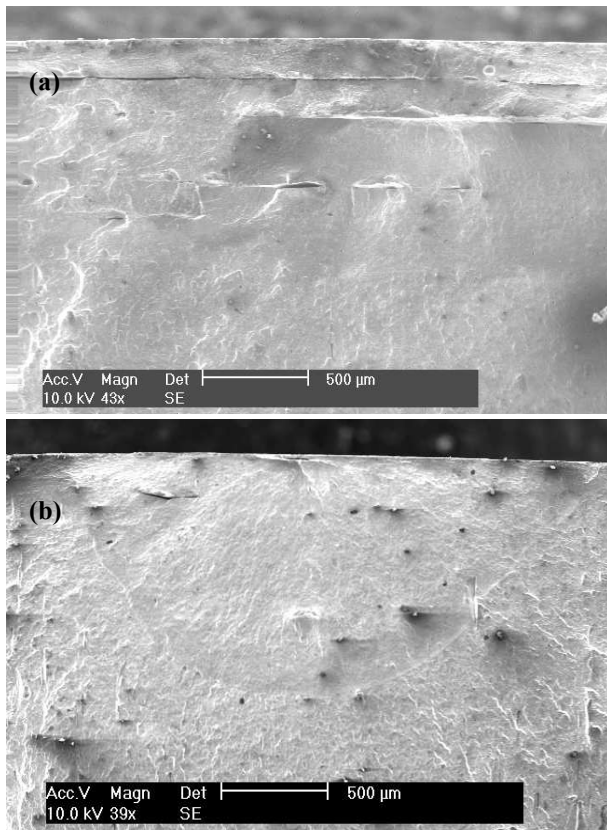


Figure 9. Fatigue fracture appearance of the P20 mould steel welded specimens for the filler material C (table 3). $R=0$, $\Delta\sigma = 550$ MPa. Weld angles: (a) 0° ; (b) 45° .

4. CONCLUSIONS

The fatigue strength of H13 and P20 mould steels was obtained in terms of S-N curves, for surface laser welded specimens. The analysis was performed with several filler materials, welding parameters and welding geometry in order to select the welding parameters that conduce to the higher fatigue resistance. In spite of the improvement of the level of defects obtained with the new welding process, the repaired joints using Nd-YAG laser welds present significantly lower fatigue resistance for $R=0$ than base materials, probably as consequence of an important level of tensile residual stresses in the weld deposit, which increases the effective mean stress. For $R=0.4$ no effect of the weld deposits were observed in the P20 steel, being the welded specimens curves for $R=0$ and $R=0.4$ very similar and almost superimposed with the S-N curve obtained for non-welded specimens at $R=0.4$. An analysis of the residual stresses distribution in the laser deposit welding is in course by

X-ray measurement with a Ψ diffractometer and by using the hole technique in order to better understanding this behaviour.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to acknowledge POCI programme, project POCI/EME/55918/2004, for funding the work reported, Anibal H. Abrantes S.A. company for performing the laser welds and ThyssenKrupp Portugal company for performing the heat treatment of the specimens.

REFERENCES

- [1] Gehricke. B. Development, properties and characteristics of a new maraging steel for die casting dies. Proceeding of the Conference on the Die Casting Technology in Harmony with the Environment, Cleveland: 1993. USA. 209–17.
- [2] Grum J, Slabe J. M. Possibility of introducing laser surfacing into maintenance service of die-casting dies. Surface and Coatings Technology 2004; 180-181: 596-602.
- [3] Grum J, Slabe J. M. A comparison of toll-repair methods using CO2 laser surfacing and arc surfacing. Applied Surface Science 2003; 208-209: 424-31.
- [4] Li , Z., Gobbi, S.L., Loreau, J.H., “Laser welding of Waspaloy sheets for aero-engines”, J. Mater. Processing Technology, Vol. 65, pp 183-190, 1997.
- [5] Falvo, A., Furgiuele, F.M., Maletta, C., “Laser welding of a NITI alloy: Mechanical and shape memory behaviour”, Mater. Sci. Engng., Vol A412, pp 235-240, 2005.
- [6] Turner, M.W., Crouse, P.L., Li, L., “Comparison of mechanisms and effects of Nd-YAG and CO2 laser cleaning of titanium alloys”, Applied Surface Science, Vol 252, pp 4792-4797, 2006.
- [7] Kuo, T.Y. and Lin, H.C., “Effects of pulse level of Nd-YAG laser on tensile properties and formability of laser weldments in automotive aluminium alloys”, Mater. Sci. Engng., Vol A416, pp 281-289, 2006.
- [8] Borrego, L.P., Pires, J.T.B., Costa, J.M., Ferreira, J.M., “Fatigue behaviour of laser repairing welded joints”, Engng. Failure Analysis, In Press.
- [9] American Society for Testing and Materials. Standard test method for microhardness of materials. Annual Book of ASTM Standards 2000: Volume 03.01, ASTM E 384
- [10] Lawrence FV, Dimitrakis SD, Munse WH. Factors influencing weldment fatigue. Fatigue and Fracture Handbook. American Society for Metals, 1996.

EFEECTO DE LA DISIMILITUD MECÁNICA EN LA CURVA DE TRANSICIÓN DE UNIONES SOLDADAS

R. Lezcano

¹Fundación ITMA. Centro Tecnológico del Acero y Materiales Metálicos. C/ Calafates s/n. 33417 Avilés
E-mail: lezcano@itma.es

C. Rodríguez, C. Betegón

²Universidad de Oviedo. Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación. Escuela Politécnica Superior de Ingeniería, Campus Universitario 33203 Gijón.
E-mail: cristina@uniovi.es

RESUMEN

En este trabajo se evalúa el efecto de la disimilitud mecánica (diferencia de límites elásticos entre el material base y el de aporte) y geométrica (diferentes espesores de garganta) sobre la tenacidad de una unión soldada a diferentes temperaturas. Para ello se han determinado experimentalmente las curvas de transición de diferentes uniones soldadas en las cuales el material de aporte, que contiene la grieta, se mantiene constante, variándose tanto el material base como el ancho de la zona soldada. Para la realización de los cupones soldados se seleccionaron dos materiales base cuyo límite elástico era mayor (unión débil) y menor (unión fuerte) que el del metal de aporte. A su vez, ambos tipos de unión fueron ejecutados con dos anchos de junta distintos: 20 mm (garganta ancha) y 10 mm (garganta estrecha) de separación entre bordes. El comportamiento a fractura a las diferentes temperaturas se determinó sobre probetas tipo SENB con grieta corta ($a/W = 0.24$) extraídas de cupones soldados al efecto. Los resultados obtenidos muestran que la presencia de un material base menos resistente (unión fuerte), desplaza la curva de transición hacia menores temperaturas y valores de tenacidad más elevados. Este efecto se acentúa cuanto más estrecha sea la junta soldada.

PALABRAS CLAVE: Disimilitud mecánica y geométrica, curva de transición, unión soldada

ABSTRACT

This study analyzed the effect of mechanical (yield strength differences between the base metal and the weld metal) and geometric (different widths of weld metal) mismatching on the toughness of cracked welded joints at different temperatures. Transition curves of different welded joints were obtained experimentally. In those joints the filler material, containing the crack, remained constant, varying the base material and the width of the welded zone. Two base materials were selected for the welding coupons, one of higher yield strength than that for the filler material (overmatched) and one of lower (undermatched). Also, both types of joints were carried out with two different widths between welding borders: 20 mm and 10 mm. The fracture behaviour at different temperatures was determined using SENB specimens with a short crack length ($a/W = 0.24$). It was found that in the presence of a base material less resistant than the weld material (overmatched joint), the transition curve is displaced towards lower temperature and higher toughness values. This effect is more accentuated as the width of the welded zone decreases.

1. INTRODUCCIÓN

La presencia de defectos y fisuras en las uniones soldadas es un fenómeno inherente a la propia naturaleza de este tipo de unión, debido tanto a la heterogeneidad de sus componentes (metal base, zona afectada, metal de aporte) como a otros muchos factores, entre los que cabe destacar la presencia de tensiones residuales. Esta es la razón por la que, en la mayoría de los casos, el aseguramiento de la integridad de toda estructura soldada, pasa por el conocimiento del comportamiento a fractura de la unión y, consecuentemente, por el análisis del modo en el que el comportamiento de la grieta en la soldadura se ve afectado por diferentes factores.

Uno de esos factores es la denominada disimilitud de propiedades mecánicas entre los materiales que constituyen la unión. Así, a la hora de diseñar una unión entre dos chapas de un material determinado, se puede optar por un material de aporte con una mayor resistencia mecánica que el material base (unión fuerte) o por un material de aporte con una menor resistencia mecánica (unión débil). Burstow y Ainsworth [1] demostraron, por medio de líneas de deslizamiento, que los campos tensionales de probetas agrietadas sometidas tanto a flexión como a tracción, están afectados por la diferencia en los límites elásticos de sus componentes, y lo mismo sucede con las curvas R que determinan las condiciones de propagación de la fisura. Diversos autores [2, 3, 4, 5] coinciden en señalar que en el caso de uniones soldadas con la grieta situada en el metal de

aporte, centrada con respecto al metal base y creciendo en dirección del espesor de la chapa, paralelamente a la intercara entre los dos metales, la influencia de la zona afectada térmicamente (ZAT) es despreciable, de modo que la soldadura puede idealizarse mediante dos únicos materiales: aporte y base. Aceptando esta simplificación, se puede definir un parámetro de disimilitud mecánica m , que cuantifica la diferencia de los límites elásticos de los materiales de aporte y base, como

$$m = \frac{\sigma_{0W}}{\sigma_{0B}} \quad (1)$$

donde, σ_{0B} es el límite elástico del material base, y σ_{0W} el límite elástico del material de aporte. Definido este parámetro, las uniones fuertes (resistencia del material de aporte mayor que la del base) están representadas por valores de m mayores que la unidad y las uniones débiles (resistencia del material de aporte inferior a la del material base) por valores menores que la unidad, correspondiendo a $m=1$ la unión homogénea.

Además, en el caso cuerpos constituidos por más de un material, como es el caso de las uniones soldadas, el comportamiento a fractura también se verá afectado por el tamaño del material que contiene a la grieta, es decir, por el ancho de la zona soldada en el caso de una grieta creciendo por el material de aporte. La explicación a este hecho hay que buscarla en el tamaño de la zona plástica que aparece en el frente de la grieta y que condiciona los campos de tensiones [6]. Mientras que la zona plástica esté confinada dentro del material de aporte, no existe diferencia entre los campos tensionales, pero una vez que alcanza el material base, con un comportamiento plástico diferente, empiezan a manifestarse las diferencias. Si el material base es más débil (más dúctil) que el de aporte (uniones fuertes), el campo plástico será mayor y el nivel de tensiones inferior (la constricción disminuye), produciéndose el efecto contrario en el caso de uniones débiles. Obviamente, en el caso de una unión con garganta estrecha, la zona plástica alcanzará antes el material base y su efecto se advertirá antes. Otros factores de tipo geométrico que también influirán decisivamente en la tenacidad de los materiales serán el espesor del material (tensión plana-deformación plana) y el tamaño de la grieta.

La constatación experimental de todos estos factores sobre la tenacidad de una unión soldada ya había sido realizada a temperatura ambiente en trabajos anteriores [7]. Al objeto de ampliar dicho estudio a otras temperaturas, en esta ocasión se ha evaluado el modo en el que las diferentes variables afectan a la curva de transición de la unión soldada. Las variables analizadas fueron tanto la diferencia entre las propiedades mecánicas del material de aporte y del base (disimilitud mecánica), como el tamaño de la zona soldada (ancho de garganta) y la longitud de la grieta. Para ello se diseñó un amplio programa experimental que permitió obtener las curvas de resistencia (curvas J-R) de

diversas configuraciones de unión soldada a diferentes temperaturas de ensayo.

3. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Dado que los objetivos perseguidos en este trabajo son varios, tanto la elección de los materiales a soldar como los procedimientos de soldeo a utilizar estuvieron sujetos a varias consideraciones.

En primer lugar, para estimar la influencia de la disimilitud de propiedades mecánicas, se eligieron dos materiales base con unas características mecánicas diferentes al de aporte, esto es, uno con menor resistencia que el material de aporte (material que denominaremos MB_{mf}) y el otro con una resistencia superior (material MB_{sup}). Asimismo, y al objeto de idealizar la unión como si estuviese constituida únicamente por dos materiales (aporte y base), era necesario que la zona afectada por el calor (ZAT) fuese lo más pequeña posible, por lo que el proceso de soldeo utilizado debía de ser optimizado para este propósito. En cuanto a consideraciones geométricas, la unión soldada debía estar sujeta a varias. En primer lugar, y para asegurar condiciones de deformación plana, el espesor de la chapa debía ser lo mayor posible ($t=20mm$). Por su parte, y al objeto de analizar la influencia de la geometría de la unión, era necesario seleccionar dos separaciones de bordes diferentes ($H=2, h=10mm$ y $H=20mm$) y, además para que las condiciones de constricción geométrica de la grieta durante su crecimiento por el material de aporte permaneciesen constantes, la preparación de bordes debía ser lo más recta posible.

Todas estas premisas llevaron a la realización de los cupones soldados utilizando un proceso de soldeo semiautomático MAG, por su facilidad para localizar el calor y gran flexibilidad de reglaje, utilizando como metal de aporte hilo macizo de 1 mm de diámetro del tipo E 70 S6, protegido con una mezcla Argón-CO₂ (88%-12%). El soldeo se ha realizado mediante técnica multipasada con cordones estrechos y utilizando chapa de respaldo o soportes cerámicos, para evitar el descuelgue de material. Este tipo de preparación de bordes exige el aporte de gran cantidad de material y, consecuentemente, de aporte de calor, parámetro que es necesario controlar si queremos obtener una ZAT despreciable. Por esta razón se han utilizado intensidades entre 140 y 200 A, tensiones de arco entre 20 y 25 V así como un proceso de soldeo a izquierdas, por cordones estrechos, sin balanceo lateral y con velocidades de avance de 20 a 30 cm/min. De este modo se consigue limitar el aporte térmico a aproximadamente 10 kJ/cm. También se ha controlado la temperatura entre pasadas (< 250°C) para evitar acumulaciones de calor que pudieran conducir a ZAT muy amplias. La figura 1 muestra las macrografías de

los dos tipos de diseño de junta utilizados: a) H=10mm y b) H=20mm.

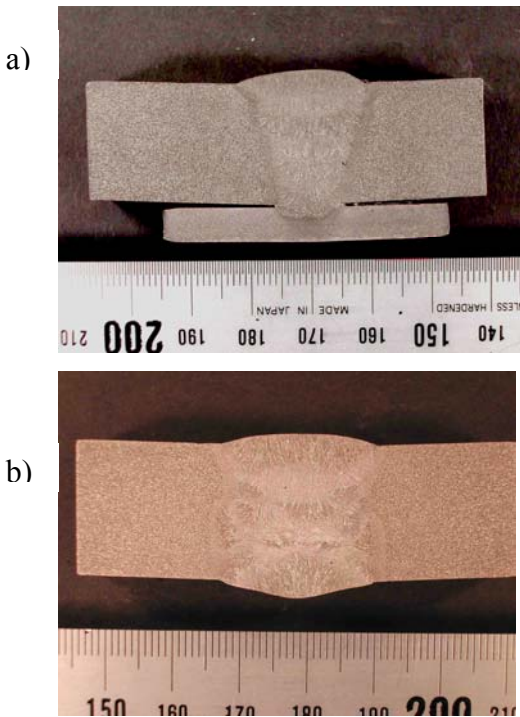


Figura 1. Macrografías de los dos tipos de junta soldada: a) garganta estrecha H=10mm, b) garganta ancha, H=20mm

Tras la revisión de los cupones por medios no destructivos, se ha procedido a extraer de los mismos, probetas de tracción y fractura conforme al esquema general mostrado en el figura 2.

Las propiedades mecánicas a tracción de todos los materiales utilizados y a las diferentes temperaturas de ensayo, se determinaron mediante la realización de ensayos de tracción en cámara ambiental siguiendo las especificaciones generales de la norma ASTM E8M. Las probetas utilizadas fueron de sección circular de 10mm de diámetro y con una longitud entre acuerdos de 70mm. Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos INSTRON de 100 KN de capacidad de carga y utilizando, para la medida de las deformaciones, un extensómetro longitudinal de 50mm de longitud inicial y 50% de deformación máxima.

La tabla 1 recoge los valores del límite elástico tanto de los materiales base, σ_{0Binf} y σ_{0Bsup} , como del material de aporte σ_{0W} , a las distintas temperaturas de ensayo. En la misma tabla se incluyen los valores del coeficiente de disimilitud mecánica, m , a las distintas temperaturas. Como puede observarse, la unión formada por el material de aporte y el MB_{inf} constituye, a todas las temperaturas una unión fuerte (el límite elástico del aporte es superior a la del material base, $m \approx 1.6$), mientras que la unión constituida por el aporte y el material MB_{sup} sería una unión débil ($m \approx 0.8$).

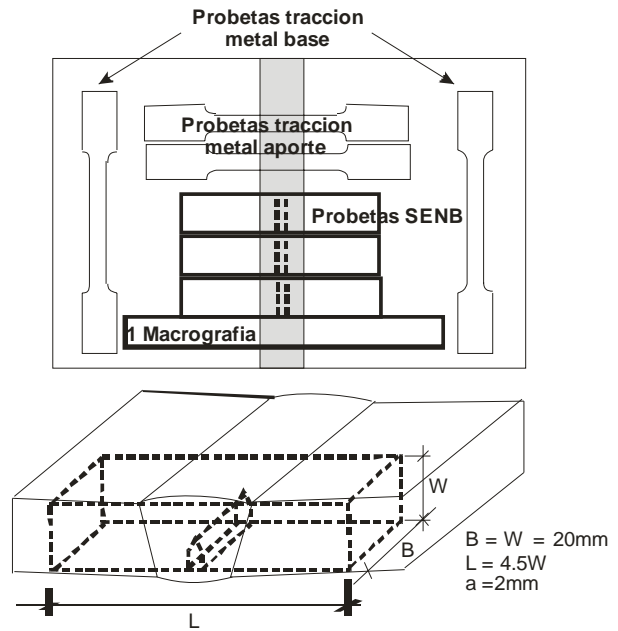


Figura 2. Croquis de extracción de probetas de los distintos cupones

Tabla 1. Valores del límite elástico y del coeficiente m a las distintas temperaturas de ensayo

Temp (°C)	σ_{0W} (MPa)	σ_{0Binf} (MPa)	σ_{0Bsup} (MPa)	m	
				$\frac{\sigma_{0W}}{\sigma_{0Binf}}$	$\frac{\sigma_{0W}}{\sigma_{0Bsup}}$
20	490	292	576	1.68	0.85
-20	499	308	586	1.62	0.85
-40	510	323	604	1.58	0.84
-60	514	335	619	1.54	0.83

Por su parte, y como puede observarse en la figura 2, los ensayos de fractura fueron realizados utilizando probetas tipo SENB (flexión en tres puntos con una entalla lateral), extraídas de los cupones soldados en dirección transversal a la soldadura y en las que se mecanizó una entalla centrada en el metal de aporte y en dirección del espesor. Las dimensiones de todas las probetas utilizadas se han mantenido aproximadamente constantes, con un ancho $W \approx 20$ mm, espesor $B = W$ y una separación entre apoyos $S = 4 \cdot W$. En la tabla 2 se recogen, las distintas configuraciones ensayadas.

Tabla 2 Denominación de las configuraciones ensayadas

Tipo de configuración	Metal Base	a/W	2h (mm)
Fuerte_estrecha_corta	MBinf	0.24	10
Fuerte_ancha_corta	MBinf	0.24	20
Débil_estrecha_corta	MBsup	0.24	10
Débil_ancha_corta	MBsup	0.24	20
Débil_ancha_larga	MBsup	0.5	20

Tras el mecanizado de la entalla se generó una grieta hasta la longitud requerida mediante un proceso de fatiga, para posteriormente, y al objeto de garantizar en el curso del ensayo un estado de tensiones uniforme y fuertemente triaxial a lo largo de todo el frente de grieta, se mecanizaron dos entallas laterales con una profundidad total del 20% del espesor de la probeta.

Como puede observarse en la tabla 2, las diferentes configuraciones se han ensayado con grieta corta, mientras que la grieta larga únicamente se utilizó para un tipo de configuración (débil_ancha) dado que en trabajos anteriores [7] se comprobó que para esta longitud de grieta el comportamiento a fractura no se ve influido por el tipo de configuración. De las configuraciones con grieta corta, dos corresponden a uniones fuertes con $m=1.6$ y otras dos a uniones débiles con $m=0.8$ con diferentes tamaños de zona soldada, $H=10\text{mm}$ (estrecha) y $H=20\text{mm}$ (ancha). De cada tipo de configuración se ensayaron dos o tres probetas al objeto de obtener una curva J-R media representativa de cada caso.

Para la determinación de la curva de resistencia al avance de la grieta (curva J-R) característica de la fractura de estos materiales a las distintas temperaturas de ensayo, se utilizó el método uniprobeta descrito en la norma ASTM E 1829-05a. El ensayo se dio por concluido cuando se producía la rotura catastrófica de la probeta o cuando el crecimiento estable de grieta superaba los 2mm. En este último caso y al objeto de obtener medidas físicas de la longitud de la grieta sobre la superficie de fractura, se procede a la rotura total de la probeta mediante un proceso de fatiga.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las figuras 3, 4, 5 y 6 muestran, respectivamente, las curvas J-R correspondientes a las uniones débil_estrecha, débil_ancha, fuerte_ancha y fuerte_estrecha todas ellas ensayadas a distintas temperaturas y con grieta corta ($a/W=0.24$). Por su parte la figura 7 recoge el caso de la grieta larga ($a/W=0.5$). En estas figuras se muestran, además, los puntos correspondientes a las medidas físicas tomadas sobre las superficies de fractura una vez concluido el ensayo, señalándose los casos en los que se produjo una fractura por clivaje.

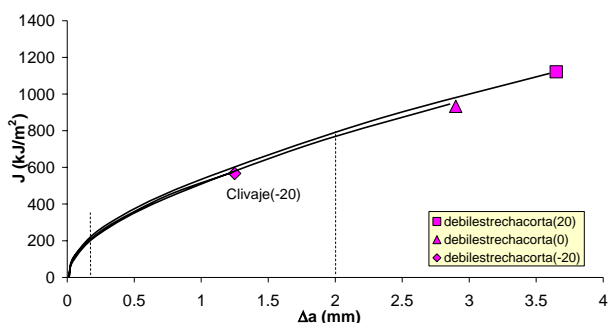


Figura 3. Curvas J-R de la unión débil_estrecha_corta

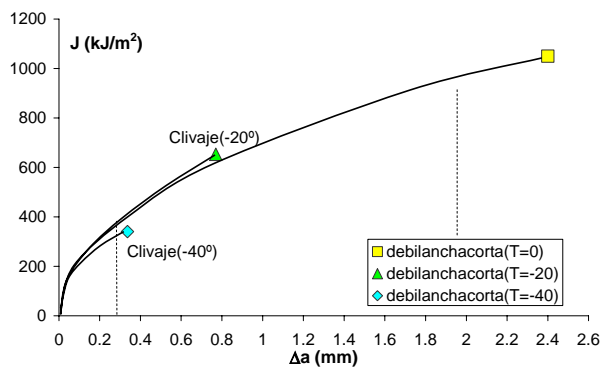


Figura 4. Curvas J-R de la unión débil_ancha_corta

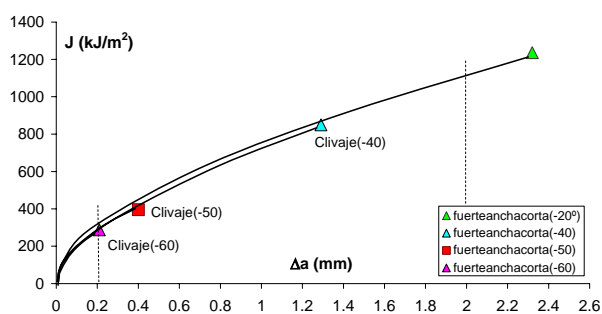


Figura 5. Curvas J-R de la unión fuerte_ancha_corta

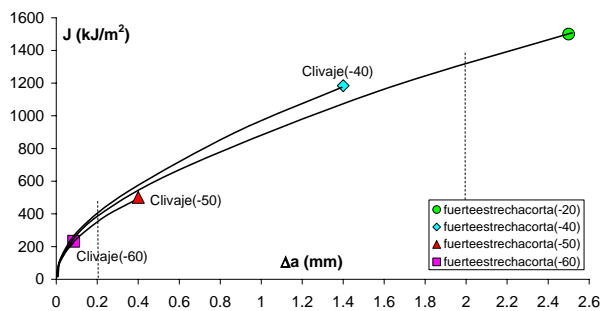


Figura 6. Curvas J-R de la unión fuerte_estrecha_corta

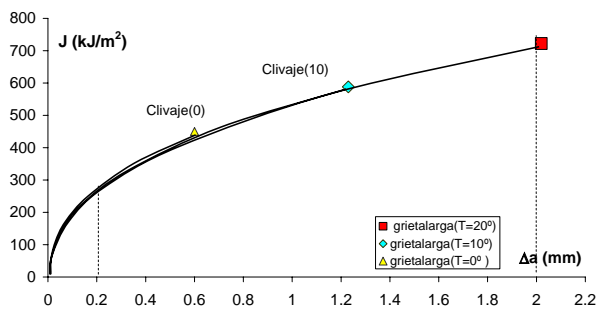


Figura 7. Curvas J-R para la grieta larga

Estos resultados reflejan que en todos los casos, la bajada de la temperatura de ensayo únicamente produce un acortamiento de las curvas J-R, es decir, conforme más baja es la temperatura el crecimiento estable de las grietas es más corto, sobreviniendo mucho antes la fractura por clivaje, pero hasta ese instante la tenacidad es la misma que la mostrada por una probeta ensayada a mayor temperatura.

Por su parte, la figura 8 muestra, al objeto de compararlas, las curvas J-R de todas las configuraciones ensayadas. Como puede observarse, el comportamiento a fractura se ve fuertemente influenciado por la configuración ensayada. Así la mayor resistencia a la propagación dúctil corresponde a la unión fuerte_estrecha, seguida de la fuerte_ancha, débil_ancha y la débil_estrecha que prácticamente coincide con la correspondiente a la grieta larga.

Estos resultados pueden ser explicados en términos de la constricción [6] a la que están sometidos los campos de tensiones correspondientes a cada tipo de probeta ensayada. Así, cuanto mayor es la constricción del campo de tensiones, la grieta se iniciará y propagará más fácilmente y, por tanto, el comportamiento del material será menos tenaz. En este caso el origen de la constricción proviene de tres fuentes distintas: por una parte la disimilitud de propiedades mecánicas entre el metal base y el de aporte (unión fuerte o débil), por otra la longitud de la grieta (grieta larga o grieta corta) y por otra la geometría de la unión soldada (el ancho de la garganta, $H=10\text{mm}$ o $H=20\text{mm}$).

Como se comentaba en la introducción, los análisis numéricos realizados por distintos autores [8, 9] coinciden en señalar que para un determinado valor de carga, la constricción es mayor cuando estamos en

presencia de una grieta larga que de una corta. Del mismo modo, una grieta en el material de aporte comenzará a crecer y se propagará con mayor facilidad cuando el material base que rodea a la soldadura tiene una mayor resistencia que el aporte (unión débil) que en caso contrario (unión fuerte) [8]. Por último, el tamaño de la zona soldada (ancho de garganta) también influye en los campos de tensiones [9], siendo la variación de estos campos más severa conforme menor es la garganta.

Así, la configuración que presenta unos mayores valores de tenacidad, tanto en el inicio, J_{IC} , como en la propagación, es la fuerte_estrecha, configuración que reúne, conjuntamente, todos los factores responsables de una disminución de la constricción: se trata de una grieta corta ($a/W=0.24$) creciendo en una banda muy reducida (garganta estrecha, $H=10\text{mm}$) de un material de mayor resistencia que el que lo rodea (unión fuerte).

Otro aspecto interesante es la influencia que ejerce sobre la tenacidad el ancho del cordón de soldadura. Así, la configuración fuerte-ancha, que únicamente se diferencia de la anterior en el ancho de la garganta muestra una tenacidad inferior tanto en el inicio del crecimiento como en la posterior propagación.

El efecto contrario lo tenemos en el caso de las uniones débiles. Así, aunque ambas son menos resistentes que las fuertes, la de menor tenacidad será en este caso la configuración con el cordón más estrecho. Se puede decir, por tanto, que conforme disminuye el ancho de la unión mayor es el efecto de la disimilitud de propiedades entre el metal base y el de aporte.

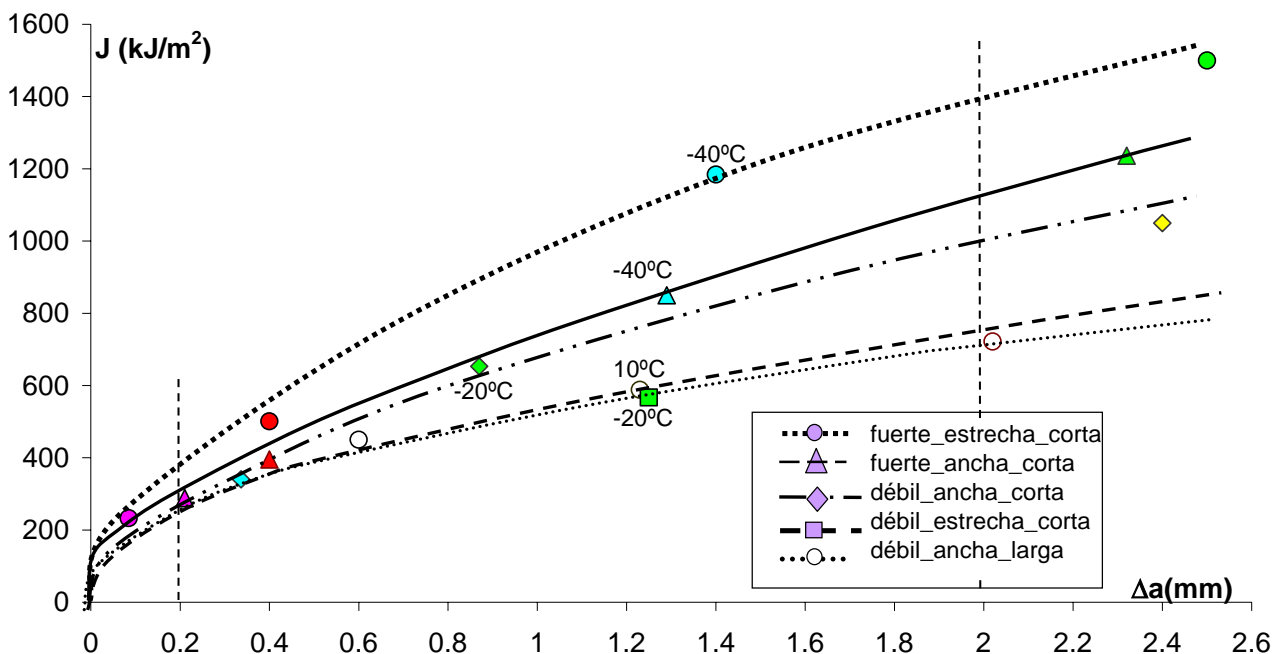


Figura 8. Curvas J-R representativas de las distintas configuraciones a varias temperaturas

Este efecto también se muestra si analizamos los puntos en los que la propagación dúctil se ve interrumpida por una rotura por clivaje. Representando los valores de tenacidad para los que o bien se desencadena la fractura frágil tras un cierto crecimiento de grieta (zona de transición) o bien se supera un determinado crecimiento estable de la grieta ($\Delta a=2\text{mm}$, zona de comportamiento dúctil) a las distintas temperaturas, obtenemos las curvas de transición mostradas en la figura 9.

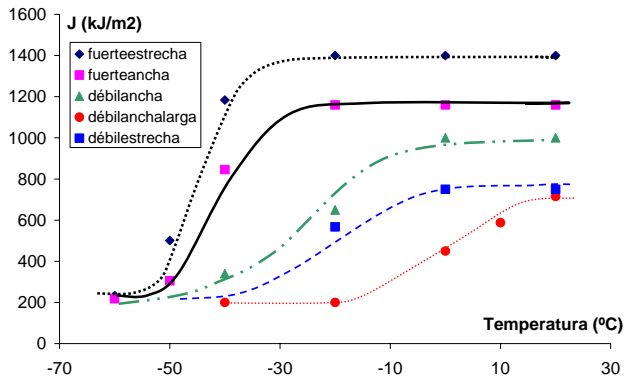


Figura 9. Curvas de transición dúctil-frágil para las distintas configuraciones

Como puede observarse, la utilización de un material base con una ductilidad mayor que el aporte (unión fuerte) conduce a cualquier temperatura, a tenacidades mucho más elevadas que cuando la grieta debe crecer confinada por un material base muy rígido (unión débil). Las uniones fuertes muestran además un comportamiento totalmente dúctil hasta temperaturas mucho más bajas que las débiles, reduciendo mucho la zona de transición. Los efectos de esta constricción mecánica se ven además amplificadas conforme disminuye la separación entre bordes (uniones estrechas). Por su parte, la mayor constricción provocada por una grieta larga, provoca una drástica disminución de la tenacidad a cualquier temperatura y el consecuente desplazamiento de la temperatura de transición hacia valores más elevados. Podría concluirse que para los materiales y configuraciones aquí estudiados la elección de uno u otro tipo de junta desplaza la temperatura de transición calculada como la correspondiente a un determinado valor de tenacidad (400kJ/m^2 , por ejemplo) en más de 50°C .

5. CONCLUSIONES

Para una determinada configuración, las curvas J-R obtenidas experimentalmente a distintas temperaturas son iguales, el único efecto destacable es que cuanto menor sea la temperatura antes se ve interrumpida la propagación dúctil por un clivaje.

Tanto la tenacidad a cada temperatura como la temperatura de transición de un determinado material de aporte de una unión soldada no son parámetros característicos del mismo, dado que dependen tanto del

tipo de material base como de la separación entre bordes. La utilización de un material base de menor resistencia que el de aporte desplaza la curva de transición hacia mayores valores de tenacidad y menores temperaturas que en el caso de que el material base utilizado sea más resistente que el de aporte. Este efecto se va amplificando conforme disminuye el tamaño de la zona soldada.

Para los materiales y temperaturas estudiados en este trabajo, la diferencia entre las temperaturas de transición obtenidas sobre una probeta normalizada ($a/W=0.5$) y alguna de las configuraciones ensayadas llega a superar los 50°C .

6. REFERENCIAS

- [1] Burstow M.C., Ainsworth, R.A., "Comparison of analytical, numerical and experimental solutions to problems of deeply cracked welded joints in bending". Fat and Fract. Eng. Mater. Struct., 18 (1995), 221-234
- [2] Gordon, J.R., Wang, Y.Y., "The effect of weld mismatch on fracture toughness testing and analyses procedures". In: Schwalbe, K.H., Koçak, M. (Eds.). Mis-matching of welds,ESIS 17, Mechanical Engineering. Publications, London, (1994), 351-368
- [3] Kirk, M.T., "Predictions of constraint effects on elastic-plastic fracture in welded structures". Ph.D.Th, University of Illinois at Urbana Champaign, (1992)
- [4] Kirk, M.T., Dodds, R.H., "Effect of weld strength mismatch on elastic-plastic fracture parameters". Report UILU-ENG-92-2008, (1992)
- [5] Kirk, M.T., Dodds, R.H., "Experimental J estimation formulas for single edge notch bend specimens containing mismatched welds". University of Illinois Report, UILI-ENG-91-2002, (1991)
- [6] Betegón C., Peñuelas I., "A constraint based parameter for quantifying the crack tip stress fields in welded joints". Eng. Fract. Mech. 73(2006), 1865-1877
- [7] Peñuelas I., Rodríguez C., Betegón, C., "A ductile failure model applied to the determination of the fracture toughness of welded joints. Numerical simulation and experimental validation". Engn. Fracture Mech. 73 (2006) 2756-2773
- [8] Zhang, Z.L., Thaulow, C., Hauge, M., "Effects of crack size and weld metal mismatch on the HAZ cleave fracture toughness of wide plates". Engn. Fracture Mech., 57 (1997), 653-664.
- [9] Burstow, M.C., Howard, I.C., "Constraint effects on crack growth resistance curves of strength mismatched welded specimens". In: Schwalbe KH, Koçak M, editors. Mis-matching of Interfaces and Welds. GKSS Research Center Publications, 1997. p. 357-369.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo desean expresar su agradecimiento a la FICYT (Gobierno del Principado de Asturias) por la ayuda recibida a través del Proyecto IB05-157.

PROPIEDADES MECÁNICAS Y ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO DE COMPONENTES DE ALUMINIO CONFORMADOS EN ESTADO SEMISÓLIDO

A. Forn, E. Martín, M. T. Baile, S. Menargues y M. Campillo

Centro de Diseño de Aleaciones Ligeras y Tratamientos de Superficie (CDAL).

Escuela Politécnica Superior de Vilanova i la Geltrú. Universitat Politècnica de Catalunya (UPC). Avda.

Víctor Balaguer s/n. 08800 Vilanova i la Geltrú.

E-mail: maite.baile@upc.es

Tfno: 938 967 724. Fax: 938 967 700

RESUMEN

Se comparan las propiedades mecánicas y el comportamiento a fractura de diversos componentes industriales, obtenidos con aleaciones de aluminio A356 y EN AC-46500, en estado bruto de colada y después de sometidos a tratamientos térmicos T5 y T6. Los componentes han sido fabricados mediante las nuevas técnicas de conformación en estado semisólido: *Semi Solid Rheocasting*® (SSR) y *Sub Liquidus Casting*® (SLC). Los resultados ponen de manifiesto la validez de estas tecnologías como alternativas a la fabricación de componentes de fundición esferoidal de matriz ferrítica.

ABSTRACT

The mechanical properties and fracture behaviour of different aluminium alloy industrial components are compared after being cast and heat treated to the T5 and T6 conditions. The components were produced using the new semisolid forming techniques of Semi-Solid Rheocasting (SSR) and Sub-Liquidus Casting (SLC). The results show the validity of these techniques as an alternative to the production of components made of ferritic ductile cast iron.

PALABRAS CLAVE: Aleaciones de aluminio, Fundición, Semisólido

1. INTRODUCCIÓN

La conformación de aleaciones de aluminio en estado semisólido (SSM) es un proceso híbrido que incorpora elementos de varias técnicas clásicas de conformado, la inyección y la forja. Permite libertad en el diseño del molde, con secciones de hasta 1 mm, una elevada productividad así como una calidad metalúrgica y unas propiedades mecánicas superiores a las de la fundición en molde permanente o en fundición inyectada [1-3].

El interés de estas técnicas radica en la necesidad de producir nuevos componentes con menos defectos, y se fundamenta en las propiedades reológicas de los materiales cuando coexisten una fase líquida y una fase sólida esferoidal.

Los procesos de conformación en estado semisólido pueden dividirse en dos categorías: *Thixocasting* y *Rheocasting*. En el primero, la necesidad de utilizar una materia prima especial, que además no permite el reciclado en la propia fundición, encarece relativamente el proceso. Por ello ha sido desplazado por los procesos de *Rheocasting*, donde una aleación metálica, de primera o segunda fusión, es convertida en lodo semisólido en la fundición e inmediatamente inyectada,

En estos casos, el material tixotrópico se produce y recicla en la propia fundición.

En las técnicas SSM la mayor viscosidad de la aleación metálica y la baja velocidad en los ataques facilitan el llenado de la cavidad en condiciones de flujo laminar, lo que facilita la eliminación de los gases del molde a una relativamente alta velocidad de inyección, La inyección del material a baja temperatura y parcialmente solidificado facilita un enfriamiento rápido de la pieza: la fase solidificada facilita la eliminación del calor latente de fusión del porcentaje de fase líquida inyectada. Esto permite predecir una productividad similar a la de la fundición inyectada a alta presión y una menor fatiga térmica del molde. Como el material inyectado está parcialmente sólido, hay menos porosidad de contracción durante la solidificación en el molde. Ello asegura que las piezas producidas podrán ser tratadas térmicamente [3-6].

Dos de las tecnologías más recientes son el *Sub Liquidus Casting* (SLC) y el *Semi Solid Rheocasting* (SSR), ambas con patentes americanas y desarrolladas a partir del 2002 [7-8].

La técnica SLC, de THT [9], combina el diseño del equipo y la utilización de aditivos afinadores de grano, con un procesamiento simple del metal fundido mediante un cuidadoso control de temperatura. El material entra directamente del horno de mantenimiento o fusión a la máquina de inyección. El metal líquido se introduce en la máquina de inyección a baja temperatura, próxima a la temperatura *liquidus* y, mediante un adecuado control de la temperatura y la acción de afinantes de grano (TiB o SiB), se forma el lodo. Éste se introduce en la máquina por uno o varios canales de inyección, de gran diámetro. Las condiciones óptimas de temperatura de inyección están entre 1 y 2 °C por encima de la temperatura *liquidus*, aunque en la práctica se realiza a temperaturas superiores.

La tecnología SSR consiste en sumergir un cilindro de grafito dentro del caldo líquido, el cual está a una temperatura ligeramente superior a la temperatura *liquidus* [10]. El caldo, al contacto con el cilindro, que se agita vigorosamente, se enfría unos pocos grados por debajo de la temperatura *liquidus*, iniciándose la solidificación. El rodillo se mantiene en el caldo durante intervalos de tiempo muy cortos, y la velocidad de agitación no debe superar las 60 rpm. La parte más crítica del proceso está en la obtención del primer 1% en volumen de fracción sólida no dendrítica. En esta técnica el lodo que se inyecta tiene bajas proporciones de fracción sólida (<20%), aunque exige un cuidadoso control de la velocidad de enfriamiento durante la agitación ($0,3$ a $3\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$).

En este trabajo se comparan las propiedades mecánicas de piezas de automoción inyectadas con ambas tecnologías, y tratadas térmicamente.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para realizar este trabajo se han utilizado piezas de aluminio EN AC-46500 (equivalente a la antigua L2630) conformadas por *Semi Solid Rheocasting* (SSR) y de aluminio A356 conformadas por *Sub Liquidus Casting* (SLC). La composición de las aleaciones se indica en las Tablas 1 y 2, y los componentes obtenidos se muestran en las Figuras 1 y 2.

A la aleación A356 se le añadió afinador de grano Ti-B y liga madre Al-Sr como modificante

Tabla 1. Composición química de la aleación A356 (% en peso).

Si	Mg	Cu	Fe	Mn
7,2	0,27	0,003	0,101	0,01
Ti	Sr	B		
0,09	0,01	0,002		

Tabla 2. Composición química de la aleación EN AC-46500 (% en peso) resto Al.

Si	Mg	Cu	Fe	Mn
8,7	0,15	2,5	0,7	0,25
Zn	Ti	Ni	Cr	Pb
0,5	0,05	0,06	0,03	0,08

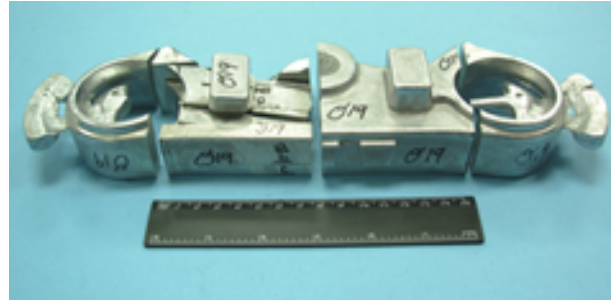


Figura 1. Pletina de dirección conformada por SLC y zona de probetas de tracción.

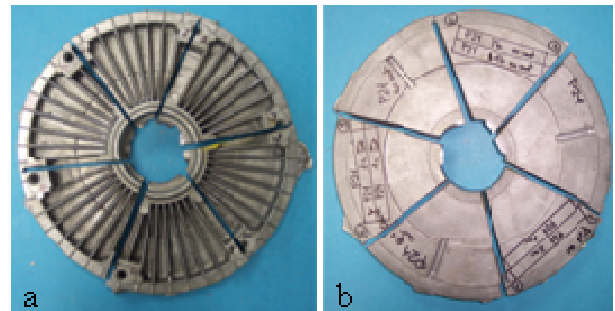


Figura 2. a) componente del embrague conformado por SSR. b) ubicación de las probetas de tracción.

Los componentes utilizados en este trabajo han sido producidos en plantas piloto instaladas en dos empresas. En la planta de SSR se ha utilizado un equipamiento SSR de 4 estaciones, acoplado a una máquina de inyección a alta presión de 700 Tm (Fig. 3a).

La instalación de SLC dispone de una máquina de 400 Tm de *THT Presses* (Fig. 3b).

Tanto el proceso SSR como el SLC se han optimizado in situ, y ello ha permitido obtener componentes sin apenas porosidad, lo que ha posibilitado la realización de tratamientos térmicos sin que aparecieran ampollas en los componentes. Los tratamientos térmicos se han realizado en los laboratorios del CDAL sobre piezas conformadas, utilizando un horno con enfriamiento controlado y circulación forzada de aire, con precisión de $\pm 1\text{ °C}$ (Tabla 3).

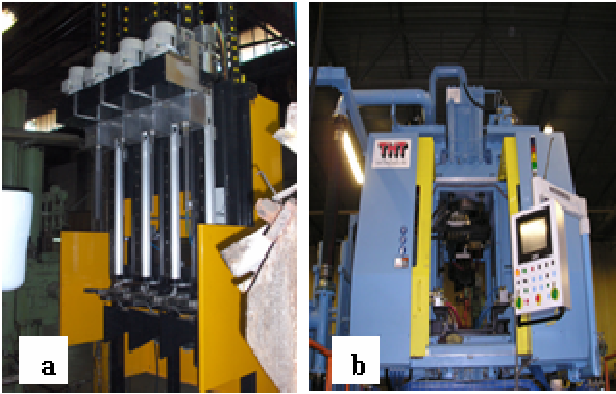


Figura 3. Instalaciones piloto: a) estación IDRA para SSR, b) máquina THT para SLC.

Las normas UNE-EN no contemplan la posibilidad de realizar tratamientos térmicos a piezas de aleación L-2630, dado que es una aleación específica de fundición inyectada, por lo que se han utilizado se han utilizado los datos de una aleación similar, la EN- 46400.

Tabla 3. Tratamientos térmicos.

Componente	Tratamiento o térmico	Puesta en solución	Envejecimiento
EN AC-46500 SSR	T6	505 °C 6 h	155 °C 5 h
A356 SLC	T5	En proceso	170 °C 6h
A356 SLC	T6	540 °C 5 h	160 °C 6h

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

La caracterización del material se ha realizado con un microscopio óptico LEICA MEF4M, que lleva incorporado un programa de análisis de imagen, y un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5600. La identificación de los diferentes compuestos intermetálicos de ambas aleaciones de aluminio se ha llevado a cabo mediante espectroscopía de energía dispersada de RX (EDS) y difracción de RX. El estudio de la superficie de fractura de las probetas se ha realizado mediante SEM.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

La microestructura de las piezas conformadas en estado semisólido (SSM) muestra glóbulos de fase α rodeados de microconstituyente eutéctico. En las Figs. 4 y 5 se muestran las micrografías correspondientes a las dos tecnologías. Nótese, que en la microestructura de la Fig. 4 aparece un mayor contenido de constituyente eutéctico. Así mismo también hay más abundancia de compuestos intermetálicos, que mediante EDS se ha determinado que son compuestos del tipo $\text{Al}(\text{Si,Fe,Mn,Cu})$, $\alpha\text{-AlFeSi}$, Mg_2Si y CuAl_2 .

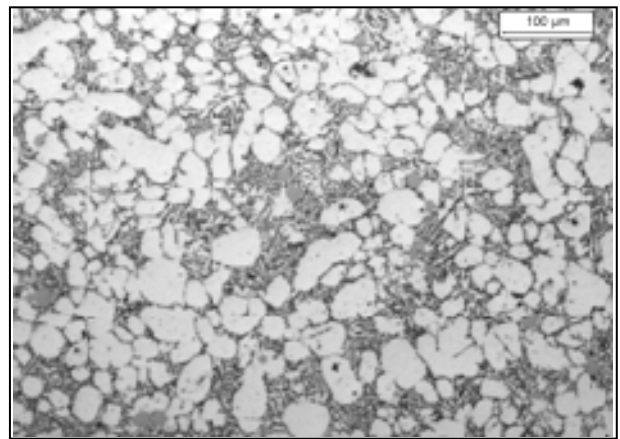


Figura 4. EN AC-46500 conformada por SSR.

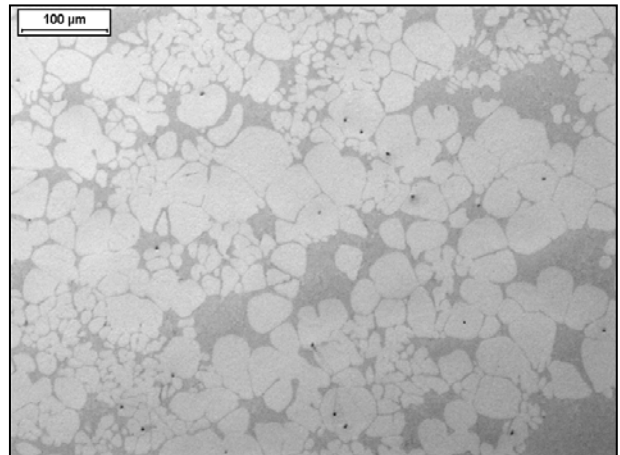


Figura 5 A356 conformada por SLC.

En el componente A356 SLC el silicio eutéctico es fino y fibroso, con precipitados de Mg_2Si también finos y redondeados, y distribuidos de forma homogéneamente, a diferencia de lo observado en aleaciones coladas por procedimientos convencionales. También se han detectado agujas de $\beta\text{-AlFeSi}$ pequeñas y uniformemente distribuidas. Todo ello tendrá un efecto importante en la relación esfuerzo-ductilidad

En la aleación L-2630 SSR, donde el contenido de Fe es mayor del 0,12%, la presencia de compuestos de este elemento afectará mayormente [11].

En las Figs. 6 y 7 se muestra la evolución de la microestructura con los tratamientos T6 realizados. En dichas micrografías puede verse el silicio eutéctico de tamaño considerablemente mayor que el de los materiales bruto de colada (Fig. 4 y 5), debido a un proceso de fragmentación y engrosamiento [12].

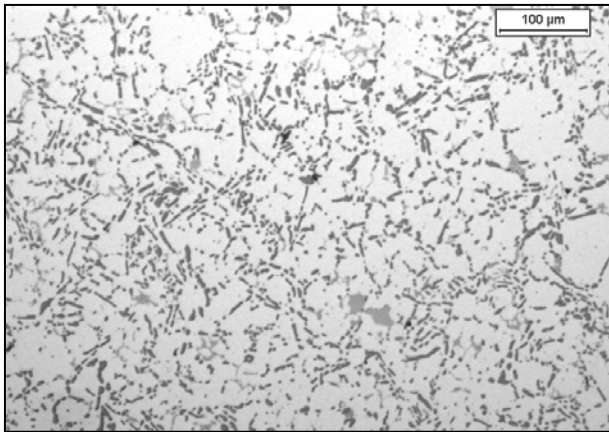


Figura 6. EN AC-46500 T6 conformada por SSR

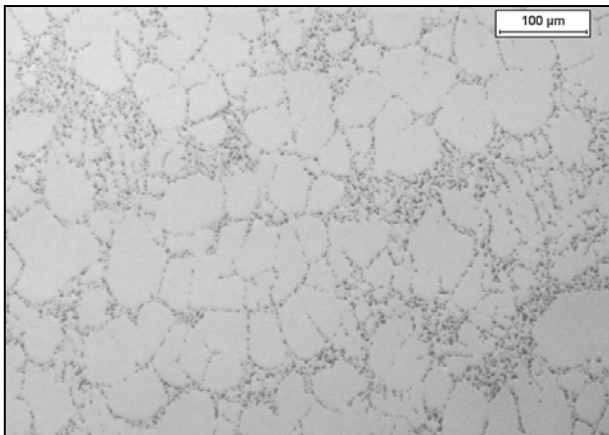


Figura 7. A356 T6 conformada por SLC.

En la Tabla 4 se muestran los resultados de los ensayos de tracción de las muestras de A356 SLC con y sin tratamiento térmico. En la misma tabla se comparan los resultados con los resultados estándar para piezas conformadas por técnicas convencionales.

En la tabla 5 se realiza el mismo estudio comparativo para las probetas de aleación EN AC-46500 SSR. Como esta aleación no se considera tratable se ha comparado con una aleación de la misma familia, la EN AC-46400 de coquilla, que sí lo es.

En ambos casos, la resistencia a tracción y límite elástico específicos de estas aleaciones tratadas supera a una gran parte de las fundiciones de hierro esferoidal.

En la aleaciones AlSi en estado bruto de colada la fractura se produce a través del eutéctico con un silicio grueso, en las fronteras de grano de los glóbulos de fase α . La morfología del silicio juega un papel fundamental en la propagación de la fractura, pero un contenido de Fe superior al 0,6%, como ocurre en la aleación EN AC-46500 SSR, tiene mayor efecto que el silicio [13].

Tabla 4. Resultados de los ensayos de tracción en probetas de SLC.

Estado	E / GPa	Rp 0,2% / MPa	Rm / MPa	Alargamiento / %
<i>A356 SLC</i>				
F	70	123	232	15
T5	74	152	236	10,3
T6	75	293	346	11,7
<i>A356 colada en coquilla*</i>				
F	72	-	145	mín 5
T5	72	-	172	-
T6	72	206	280	10
<i>A356 colada en arena*</i>				
F	73	85	160	6
T5	73	125	180	3

*NADCA

Tabla 5. Resultados de los ensayos de tracción en probetas de SSR

Estado	E / GPa	Rp 0,2% / MPa	Rm / MPa	Alargamiento / %
<i>EN AC-46500 SSR</i>				
F	70	123	232	1,8
T6	75	205	272	1,4
<i>(EN AC-46500 fundición inyectada*</i>				
F		140	240	< 1
T6	la norma no contempla estos tratamientos			
<i>EN AC-46400 colada en coquilla*</i>				
F		100	170	1
T6		235	275	1,5

*UNE-EN 1706

El análisis mediante microscopía electrónica de barrido de las superficies de fractura de las probetas de tracción muestra una fractura dúctil en los componentes conformados mediante SLC, con la formación de hoyuelos de pequeño tamaño en la fase alfa (Figs. 8 y 9) y de micro hoyuelos, aún más finos, en las regiones eutécticas (Figura 9).

En los componentes conformados mediante SSR se detecta alguna porosidad de contracción (Figura 10), así como la presencia de compuestos intermetálicos en las probetas en estado T6 (Fig. 11). El aspecto de la fractura muestra igualmente regiones con fractura transgranular, asociadas a la presencia de compuestos intermetálicos (Figura 11)

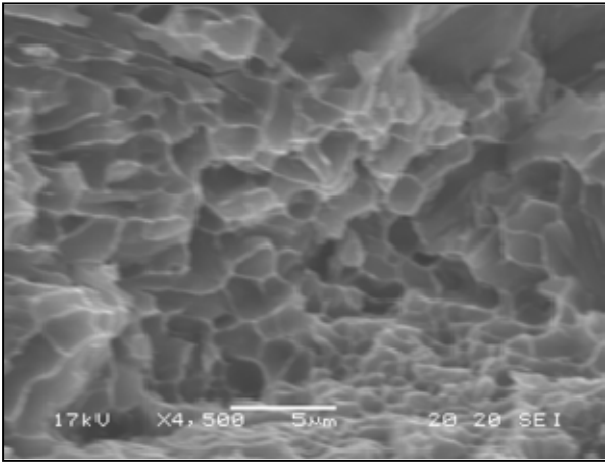


Figura 8. Superficie de fractura del material A356 en estado de colada (SLC).

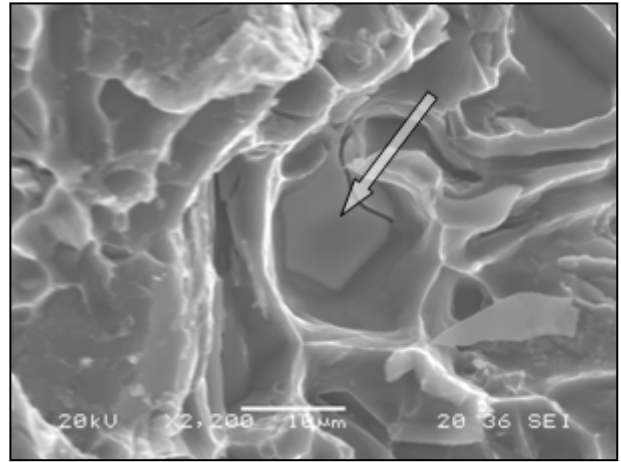


Figura 11. Superficie de fractura del material EN AC-46500 T6 (SSR). Presencia de compuestos del tipo Al(Si,Fe,Mn,.Cr,Cu)

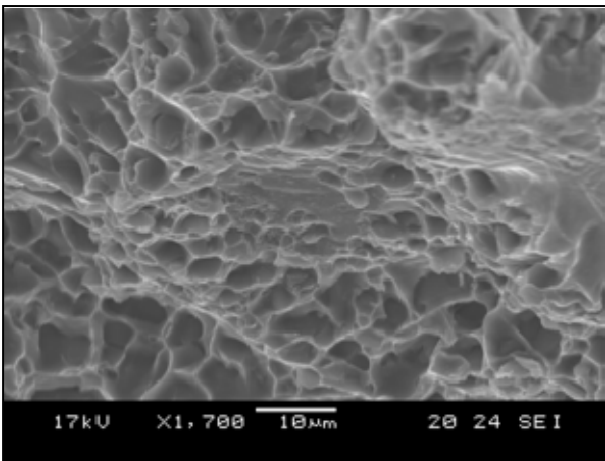


Figura 9. Superficie de fractura del material A356 T6 (SLC).

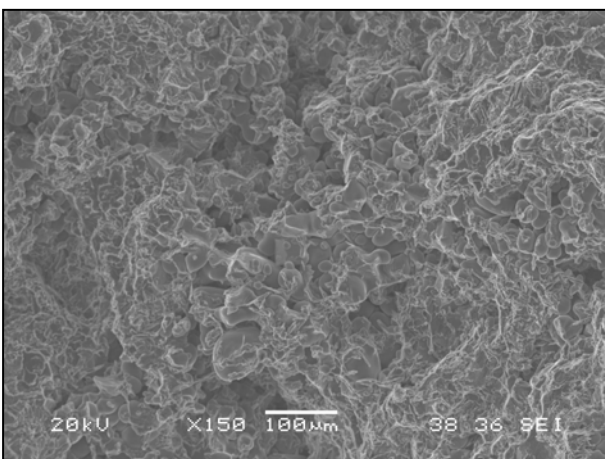


Figura 10. Superficie de fractura del material EN AC-46500 en estado de colada (SSR).

4. CONCLUSIONES

1. Los componentes A356 T6 obtenidos por SLC han incrementado un 23% la resistencia a tracción y un 42% el límite elástico respecto a los componentes conformados por colada en coquilla con tratamiento T6.
2. Los componentes EN AC-46500 T6 obtenidos por SSR tienen la misma resistencia y límite elástico que los obtenidos por fundición inyectada, pero más alargamiento.
3. Los componentes EN AC-46500 T6 obtenidos por SSR tienen propiedades mecánicas próximas a los obtenidos por coquilla.
4. Estas tecnologías SSM posibilitan la mejora de propiedades mediante tratamientos térmicos, y alcanzan propiedades mecánicas específicas equivalentes o superiores a la mayoría de las fundiciones férricas esferoidales..
5. La fractura es dúctil en todos los casos y se produce a través del eutéctico.
6. La presencia de compuestos intermetálicos en la aleación EN AC-46500, a pesar de su fragmentación, no permite incrementar más la ductilidad, detectándose regiones de fractura transgranular asociadas a estos compuestos.

AGRADECIMIENTOS

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

REFERENCIAS

- [1] Flemings M. C., Mehrabian R., Riek R. G., *Continuous process for forming and alloy containing non dendritic primary solids*, U.S., Patent 3.902.544, 1972.
- [2] Kirkwood D. H., Semisolid metal processing, Int. Materials, *Reviews University of Sheffield*, 39, (5), pág. 173-189, 1994.
- [3] Baile, M^a T., *Estudio de la conformación de componentes aluminio-silicio en estado semisólido*, Tesis Doctoral, UPC, Barcelona, 2005.
- [4] Loue W. R., Brimont M., Pluchon C., Garat M., *Metallurgical aspects of thixoforming of A356.0 and A357.0 alloys*, Cambridge Scientific (USA), Conference Die Casting Innovation, NADCA Indianapolis T95-113, pág. 389-396, 1995.
- [5] Forn A., Baile M. T., Martín E., Chiarmetta G. L., *The new technologies evolution in semisolid aluminium casting*, Proceedings of the 8th International Conference on Semisolid Processing of Alloys and Composites, Limassol (Chipre), 1-7, 2004.
- [6] Forn, A., Baile, M. T., Picas, J.A., Martín, E. Propiedades mecánicas y análisis fractográfico de componentes AlSiMg conformados en estado semisólido. Anales de Mecánica de la Fractura, vol 22, pág. 190-196, 2005.
- [7] Flemings M.C., Martinez-Ayers R.A., de Figueredo A.M., Yurko J.A., US Patent. N° 20020096231 [SSRTM], 2002.
- [8] Jorstad J. L., *Economical Semi Solid Metal (SSM) Processing of Automotive Components*, Proceedings of SAE 2002 World Congress, Detroit (USA), pág. 1-8, 2002.
- [9] Jorstad J. L., *Semi-solid Metal Processing: The high Integrity Die Casting Process*, Die Casting Engineer, January, pág. 42-48, 2004,
- [10] Flemings M. C., Yurko J., Martinez R., A-Microstructural evolution in semi-solid alloys; B-Development of alternate semisolid aluminium alloys (ORNL), Massachusetts. Technological Institute (USA), pág. 1-11, 2001.
- [11] Narayanan L. A., Samuel F. H., Gruzleski J. E., Dissolution of iron intermetallics in Al-Si alloys through nonequilibrium, *Metallurgical and Material Trans. A*, 26A, 8, pág. 2161-2173, 1995.
- [12] Forn A., Baile M. T., Martín E., Rupérez E., *Effect of heat treatments in the silicon eutectic crystal evolution in Al-Si alloys*, Materials Science Forum 480-481, pág. 367-372, 2005.
- [13] Jorstad J.L, Pan, Q.Y., Apelian, D., *Solidificación microestructura affecting ductility in semi-solid-cast products*, Material Science and Engineering A 413-414, pág. 186-191, 2005.

INFLUENCIA DE LAS INCLUSIONES SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE ACEROS PERLÍTICOS TREFILADOS

F. J. Ayaso, B. González, J. Toribio

Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora
Tel: (980) 54 50 00; Fax: (980) 54 50 02, Correo-e: fja@usal.es

RESUMEN

En este trabajo se hace un estudio exhaustivo, mediante técnicas metalográficas y de microscopía electrónica de barrido (MEB), de los defectos microestructurales que presentan los aceros perlíticos y su evolución con el proceso de trefilado, analizando las consecuencias de dichos defectos sobre el comportamiento isótropo/anisótropo en fractura para los distintos aceros estudiados. Se trata pues de establecer una relación entre el daño microestructural del acero y su comportamiento en fractura. Para tal fin se han extraído muestras de probetas correspondientes a cada uno de los pasos que conforman el propio proceso de trefilado, desde el alambroón inicial (acero perlítico sin trefilar, laminado en caliente) hasta el producto final comercial fuertemente trefilado (alambre de acero pretensado).

ABSTRACT

In this paper an exhaustive work is performed, by means of metallographic and scanning electron microscope (SEM) techniques, of the microstructural defects exhibited by pearlitic steels and their evolution with the cold drawing process, analyzing the consequences of such defects on the isotropic/anisotropic fracture behaviour of the different steels. Thus, the objective is the establishment of a relation between the microstructural damage and the fracture behaviour of the different steels. To this end, samples were taken from all the intermediate stages of the real cold drawing process, from the initial hot rolled bar (not cold drawn at all) to the heavily-drawn final commercial product (prestressing steel wire).

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico, Trefilado, Partículas de 2ª fase.

1. INTRODUCCIÓN

El papel que juegan las inclusiones en los aceros ha recibido una considerable atención por parte de la comunidad científica, atención que va desde los estudios en cuanto a la optimización de técnicas metalográficas para una mejor observación de las mismas [1], al estudio de modelos para la creación de los huecos que se forman en torno a dichas inclusiones [2,3], modelos que relacionan la distribución espacial de inclusiones de sulfuro de manganeso (SMn) y la distribución espacial de los huecos que éstas provocan [4], o la determinación del volumen fraccional de inclusiones en el acero [5].

Otro punto de amplio interés científico es el estudio del comportamiento en fatiga de los aceros estructurales. Dentro de este campo de estudio existe un foco de atención en cuanto al efecto de las inclusiones existentes en el acero sobre su comportamiento en fatiga, ya sea en ambiente inerte [6,7] o en ambiente de hidrógeno [8,9].

En este artículo se va a realizar un estudio de la influencia de las inclusiones sobre el comportamiento en fractura que muestran aceros perlíticos con distinto grado de trefilado y distinta composición química. Los aceros se han estudiado mediante técnicas metalo-

gráficas y su comportamiento se ha evaluado por medio de ensayos de tracción simple. El objetivo fundamental de este artículo es el encontrar una posible relación, propia de la Ciencia e Ingeniería de Materiales, entre el daño microestructural en el acero (creado por la presencia de inclusiones) y su comportamiento isótropo o anisótropo en fractura.

2. MATERIALES

Los materiales empleados han sido aceros perlíticos trefilados correspondientes a procesos reales de fabricación. Se han estudiado 5 tipos o familias de aceros (A, B, C, D, E) los cuales pertenecen a distintas coladas de acero perlítico y a distintos procesos de trefilado. El acero tipo A pasa a través de 6 hileras de trefilar mientras que el resto de los aceros (B, C, D, E) pertenecen a un proceso de trefilado con 7 hileras de trefilar. A lo largo del presente artículo, cada alambre de acero en particular se denotará con una letra indicando el tipo o familia del acero (colada) seguida de un número indicando el grado de trefilado, i.e., el número de pasadas por las hileras.

La composición química de cada acero se indica en la tabla nº 1, mientras que en la tabla nº 2 se indican los

diámetros de los alambres así como la deformación plástica acumulada ϵ^p_{acum} durante el proceso de trefilado para cada tipo de acero en particular. En cuanto a la respuesta mecánica de los aceros gracias al proceso de trefilado, ésta se traduce en un incremento progresivo del límite elástico σ_Y y de la resistencia σ_R conforme aumenta la deformación plástica acumulada en cada una de las hileras del trefilado (véase la figura n° 1).

Tabla 1. Composición química de los aceros.

Acero	A	B	C	D	E
% C	0.80	0.789	0.79	0.795	0.789
% Mn	0.69	0.698	0.670	0.624	0.681
% Si	0.23	0.226	0.20	0.224	0.21
% P	0.012	0.011	0.009	0.011	0.010
% S	0.009	0.005	0.009	0.008	0.008
% Al	0.004	0.003	0.003	0.003	0.003
% Cr	0.265	0.271	0.187	0.164	0.218
% V	0.06	0.078	0.053	0.064	0.061

Tabla 2. Diámetros y deformación plástica acumulada de los distintos aceros.

Acero	A	B	C	D	E
\varnothing (mm)	6,98	7,00	5,03	3,97	5,04
ϵ^p_{acum}	1,10	1,10	1,46	1,54	1,57

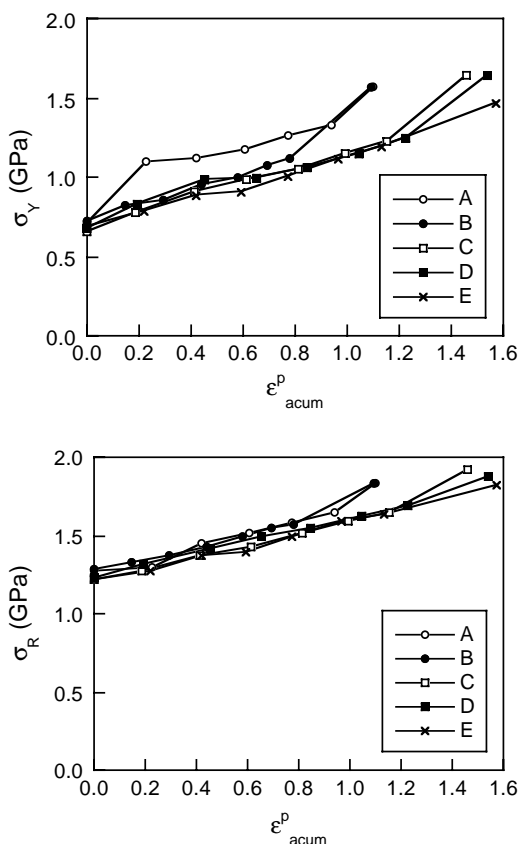


Fig. 1. Evolución del límite elástico (arriba) y de la resistencia a tracción (abajo) con el trefilado.

3. ANÁLISIS MATERIALOGRÁFICO

3.1. Preparación de muestras

Para la observación metalográfica de los distintos aceros estudiados se procedió a extraer unas muestras representativas de todos los alambres mediante cortes transversales al eje longitudinal de los mismos: en forma de pequeñas muestras cilíndricas de 1 cm. de altura y con un diámetro que se corresponde con el de cada alambre en particular. A continuación cada una de las muestras extraídas fue cortada longitudinalmente según un plano axial, de forma que las micro-fotografías del presente artículo estarán siempre orientadas con su lado vertical en la dirección axial o de trefilado.

Las probetas metálicas se han embutido en una resina tipo fenólica endurecida térmicamente, a continuación se ha realizado la preparación mecánica consistente en esmerilado y pulido, que se ha llevado a cabo en una pulidora automática utilizando diversos paños y empleando diamante (embutido en el paño para desbaste, o bien en forma pulverizada para el pulido fino) como agente abrasivo. Finalmente, y con el objetivo de poder visualizar y distinguir la microestructura del material en el microscopio electrónico de barrido, se han atacado químicamente las superficies de las secciones longitudinales de las muestras mediante una disolución al 4% de nital en etanol comercial puro durante unos 5 segundos.

3.2. Observación metalográfica

Gracias al ataque químico realizado sobre la superficie de las muestras se produce una distinta reacción de las láminas de cementita (que no son atacadas por el nital) y de ferrita (que son atacadas por el nital) que conforman la perlita, siendo así posible su observación y estudio mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido, que es la técnica más adecuada para poder distinguir con claridad suficiente la microestructura de la perlita: láminas de cementita (aparición clara) y láminas de ferrita (aparición oscura). Las inclusiones fueron examinadas mediante una unidad de análisis de la energía de dispersión de rayos X (EDX) acoplado a dicho microscopio electrónico de barrido.

De forma general, dejando los detalles para el punto dedicado a la discusión de resultados, se han encontrado partículas de segunda fase (inclusiones) de forma similar para los cinco tipos de acero estudiados, teniendo en cuenta la composición de los mismos (véase tabla n° 1). De esta forma se han encontrado inclusiones a base de sulfuro de manganeso SMn (de apariencia mate, con formas irregulares), óxidos de silicio SiO₂ y alúmina Al₂O₃ (de apariencia brillante y con formas más regulares) tal y como se representa en la figura n° 2.

Aparte de las inclusiones comentadas anteriormente, se han encontrado también otro tipo de inclusiones (si bien, en menor cuantía) empleadas principalmente para la creación de nuevas fases durante la solidificación del acero a modo de agentes nucleantes o catalizadores para

la transformación de fases. Las inclusiones en cuestión son las siguientes: óxidos de titanio (posiblemente en la forma de Ti_2O_3), silicatos de manganeso (posiblemente del tipo $2MnO.SiO_2$, $MnSiO_3$), silicatos de alúmina (SiO_2/AlO_3), TiN y VN. En este punto puede sorprender la presencia del titanio Ti o del nitrógeno N formando parte de compuestos químicos dentro del acero perlítico, puesto que en un principio no figuran como componentes dentro de la composición química del acero estudiado, y lo mismo puede pensarse de la presencia del calcio Ca (véase la figura nº 3).

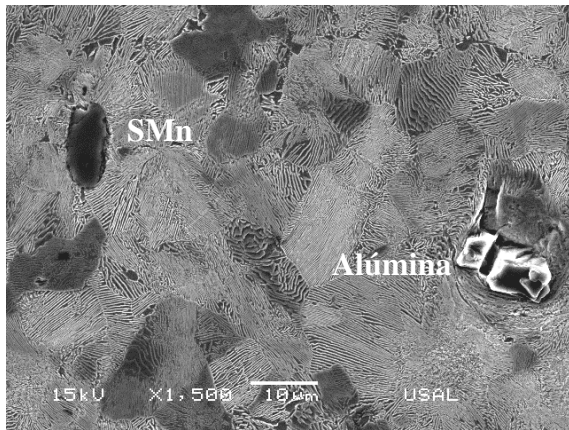


Fig. 2. Partículas de 2ª fase en un alambroón.

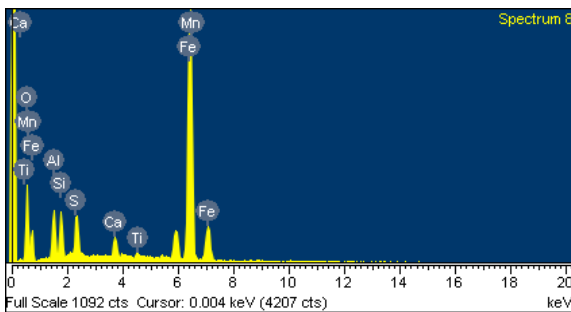


Fig. 3. Espectro de una inclusión con varios elementos.

La presencia de cierta cantidad, aunque muy pequeña, de estos elementos (Ti, N y Ca) así como de otros elementos que no han salido en el análisis metalográfico no es extraña. El titanio Ti suele añadirse a los aceros para su desoxidación (formando posiblemente óxidos del tipo Ti_2O) en forma de inclusiones finas inoculantes para favorecer así la formación de ferrita intragranular durante la transformación austenita-perlita. En cuanto al nitrógeno N, éste es añadido al acero para promover la formación de nuevas fases a partir de la austenita, posiblemente mediante la formación de partículas muy pequeñas de TiN . En cuanto al calcio Ca, éste suele añadirse al acero en cierta cantidad (en forma de polvo de $SiCa$) para disminuir el nivel de azufre S y por lo tanto, para disminuir la fracción volumétrica de las inclusiones de sulfuro, así como las inclusiones de alúmina, puesto que el calcio tiene un efecto purgante sobre las *galaxias de alúmina* presentes en el acero líquido [10]. Por ello no es de extrañar la presencia de cierta cantidad de Ca en el acero formando parte de inclusiones modificadas muy duras.

3.3. Evolución de las inclusiones con el trefilado

Para las cinco familias de acero estudiadas en el presente artículo (A, B, C, D y E), se ha encontrado una tendencia general común en cuanto a la evolución microestructural de las inclusiones con el grado de trefilado se refiere. Las inclusiones encontradas en los aceros se pueden dividir en dos grupos: (i) *sulfuros* que admiten cierta deformación plástica (SMn) y por lo tanto se deforman en la dirección del trefilado (eje del alambre), y (ii) inclusiones a base de *silicatos* y *óxidos* (de Al, Si, Fe,...), comparativamente más frágiles que las anteriores, las cuales se rompen a medida que aumenta el grado de deformación plástica del acero durante el trefilado al pasar el alambre por las distintas hileras de trefilar. En la figura nº 4 se pueden observar una serie de inclusiones encontradas en distintas secciones longitudinales de los alambrones iniciales (alambres que no han pasado todavía por ninguna hilera de trefilar, libres de deformación plástica y obtenidos mediante laminación en caliente). En dicha figura se observa que las inclusiones se encuentran perfectamente adheridas a la matriz metálica (perlítica) que las rodea, si bien una de ellas se encuentra parcialmente fracturada, fractura la cual se debió producir durante la laminación en caliente.

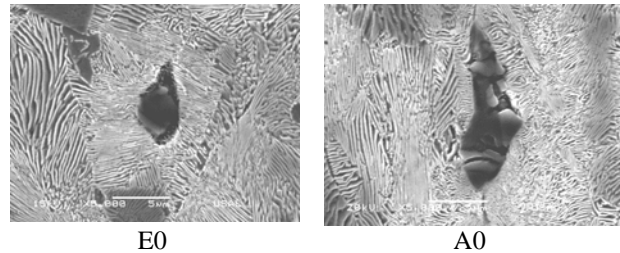


Fig. 4. Inclusiones en la sección longitudinal de un alambroón: óxidos (izqda.) y sulfuros (dcha.).

A medida que el alambroón es introducido en la cadena del trefilado, dicho material pasa a través de distintas hileras de trefilar de una forma continua, por lo que adquiere paulatinamente una deformación plástica ϵ^p que además de producir variaciones en cuanto a la apariencia externa del alambre (aumento de su longitud y disminución del diámetro), produce modificaciones microestructurales en el material: aumento de la densidad de dislocaciones, disminución del espaciado interlaminar y orientación progresiva de las colonias y láminas de perlita en la dirección longitudinal del alambre (dirección del trefilado).

Con relación a este último punto cabe señalar lo que le ocurre a las inclusiones o partículas de segunda fase existentes en el acero durante el proceso del trefilado. En la figura nº 5 se representa la micro-estructura perlítica de un acero medianamente trefilado, *i.e.*, que ha pasado por dos y por cuatro hileras de trefilar (figura nº 5 izqda. y dcha.). En dicha representación se puede observar que las inclusiones se han fracturado al pasar a través de las hileras de trefilar (por causa de la gran compresión periférica) creando una pequeña fisura a su alrededor, puesto que la matriz metálica que rodea a las inclusiones soporta una deformación plástica mayor.

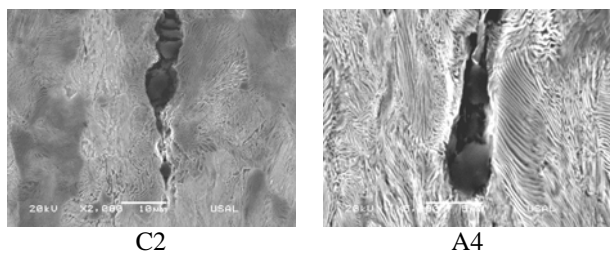


Fig. 5. Inclusiones en aceros medianamente trefilados (C2 con dos y A4 con cuatro pasos de trefilado)

En este punto cabe señalar que el acero tipo E es el que presenta un mayor número de inclusiones y de mayor tamaño. Esto provoca que la densidad de defectos microestructurales provocados por las mismas sea de mayor cuantía. A modo de ejemplo considérese la figura nº 6 en la cual se puede apreciar el tamaño y proximidad de los defectos creados por las inclusiones.

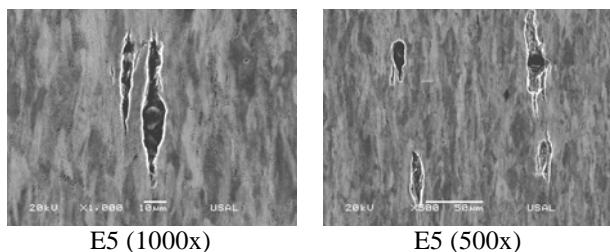


Fig. 6. Microfisuración en torno a las inclusiones en un acero medianamente trefilado (cinco pasos de hilera).

En cuanto al acero de pretensado, que ha pasado a través de todo el proceso de trefilado, se ha observado que las fisuras generadas en torno a las inclusiones son mucho más esbeltas (en la dirección longitudinal del alambre) que para el resto de los aceros con menor grado de trefilado. En la figura nº 7 se presenta la microestructura de aceros de pretensado de los tipos A, D y E, y en las cuales se puede observar que las inclusiones se encuentran muy fracturadas y esparcidas a lo largo de la fisura que se ha creado en su entorno como consecuencia del alto grado de deformación plástica que se ha impuesto al acero durante el proceso.

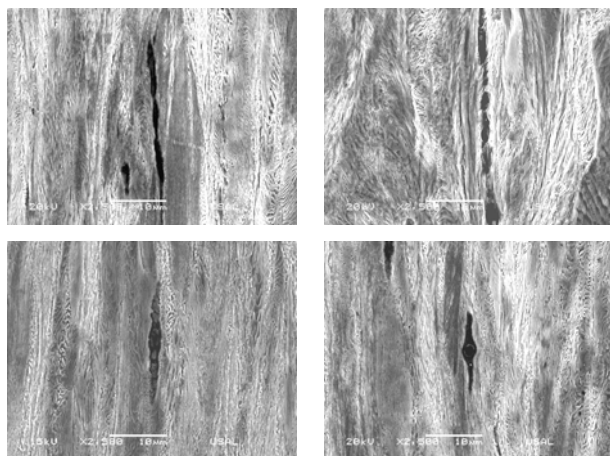


Fig. 7. Micro-fisuras longitudinales creadas por las inclusiones en aceros de pretensado (2500x).

En la figura nº 8 se representan dos microfisuras paralelas creadas en torno a las inclusiones en un acero de pretensado comercial (una vez superado el proceso del trefilado). En la citada figura se observa con claridad las inclusiones muy fracturadas y esparcidas a lo largo de las fisuras que se han generado en torno a las inclusiones que posee el acero.

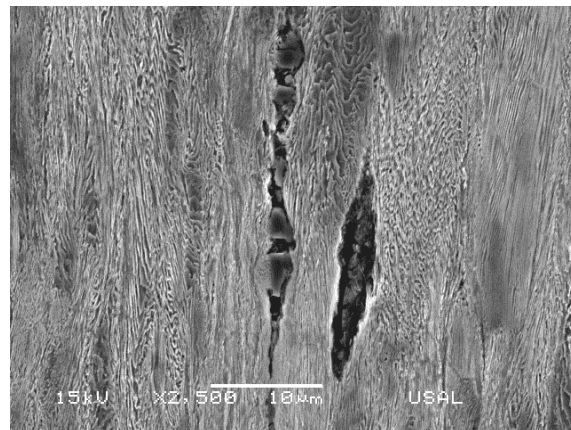


Fig. 8. Fisuras paralelas en un acero de pretensado comercial creadas durante el proceso de trefilado.

4. DISCUSIÓN

A la vista de los resultados obtenidos durante el estudio metalográfico de la microestructura longitudinal de los alambres de acero perlítico, cabe preguntarse si las microfisuras creadas en torno a las inclusiones tienen algún efecto sobre el comportamiento en fractura de los mismos. Para ello téngase en cuenta que la superficie de fractura que presentan estos aceros al ser sometidos a un ensayo de tracción simple. Para el caso de los aceros débilmente trefilados (correspondientes a las primeras hileras del proceso) la superficie de fractura se encuentra contenida en un plano totalmente transversal al eje longitudinal del alambre y muestra una superficie de aspecto liso (figura nº 9 izqda.), *i.e.*, comportamiento isotrópico en fractura. Para el caso de los alambres correspondientes a los últimos pasos del trefilado (fuertemente trefilados), éstos muestran una superficie de fractura irregular y contenida en planos distintos al transversal (figura nº 9 dcha.), *i.e.*, comportamiento anisótropo en fractura en forma de múltiples valles y crestas en la superficie de fractura [11].

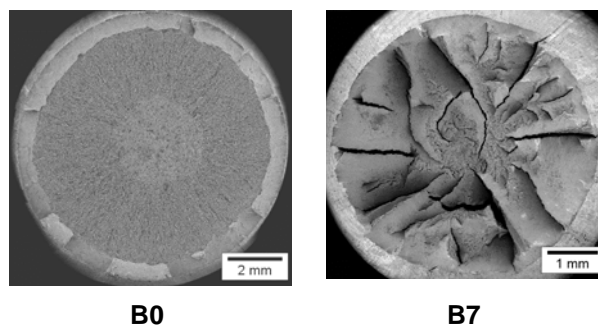


Fig. 9. Superficies de fractura de un alambroón (izqda.) y de un alambre de pretensado (dcha.).

Para comprender la razón de esta disparidad en cuanto a la apariencia de la superficie de fractura hay que tener en cuenta tanto la organización de la microestructura perlítica del alambre (muy apelmazada y orientada en la dirección longitudinal del alambre en el acero de pretensado), como la presencia de múltiples microfisuras (creadas a partir de las inclusiones) orientadas también en la dirección del trefilado. Con relación a este último punto téngase en cuenta la micrografía representada en la figura n° 10, en la cual se muestra la microestructura longitudinal de un acero fuertemente trefilado (acero de pretensado comercial), y en la cual se han señalado múltiples microfisuras orientadas en la dirección longitudinal del alambre.

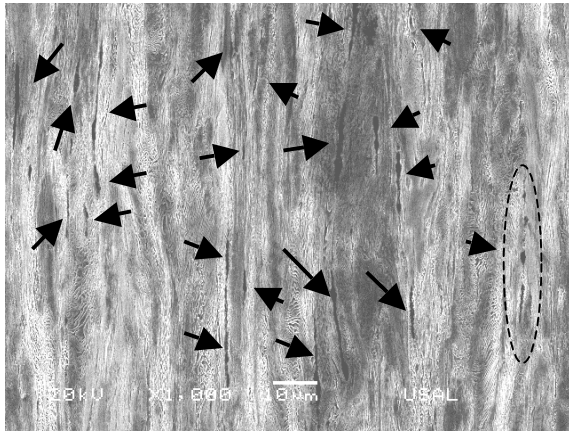


Fig. 10. Múltiples microfisuras alineadas en la dirección longitudinal de un alambre de pretensado.

En un alambroón (acero 0, libre de deformación plástica alguna provocada por el trefilado) las colonias de perlita están dispuestas al azar y las inclusiones se encuentran muy unidas a la matriz metálica que las rodea. A medida que aumenta el grado de trefilado las colonias de perlita se apelmazan y se orientan en la dirección longitudinal del alambre de una forma gradual. En cuanto a las inclusiones, éstas se despegan de la matriz metálica formándose en su entorno un vacío en forma de microfisura, la cual tiene una forma alargada en la dirección longitudinal del alambre (dirección del trefilado), pero con una esbeltez pequeña. Cuanto mayor es el grado de deformación plástica que acumula el alambre durante el proceso de trefilado mayor es la esbeltez de tales microfisuras. Se tiene pues, que a mayor grado de trefilado mayor número de microfisuras muy esbeltas en la dirección longitudinal del alambre.

Por otra parte durante los ensayos de tracción simple realizados sobre los distintos alambres se pueden diferenciar dos partes. Una primera parte de los ensayos durante la cual el estado de tensiones al que se encuentran sometidos los alambres es uniaxial y uniforme, lo cual acontece hasta que se alcanza el punto de carga máxima aplicada. Durante este período la tensión aplicada no produce efecto perjudicial alguno sobre las microfisuras, pues están orientadas en su misma dirección y la tensión remota aplicada tiende a cerrar (unir) las dos superficies de cada microfisura. Una vez superado el punto de carga máxima se produce

la inestabilidad de los alambres al comenzar la estricción, lo cual provoca que la distribución de tensiones deje de ser uniaxial y uniforme.

Cuando se forma el cuello de estricción aparece un estado de tensiones triaxial en dicha zona. Dicho estado tensional triaxial en el fondo del cuello de estricción viene dado, en coordenadas cilíndricas, por la tensión axial σ_z en la dirección longitudinal del alambre, y por las tensiones radial y circunferencial σ_r y σ_θ respectivamente (con $\sigma_r = \sigma_\theta$, considerando que las deformaciones elásticas en el cuello son despreciables respecto a las deformaciones plásticas y con la hipótesis de volumen constante, de la cual $\epsilon_z = -2\epsilon_r = \text{cte.}$). Una solución aproximada de este estado tensional ha sido propuesta por Davindenkov y Spiridonova [12] para el cálculo de σ_r , σ_θ y σ_z (con $\sigma_r = \sigma_\theta$):

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_Y} = \frac{a^2 - r^2}{2aR} ; \quad \frac{\sigma_z}{\sigma_Y} = 1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \quad (1)$$

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

Teniendo en cuenta el estado tensional triaxial que existe en la presencia del cuello de estricción previo a la fractura final de los alambres, y la existencia de múltiples microfisuras alineadas en la dirección de su eje longitudinal, se puede concluir que ambos factores son decisivos para la formación de una superficie de fractura anisótropa en el caso de los aceros fuertemente trefilados (figura n° 11) en los que coexisten:

- ✓ Valores elevados de σ_Y y de σ_R .
- ✓ Estado tensional triaxial elevado (con $\sigma_z > \sigma_r$).
- ✓ Múltiples microfisuras muy esbeltas, creadas a partir de las inclusiones existentes, con un radio de curvatura en la punta de fisura muy pequeño, y orientadas en la dirección longitudinal de los alambres: se produce una concentración de tensiones considerable en la dirección radial del alambre (provocada por la propia tensión radial σ_r), lo cual induce la deflexión del camino de fractura en forma de pequeños valles y crestas.

Para los aceros débilmente trefilados se observa una superficie de fractura isótropa (figura n° 12), contenida en la sección transversal del alambre, de aspecto regular, exenta de irregularidades. Previamente a la fractura final de estos alambres de acero se tiene:

- ✓ Valores moderados de σ_Y y de σ_R .
- ✓ Estado tensional triaxial moderado (con $\sigma_z > \sigma_r$).
- ✓ Microfisuras poco esbeltas (romas, con gran radio de curvatura en los dos vértices de fisuras) y orientadas ligeramente en la dirección longitudinal de los alambres, lo cual implica una concentración de tensiones menor (según la dirección radial y provocado por la propia tensión radial) que para el caso de los aceros fuertemente trefilados.

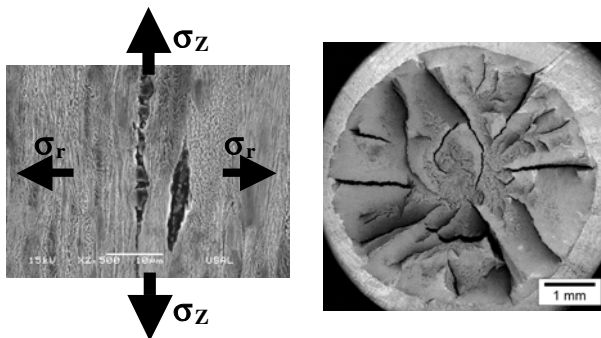


Fig. 11. Comportamiento anisótropo en fractura de un alambre de pretensado.

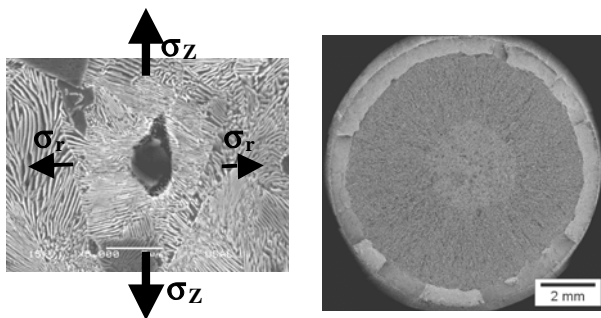


Fig. 12. Comportamiento isotrópico en fractura de un alambón.

5. CONCLUSIONES

El comportamiento anisótropo en fractura que se observa durante los ensayos de tracción simple sobre aceros fuertemente trefilados puede explicarse en función del estado de tensiones triaxial provocado por la formación del cuello de estricción, unido a la existencia en dichos materiales de múltiples microfisuras muy esbeltas (llegando a medir ocasionalmente cerca de 100 micras) y orientadas en la dirección del trefilado. Dichas microfisuras provocan una concentración de tensiones en la dirección radial del alambre (en la presencia de σ_r) lo cual induce la desviación del camino de fractura en forma de pequeñas bifurcaciones que darán lugar a la formación de pequeños valles y crestas típicas de la superficie de fractura anisótropa.

Las microfisuras se forman como consecuencia directa del proceso de trefilado y de la presencia en la microestructura del acero de partículas de segunda fase (inclusiones), al no poder soportar dichas inclusiones la gran deformación plástica a la que es sometida toda la masa metálica durante el proceso del trefilado.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación de su investigación a las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA078/04 y SA067A05), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación "Memoria de D. Samuel

Solórzano Barruso". Además, agradecen el suministro de acero por parte de EMESA TREFILERÍA (La Coruña) y TREFILERÍAS QUIJANO (Cantabria).

REFERENCIAS

- [1] S.K. Kang and K.V. Gow, An improved metallographic technique for the study of nonmetallic inclusions in steel, *Metallography* **11**, 219-222 (1978).
- [2] W. Roberts and B. Lehtinen, An in situ SEM study of void development around inclusions in steel during plastic deformation, *Acta Metallurgica* **24**, 745-758 (1975).
- [3] S.J. Goodwin, F.N. Noble and B.L. Eyre, Inclusion nucleated ductile fracture in stainless steel, *Acta Metallurgica* **37**, 1389-1398 (1989).
- [4] R.K. Everett and A.B. Geltmacher, Spatial distribution of MnS inclusions in HY-100 steel, *Scripta Materialia* **40**, 567-571 (1999).
- [5] V.P. Raghupathy and V. Srinivasan, Determination of volume fraction of sulfide inclusions in steels, *Metallography* **14**, 87-97 (1981).
- [6] N.M.A. Eid and P.F. Thomason, The nucleation of fatigue cracks in a low-alloy steel under high-cycle fatigue conditions and uniaxial loading, *Acta Metallurgica* **27**, 1239-1249 (1979).
- [7] G.J. Fowler, The influence of non-metallic inclusions on the threshold behavior in fatigue, *Materials Science and Engineering* **39**, 121-126 (1979).
- [8] M.D. Chapetti, T. Tagawa and T. Miyata, Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels. Part I: review and analysis of the mechanism of failure, *Materials Science and Engineering* **A356**, 227-235 (2003).
- [9] M.D. Chapetti, T. Tagawa and T. Miyata, Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels. Part II: estimation of fatigue limit for failure from internal inclusions, *Materials Science and Engineering* **A356**, 236-244 (2003).
- [10] A.D. Wilson, The influence of thickness and rolling ratio on the inclusion behaviour in plate steels, *Metallography* **12**, 233-255 (1979).
- [11] F.J. Ayaso, B. González, J.C. Matos, D. Vergara, M. Lorenzo y J. Toribio, Análisis fractográfico cuantitativo del comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados, *Anales de Mecánica de la Fractura* **22**, 128-133 (2005).
- [12] L. M. Kachanov, *Fundamentals of the theory of plasticity*, Dover Publications, New York (2004).

ENFOQUE MICRO- Y MACROSCÓPICO DE LA PROPAGACIÓN DE FISURAS POR FATIGA EN ACEROS EUTECTOIDES PROGRESIVAMENTE TREFILADOS

B. González¹, J.C. Matos², J. Ayaso¹, J. Toribio¹

¹Ingeniería de Materiales. Universidad de Salamanca,
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España.
e-mail: a25809@usal.es

²Departamento de Informática y Automática. Universidad de Salamanca,
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España.
jcmatos@usal.es

RESUMEN

Este artículo analiza cómo el proceso de trefilado influye en el comportamiento en fatiga del acero eutectoide, con especial énfasis en el papel de los cambios microestructurales inducidos durante tal proceso de fabricación. Las fisuras de fatiga son transcoloniales y muestran preferencia por fracturar las láminas de perlita, y presentan a lo largo de su camino valores de apertura de fisura no uniformes, micro-discontinuidades, ramificaciones, bifurcaciones y frecuentes deflexiones locales que originan rugosidad a nivel microestructural. Con el proceso de trefilado aumenta la superficie neta fracturada por fatiga, al tener la fisura deflexiones de mayor ángulo.

ABSTRACT

This paper analyzes how the cold drawing process influences the fatigue behaviour of eutectoid steel, with special emphasis on the role of microstructural changes induced during such a manufacturing process. Fatigue cracks are transcollonial and exhibit a preference for fracturing pearlitic lamellae, with non-uniform crack opening displacement values, micro-discontinuities, branchings, bifurcations and frequent local deflections that create microstructural roughness. The net fatigue fracture surface increases with cold drawing due to the higher angle of crack deflections.

PALABRAS CLAVE: Microdaño por fatiga, Ley de Paris, Acero eutectoide trefilado.

1. INTRODUCCIÓN

La propagación de fisuras por fatiga en aceros ha sido estudiada por numerosos autores, por ser el mecanismo fundamental de crecimiento de fisuras de tipo mecánico. La nucleación y propagación de las mismas a lo largo de las bandas de deslizamiento es difícil en los granos donde éstas son onduladas o cruzadas, y fácil donde son rectas [1]. El parámetro clave en la propagación de fisuras por fatiga en acero con microestructura perlítica es el espaciado interlaminar, debido a la dificultad que encuentran las dislocaciones para atravesar las intercaras ferrita-cementita [2].

El umbral de propagación de fatiga en el acero tiene una fuerte dependencia de la microestructura [3,4], en concreto del tamaño de la colonia de perlita en el acero [5]. Además disminuye cuando se incrementa la relación de tensiones (factor R) a temperatura constante, siendo esta disminución mayor para temperaturas bajas [6]. En el acero perlítico trefilado la concordancia entre la relación de tensiones y el umbral es inversa y lineal, disminuyendo el umbral cuando el límite elástico

aumenta [7]. La pendiente de la ley de Paris en el acero eutectoide aumenta con el incremento de la relación de carga o la disminución de la temperatura [6]. Aunque algunos autores mantienen que el crecimiento de fisuras por fatiga en la región de Paris no está influido por la microestructura [8], se ha observado que a medida que progresa el trefilado en el acero eutectoide la curva de Paris se desplaza hacia abajo, por lo que la resistencia a la fisuración por fatiga aumenta con el trefilado [9].

La presencia de perlita en ferrita, y más en forma de láminas orientadas, provoca un camino de fisura más tortuoso, con un mayor número de ramificaciones y deflexiones, que además son de mayor ángulo [10,11]. La perlita frena la propagación de fisuras, atribuyéndose este efecto a la presencia de una fase dura (cementita).

En este artículo se ha estudiado el crecimiento de fisuras largas por fatiga, en alambres de acero perlítico sometido a cargas de tracción axial, y determinando como influyen los cambios microestructurales producidos durante el proceso de trefilado, haciendo especial hincapié en el aspecto microscópico.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material ensayado ha sido acero perlítico progresivamente trefilado en siete pasos, cuya composición química se muestra en la tabla 1. Se ha estudiado el alambroón procedente de una laminación en caliente, seis pasos intermedios de trefilado y el producto final, sometido a un tratamiento de termo-relajación que además elimina tensiones residuales.

Tabla 1. Composición química del acero.

% C	% Mn	% Si	% P	% Cr	% V
0.789	0.681	0.210	0.010	0.218	0.061

El proceso de trefilado provoca una mejora de las propiedades mecánicas convencionales del acero. El límite elástico y la tensión de rotura aumentan considerablemente con el número de pasos de trefilado, mientras que el módulo de Young se mantiene prácticamente constante.

Las probetas de ensayo fueron varillas de sección circular de 300 mm de longitud y diámetro desde 11.0 mm (alambroón) hasta 5.1 mm (acero de pretensado). Se les realizó previamente al ensayo una fisura transversal en la zona media de su longitud, de forma mecánica o mediante tecnología láser, para determinar en ese punto la iniciación de la fisura.

El procedimiento de ensayo consistió en realizar tracción en la dirección axial en escalones decrecientes con $\Delta\sigma$ constante. La frecuencia utilizada fue de 10Hz, con una forma de onda sinusoidal, $R=0$, de tensión mínima igual a 0 y tensión máxima inicial en torno a la mitad del límite elástico, para ir disminuyendo en los pasos siguientes entre un 20÷30% de la carga máxima anterior (figura 1). Cada paso de carga se ha mantenido el tiempo suficiente para apreciar avance de fisura y eliminar el efecto plástico en la punta de la fisura provocado por el paso anterior.

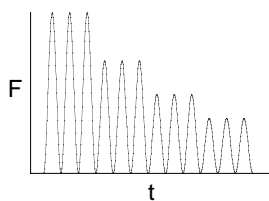


Figura 1. Carga aplicada (diagrama fuerza-tiempo).

Los ensayos han permitido caracterizar la evolución del frente de fatiga en los distintos aceros y estimar la ley de crecimiento de Paris del alambroón y del acero de pretensado. El estudio microscópico se realizó a partir de cortes en secciones longitudinales de las probetas fisuradas. Las muestras se embutieron en resinas, se desbastaron, pulieron y atacaron con Nital 4% durante unos segundos, siendo posteriormente observadas mediante microscopía electrónica de barrido a grandes aumentos 3000x y 6000x.

3. RESULTADOS

3.1. El frente de fisura

Una vez realizados los ensayos de fatiga y después de fracturar los alambres, se observó el frente de fisura en los cambios entre escalones de carga. Al aplicar una sollicitación cíclica axial sobre una geometría cilíndrica el frente de fisura se desarrolla en la sección transversal con formas elípticas (figura 2), variando en su avance el factor de aspecto (relación entre los semiejes de la elipse) para cada profundidad de la fisura.

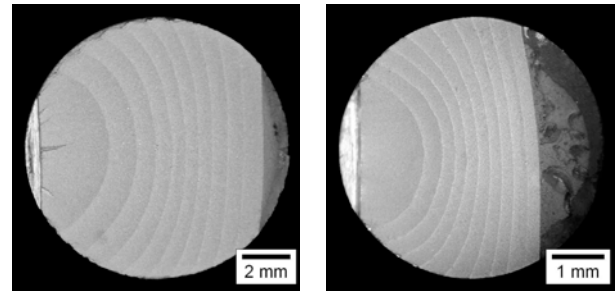


Figura 2. Frente de fisura, alambroón y pretensado.

El acero sometido al proceso de trefilado muestra un retardo en el crecimiento de las fisuras subcríticas en la zona central del alambre (figura 3), debido a la presencia de tensiones residuales compresivas en el centro y de tracción en el borde del alambre. Se ha encontrado que el proceso de trefilado genera un perfil axisimétrico de tensiones residuales, por la deformación plástica heterogénea ocurrida en su paso a través de la hilera de trefilado. Es sabido que toda desviación del comportamiento de crecimiento de fisuras largas puede ser relacionada con la presencia de tensiones internas [12]. Algunos estudios realizados indican que las tensiones residuales de tracción producen sólo un ligero incremento en la velocidad de propagación, mientras que las de compresión crean un gran descenso [13].

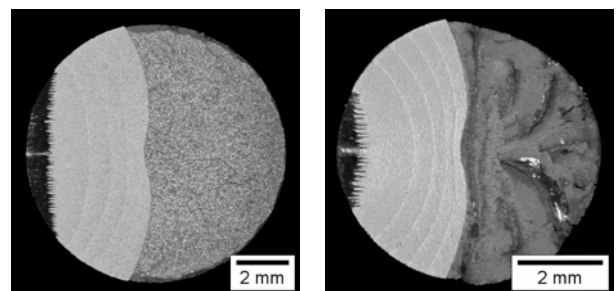


Figura 3. Frente de fisura, uno y seis pasos de trefilado.

Las tensiones residuales provocan un crecimiento del frente de fisura en forma de gaviota hacia la mitad de la sección de los alambres, para los pasos intermedios de trefilado [14]. En cambio en el alambroón (procedente de una laminación en caliente) y en el acero de pretensado (sometido a un proceso que elimina las tensiones residuales) este retardo no aparece (figura 2).

3.2. Curvas de crecimiento (leyes de Paris)

En el alambroón y en el acero de pretensado el frente de fisura se modelizó como parte de una elipse con su centro situado en el borde de la varilla, a partir de un conjunto de puntos tomados en dicho frente y utilizando un método de mínimos cuadrados. Cada frente de fisura queda así caracterizado por la profundidad de fisura relativa (profundidad de fisura entre el diámetro) y el factor de aspecto. Se ha evaluado en la probeta la profundidad de fisura, *a*, para cualquier instante del ensayo, a partir del método de la flexibilidad.

El crecimiento de fisuras de fatiga para estos dos aceros se estudió en la zona intermedia en la cual se cumple la ley de Paris [15],

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \tag{1}$$

donde *da/dN* es la velocidad cíclica de crecimiento de fisuras por fatiga y ΔK es el rango del factor de intensidad de tensiones, obtenido mediante la siguiente ecuación,

$$\Delta K = Y \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \tag{2}$$

En el cálculo se ha empleado una expresión biparamétrica del factor de forma, *Y*, función de la profundidad de fisura relativa y la relación de aspecto, definida por Astiz [16] para el punto central del frente, mediante elementos finitos y el método de la rigidez diferencial con extensión virtual de fisura.

En la curva de crecimiento de fisura (*da/dN*- ΔK) se produce una suerte de retardo en el avance, motivado por la sobretensión al cambiar en el ensayo de un incremento de carga mayor a otro menor [17], de acuerdo con un mecanismo análogo al de retardo por sobrecarga debido a la zona plástica próxima al extremo de la fisura. Este efecto no se ha tenido en cuenta en la figura 4, donde se muestra el régimen estacionario de la fisuración por fatiga en el alambroón y en el acero de pretensado.

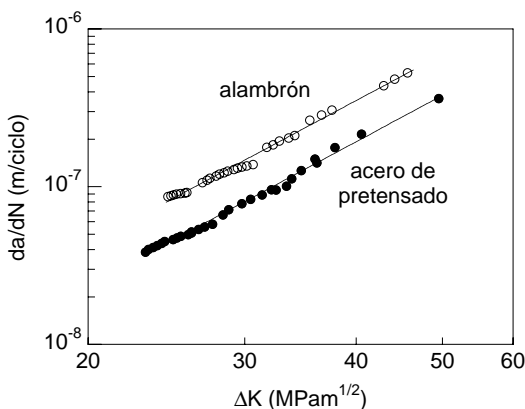


Figura 4. Curvas de crecimiento de fisura.

El resultado muestra que desde un punto de vista ingenieril el proceso de manufactura mediante trefilado mejora el comportamiento en fatiga del acero, ya que disminuye la velocidad de crecimiento de las fisuras. La curva de Paris en forma bilogarítmica para el acero de pretensado es una recta paralela a la del alambroón, desplazada hacia abajo.

A partir de las curvas se obtienen los parámetros de Paris (tabla 2). El coeficiente *m* (la pendiente) permanece constante e independiente por tanto del proceso de trefilado, mientras que la constante *C* disminuye su valor, reduciéndose casi a la mitad para una deformación plástica acumulada con el trefilado de 1.57. Estos resultados son coherentes con los obtenidos en investigaciones previas [9].

Tabla 2. Coeficientes de Paris (S.I.)

Acero	<i>C</i>	<i>m</i>
Alambroón	$5.11 \cdot 10^{-12}$	3.02
Acero de pretensado	$2.66 \cdot 10^{-12}$	3.03

En la tabla 2 las unidades de los coeficientes *C* y *m* son las correspondientes para que al introducir ΔK en $\text{MPam}^{1/2}$ se obtenga *da/dN* en m/ciclo.

3.3. Microestructura

La superficie de fatiga muestra en su fractografía mecanismos de fractura dúctil donde es posible observar en algunas zonas estrías de fatiga (figura 5), las cuales representan (bajo ciertas circunstancias) la extensión de fisura por fatiga durante un ciclo de carga único [18].

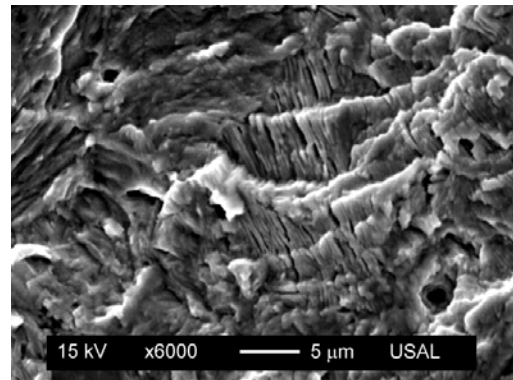


Figura 5. Estrías de fatiga.

Las fotografías de las secciones de las fisuras se han tomado de forma que el crecimiento se muestra de izquierda a derecha, tal y como se puede observar en la figura 6, donde el origen es una entalla mecanizada.



Figura 6. Sección longitudinal de la fisura.

Las figuras 7 a 11 muestran algunos puntos de una sección de la fisura de fatiga en el acero perlítico trefilado. En ellas se observa que ésta es transcolonial, con una fuerte predilección por romper las láminas de perlita, parámetro que se considera clave en la propagación de fisuras por fatiga.

En su recorrido la fisura muestra continuas variaciones en la apertura de fisura (COD), micro-discontinuidades, frecuentes deflexiones o cambios de dirección, ramificaciones y bifurcaciones, donde sólo una de las ramas continúa creciendo. Todos estos fenómenos, que varían de un punto a otro en un mismo frente de la fisura al tiempo que lo hace la microestructura, provocan micro-rugosidad superficial.

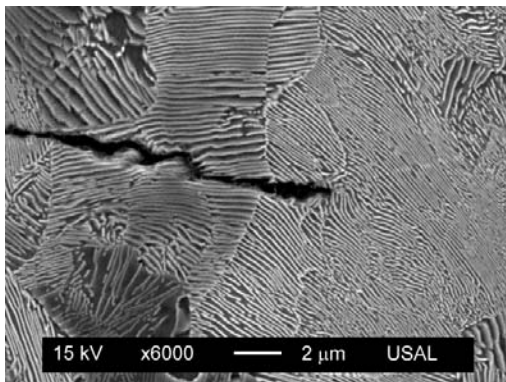


Figura 7. Sección fisura, alambre.

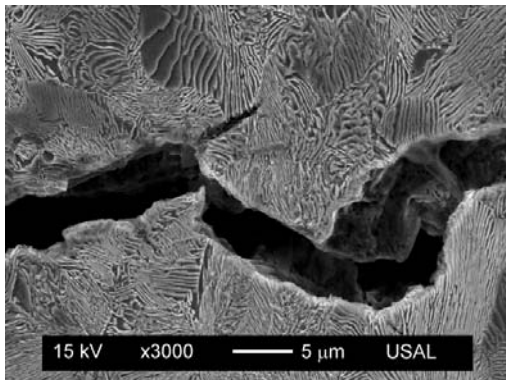


Figura 8. Sección fisura, un paso de trefilado.

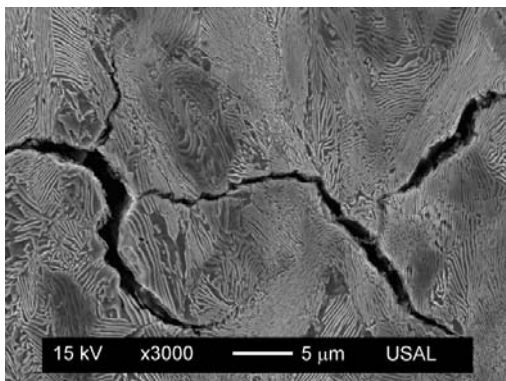


Figura 9. Sección fisura, dos pasos de trefilado.

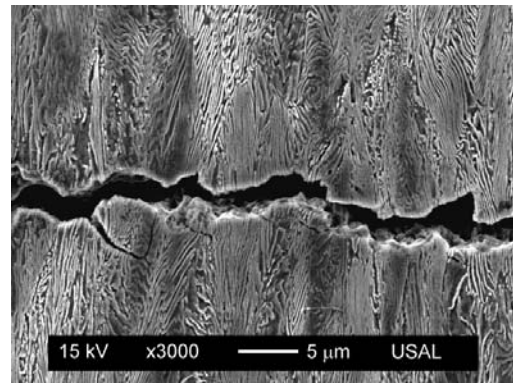


Figura 10. Sección fisura, seis pasos de trefilado.

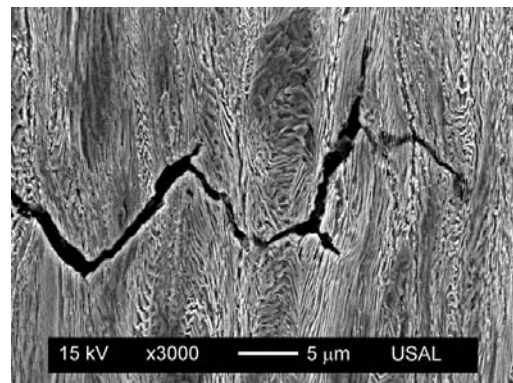


Figura 11. Sección fisura, acero de pretensado.

Las ramificaciones que aparecen en las secciones longitudinales de la fisura sobre la superficie fatigada, se presentan en forma de microgrietas de longitud de décimas de micra, en la dirección perpendicular al avance de la fisura (figura 12). Para valores elevados de ΔK la multifisuración se hace más abundante, debido a que a mayor fuerza motriz es más fácil encontrar zonas de debilidad en el material.

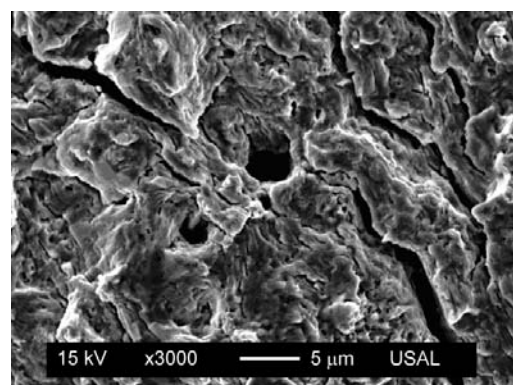


Figura 12. Microfisuración en la superficie de fatiga.

Para el mismo rango de oscilación del factor de intensidad de tensiones (aproximadamente) se ha trazado el perfil del camino de las fisuras de fatiga en una sección longitudinal de un ensayo del acero con diferentes pasos de trefilado, desde el alambre hasta el acero de pretensado (figura 13).

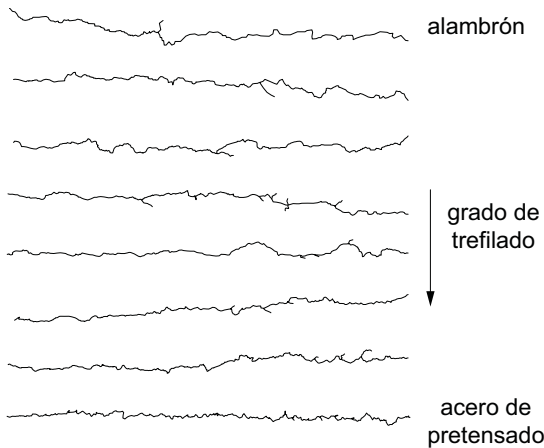


Figura 13. Perfil de las fisuras de fatiga.

Se ha calculado la relación de longitud del perfil (L_r), cociente entre la longitud desarrollada realmente por la fisura (L_0) y la longitud básica transversal (L). Esta relación aumenta su valor con el trefilado, variando desde 1.11 para el alambrión hasta 1.23 para el acero de pretensado. Esto significa que existe un aumento de la superficie neta fracturada por fatiga con el proceso de trefilado. En el acero de pretensado las deflexiones en el camino de fatiga son de mayor ángulo, además de ser más frecuentes que en el alambrión.

4. DISCUSIÓN

La apariencia fractográfica de la propagación por fatiga en microestructuras perlíticas muestra desgarros microplásticos, consistentes con el daño de fatiga y el avance por acumulación de deformación plástica muy localizada (figura 14). El proceso de fatiga podría responder al sucesivo movimiento de dislocaciones que termina en las intercaras ferrita-cementita y acabaría rompiendo las láminas de perlita por agotamiento plástico.

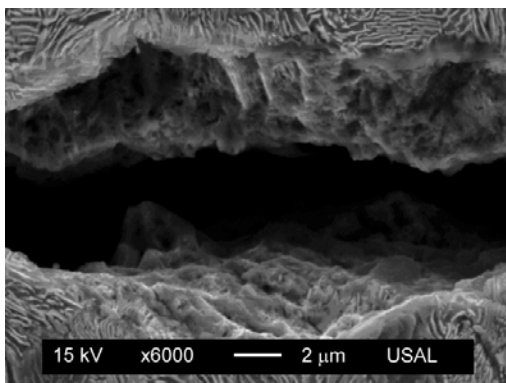


Figura 14. Desgarros microplásticos.

Se ha visto que las fisuras de fatiga son transcoloniales y translaminares, mostrando predilección por fracturar las láminas de perlita. Estudios en materiales bicapas revelan que cuando la fisura por fatiga se inicia coincidiendo con la intercara, el crecimiento la desvía

de ésta para avanzar en uno de los dos materiales constituyentes del conjunto [19].

La propagación de la fatiga es tortuosa, con abundantes cambios en la dirección de avance de la fisura (figura 15) y presencia de ramificaciones, mayoritariamente bifurcaciones (figura 16). Estos fenómenos confirman la existencia de una evolución en fuerte modo mixto de la punta de fisura sujeta a carga de tracción cíclica.

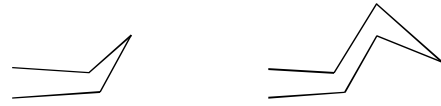


Figura 15. Deflexión de la fisura.

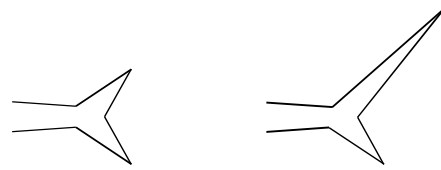


Figura 16. Bifurcación de la fisura.

El acero perlítico sufre una serie de transformaciones en su microestructura con el proceso de trefilado. El espaciado interlaminar disminuye, orientándose las láminas de perlita en la dirección axial. Además, conforme aumenta la deformación plástica acumulada en el acero, también lo hace notablemente el número de dislocaciones, mostrando también una estructura dislocacional no aleatoria relacionada con la dirección de las intercaras ferrita-cementita, que actúan como fuentes y sumideros de dislocaciones.

La reducción de tamaño de las unidades microestructurales con el proceso de trefilado provoca un mayor número de deflexiones en el camino de la fisura, mientras la orientación microestructural hace que estas deflexiones sean de mayor ángulo. El daño por fatiga está asociado a la existencia y desarrollo de una suerte de deformación microplástica en el entrono del extremo de la fisura durante el proceso de propagación subcrítica de la misma, de forma que la resistencia a dicha deformación microplástica aumenta con el grado de trefilado del acero correspondiente.

5. CONCLUSIONES

La fisuración por fatiga de aceros eutectoides, bajo carga de tracción en el régimen de Paris, desarrolla frentes de fisura en modo I que es posible modelizar con formas elípticas simétricas.

En los alambres de acero con un grado de trefilado intermedio, el frente de fisura exhibe además un retraso en el crecimiento de fisura en su área central, debido a la presencia de tensiones residuales de compresión en esta zona provocadas por el proceso de trefilado.

El proceso de trefilado mejora el comportamiento en fatiga del acero eutectoide, retardando la velocidad de crecimiento de fisuras en el régimen de Paris, que se refleja en la ley de Paris como un descenso en la curva, manteniéndose paralela.

Desde el punto de vista microscópico, el crecimiento de fisuras por fatiga en el acero perlítico es transcolonial, mostrando además preferencia por romper las láminas de perlita.

La apertura de fisura no es uniforme, apareciendo micro-discontinuidades, ramificaciones, bifurcaciones y deflexiones. Existe un fuerte modo mixto en el crecimiento de fisuras por fatiga.

Al aumentar la deformación plástica con el trefilado se produce un mayor número de deflexiones en la fisura de fatiga, y éstas además son de mayor ángulo, siendo por tanto el camino de fisura más tortuoso.

La unidad microestructural que gobierna el crecimiento de fisuras por fatiga es el ordenamiento de la perlita (siendo los parámetros clave el espaciado interlaminar y la orientación de las láminas de perlita), ya que las intercaras ferrita-cementita bloquean el movimiento de dislocaciones induciendo un retardo microscópico local.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA078/04 y SA067A05), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso". Además, agradecen el suministro de acero por parte de EMESA TREFILERÍA.

REFERENCIAS

- [1] Zhang, M., Yang, P., Tan, Y. (1999). Micromechanisms of fatigue crack nucleation and short crack growth in a low carbon steel under low cycle impact fatigue loading. *Int. J. Fatigue* **21**, 823-830.
- [2] Gray III, G.T., Thompson, A.W., Williams, J.C. (1985). Influence of microstructure on fatigue crack initiation in fully pearlitic steels. *Metall. Trans.* **16A**, 753-760.
- [3] Chapetti, M.D., Miyata, H., Tagawa, T., Miyata, T., Fujioka, M. (2005). Fatigue crack propagation behaviour in ultra-fine grained low carbon steel. *Int. J. Fatigue* **27**, 235-243.
- [4] Sankaran, S., Subramanya Sarma, V., Padmanabhan, K.A., Jaeger, G., Koethe, A. (2003). High cycle fatigue behaviour of a multiphase microalloyed medium carbon steel: a comparison between ferrite-pearlite and tempered martensite microstructures. *Mater. Sci. Engng. A* **362**, 249-256.
- [5] Ravichandran, K.S. (1991). A rationalisation of fatigue thresholds in pearlitic steels using a theoretical model. *Acta Metall. Mater.* **39**, 1331-1341.
- [6] El-Shabasy, A.B., Lewandowski, J.J. (2004). Effects of load ratio, R , and test temperature on fatigue crack growth of fully pearlitic eutectoid steel (fatigue crack growth of pearlitic steel). *Int. J. Fatigue* **26**, 305-309.
- [7] Llorca, J., Sánchez-Gálvez, V. (1987). Fatigue threshold determination in high strength cold drawn eutectoid steel wires. *Engng. Fracture Mech.* **26**, 869-882.
- [8] Subramanya Sarma, V., Padmanabhan, K.A., Jaeger, G., Koethe, A., Schaper, M. (2000). On the fatigue crack growth behaviour of two ferrite-pearlite microalloyed steels. *Mater. Letters* **46**, 185-188.
- [9] Toribio, J., Toledano, M. (1999). Fatigue behaviour of progressively drawn steels. In: Wu XR, Wang ZG, editors. Proceedings of the Seventh International Fatigue Congress. Fatigue '99, 2455-2460.
- [10] Korda, A.A., Mutoh, Y., Miyashita, Y., Sadasue, T. (2006). Effects of pearlite morphology and specimen thickness on fatigue crack growth resistance in ferritic-pearlitic steels. *Mater. Sci. Engng. A* **428**, 262-269.
- [11] Korda, A.A., Mutoh, Y., Miyashita, Y., Sadasue, T., Mannan, S.L. (2006). In situ observation of fatigue crack retardation in banded ferrite-pearlite microstructure due to crack branching. *Scripta Mater.* **54**, 1835-1840.
- [12] Vasudevan, A.K., Sadananda, K., Glinka, G. (2001). Critical parameters for fatigue damage. *Int. J. Fatigue* **23**, S39-S53.
- [13] Toyosada, M., Niwa, T., Sakai, J. (1997). Physical meaning of ΔK_{RP} and fatigue crack propagation in the residual stress distribution field. *Int. J. Fatigue* **19**, S161-S166.
- [14] Cai, C.Q., Shin, C.S. (2005). A normalized area-compliance method for monitoring surface crack development in a cylindrical rod. *Int. J. Fatigue* **27**, 801-809.
- [15] Paris, P.C., Erdogan, F. (1963). A critical analysis of crack propagation laws. *J. Basic Engng.* **85D**, 528-534.
- [16] Astiz, M. A. (1986). An incompatible singular elastic element for two- and three-dimensional crack problems. *Int. J. Fracture* **31**, 105-124.
- [17] Toribio, J., González, B., Matos, J.C. (2007). Fatigue crack propagation in cold drawn steel. *Mater. Sci. Engng.* (in press).
- [18] Lenets, Y.N., Bellows, R.S. (2000). Crack propagation life prediction for Ti-6Al-4V based on striation spacing measurements. *Int. J. Fatigue* **22**, 521-529.
- [19] Sugimura, Y., Grondin, L., Suresh, S. (1995). Fatigue crack growth at arbitrary angles to bimaterial interfaces. *Scripta Metall. Mater.* **33**, 2007-2012.

ANÁLISIS MICRO- Y MACROSCÓPICO DE LA FRACTURA ANISÓTROPA EN ACEROS EUTECTOIDES PROGRESIVAMENTE TREFILADOS

B. González¹, J.C. Matos², J. Ayaso¹, J. Toribio¹

¹Ingeniería de Materiales. Universidad de Salamanca,
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España.
e-mail: a25809@usal.es

²Departamento de Informática y Automática. Universidad de Salamanca,
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España.
jcmatos@usal.es

RESUMEN

Este artículo analiza, mediante técnicas metalográficas y detención del ensayo de fractura, el camino de fisuración en aceros perlíticos progresivamente trefilados. En aceros débilmente trefilados, la prefisura de fatiga exhibe, a medida que aumenta la carga aplicada durante el ensayo, redondeo de la punta de fisura y aumento del desplazamiento de apertura de fisura (*crack opening displacement: COD*) hasta que surge el disparo por clivaje que provoca la fractura final. Los aceros fuertemente trefilados exhiben un comportamiento anisótropo en fractura y deflexión de fisura con *disparo de micro-fractura (pop-in)* en forma de pared vertical con facetas alargadas de clivaje.

ABSTRACT

This paper analyzes, by means of metallographic techniques and fracture test arrest, the cracking path in progressively drawn pearlitic steels. In slightly drawn steels, the fatigue precrack exhibits, as the applied load increases during the test, crack tip blunting and increase of crack opening displacement (COD) up to the appearance of the cleavage burst provoking final fracture. Heavily drawn steels exhibit anisotropic fracture behaviour and crack deflection with *micro-fracture burst (pop-in)* in the form of vertical wall with enlarged cleavage facets.

PALABRAS CLAVE: Fractura anisótropa, Camino de fractura, Acero eutectoide trefilado.

1. INTRODUCCIÓN

El conocimiento del material a nivel microestructural es de gran importancia por su relación con las propiedades macroscópicas. En fractura es relevante determinar el valor del parámetro crítico que producirá la fractura, así como la comprensión de los fenómenos microscópicos que suceden en las fisuras.

Existen cambios en el valor de la tenacidad de fractura y en los mecanismos que se producen durante la fractura con el proceso de trabajo en frío, la temperatura y la velocidad de aplicación de la carga [1-3].

El proceso de trefilado afecta al fenómeno de fractura en acero perlítico, de forma que los aceros fuertemente trefilados (con más deformación plástica) exhiben anisotropía resistente a consecuencia de la orientación microestructural [4]. Ello conduce al cálculo de dos tenacidades de fractura direccionales, en la dirección axial y en la perpendicular, siendo mucho menor la primera para los aceros fuertemente trefilados [5-7].

El comportamiento en fractura del acero perlítico depende fundamentalmente del tamaño del grano austenítico previo [8-10], mientras que el trefilado provoca que el parámetro que controla el proceso de fractura sea el tamaño de la colonia de perlita [11].

La superficie de fractura en alambres de acero perlítico muestra un cambio en la dirección de propagación de la fisura y en los mecanismos de la fractura conforme se trefila [6]. En alambres con entallas axisimétricas el grado de anisotropía de la fractura va a depender además de la geometría de la entalla, siendo los parámetros de máxima profundidad y mínimo radio los correspondientes a la máxima concentración de tensiones y triaxialidad [12].

El objetivo de este artículo es el estudio del camino de fisuración en alambres de acero perlítico trefilados, prefisurados por fatiga y sometidos a carga de tracción axial. Se han analizado las cargas características de la curva carga-desplazamiento ($F-u$), asociándolas con los fenómenos que le suceden a la fisura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado ha sido acero eutectoide, con la composición indicada en la tabla 1. Se han analizado especialmente dos muestras, una débilmente trefilada ($\epsilon^p = 0.45$) y el producto final ($\epsilon^p = 1.09$), acero fuertemente trefilado resultado de siete pasos y un tratamiento de termo-relajación para eliminar tensiones residuales.

Tabla 1. Composición química del acero.

% C	% Mn	% Si	% P	% Cr	% V
0.789	0.698	0.226	0.011	0.271	0.078

El trefilado provoca en el acero eutectoide una mejora de sus propiedades mecánicas convencionales. El módulo de Young (E) se mantiene prácticamente constante durante el proceso de trefilado, aumentando tanto el límite elástico (σ_Y) como la tensión última de rotura o resistencia a tracción (σ_R), y disminuyendo la deformación de rotura (ϵ_R) a medida que se suceden los pasos de trefilado.

Las probetas de ensayo han sido alambres con una longitud de 300 mm y diámetro de 9.7 mm para el acero débilmente trefilado y 7.0 mm para el acero de pretensado. Previo al ensayo de fractura se realizó una prefisura por fatiga a las probetas.

La fatiga se realizó con cargas de tracción en la dirección axial, en escalones decrecientes con $\Delta\sigma$ constante, a partir de una fisura inicial (mecanizada o mediante tecnología láser) para condicionar en ese punto la iniciación de la fisura. La frecuencia utilizada fue de 10Hz, con una forma de onda sinusoidal de $R=0$ (tensión mínima igual a 0) y tensión máxima inicial en torno a la mitad del límite elástico, para ir disminuyendo en los pasos siguientes un 20-30% de la carga máxima anterior. Cada paso de carga se mantuvo el tiempo suficiente para apreciar avance de fisura y eliminar el efecto plástico en la punta provocado por el paso anterior de carga.

Los ensayos de fractura se realizaron en control de desplazamiento, moviendo las mordazas de la máquina de ensayo a una velocidad de 2mm/min. Se ha colocado un extensómetro, de base de medida 25mm, de forma simétrica frente a la fisura y se ha registrado la carga aplicada frente el desplazamiento, curva $F-u$.

Se han realizado una serie de ensayos sin llegar a la fractura final por separación de superficies, descargándose la probeta antes de su separación total. Las varillas, después de parar el ensayo y descargarlas, se han cortado a través de una sección longitudinal de forma que se observe el perfil de la fisura de fractura. Las probetas obtenidas han sido embutidas, desbastadas, pulidas y atacadas con Nital 4%, preparación necesaria para su observación al microscopio electrónico de barrido. Este proceso ha sido repetido varias veces para analizar la fisura en distintas secciones del frente.

3. RESULTADOS

3.1. Superficie de fractura

Después de realizar los ensayos de fractura se caracterizaron de forma macro y microscópica las superficies obtenidas. Los perfiles de fractura en secciones longitudinales han permitido obtener los ángulos de fractura (figura 1).

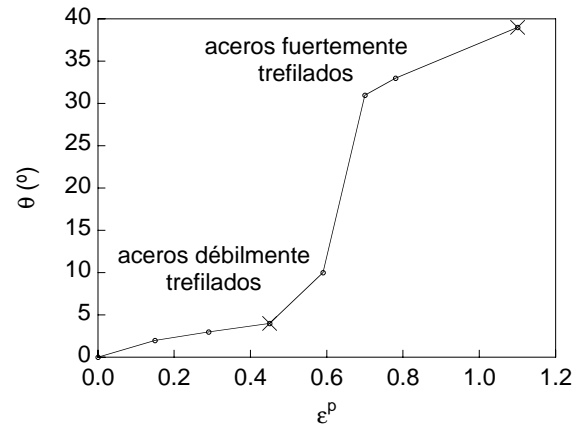


Figura 1. Ángulo inicial de fractura en función del grado de trefilado (representado por la deformación plástica acumulada en el acero en cada escalón de trefilado).

Se han dividido los aceros de esta familia en función de la anisotropía obtenida en su superficie de fractura. Los débilmente trefilados, de ángulo pequeño, y los fuertemente trefilados, el resto. En las figuras 2 y 3 se observan las superficies de fractura y las secciones longitudinales del acero débilmente trefilado ($\epsilon^p = 0.45$) y del fuertemente trefilado ($\epsilon^p = 1.09$). Al aumentar la deformación plástica la fractura se hace más anisotropa, con abundancia de multifisuraciones secundarias verticales que forman una serie de escalones.

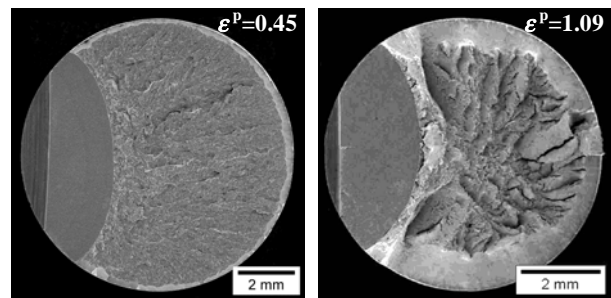


Figura 2. Superficie de fractura.

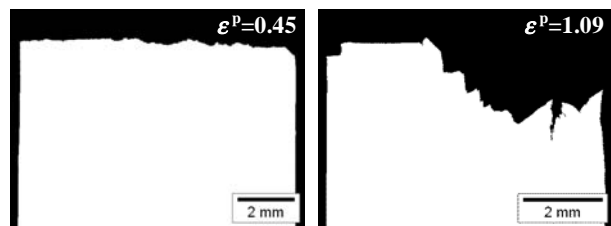


Figura 3. Sección longitudinal de la fractura.

3.2. Registros carga-desplazamiento ($F-u$)

Los registros carga-desplazamiento ($F-u$) son diferentes para los aceros débilmente y fuertemente trefilados (figuras 4 y 5). Ambos tienen una zona lineal inicial que se torna curva, siendo esta curvatura generalmente mayor conforme progresa el trefilado.

Las curvas se caracterizaron a través de dos parámetros: la carga donde acaba el comportamiento lineal (F_e) y la carga de rotura final (F_{max}). Los aceros fuertemente trefilados también tienen la carga característica asociada al fenómeno de *disparo de micro-fractura* o *pop-in* (F_Y), un desplazamiento de la base del extensómetro a carga constante [13].

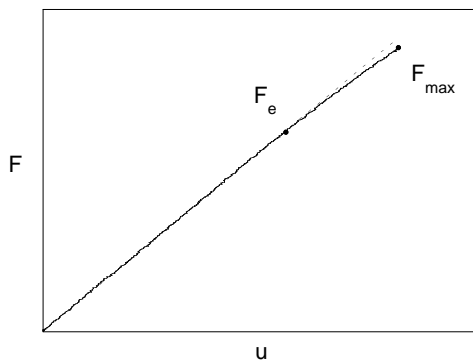


Figura 4. Curva $F-u$, aceros débilmente trefilados.

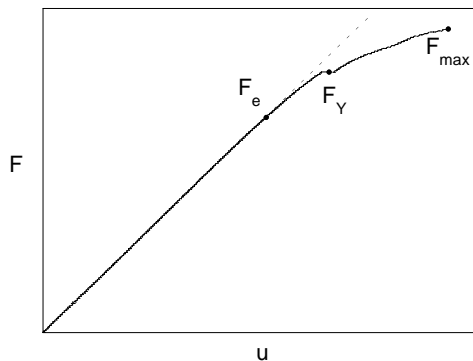


Figura 5. Curva $F-u$, aceros fuertemente trefilados.

3.3. Análisis microscópico de la fractura

Para los aceros débilmente trefilados se ha detenido el ensayo de fractura después de superar la carga donde la curva pierde la linealidad F_e , y antes de llegar al punto de carga máxima F_{max} . Comparando la fisura obtenida con la resultante de un ensayo de fatiga, se observa la existencia de redondeo en la punta con un aumento del CTOD (apertura de la punta de fisura) desde valores inferiores a la micra (en la fatiga) hasta $3\div 4\ \mu\text{m}$ (figura 6), existiendo un suavizado de la punta de fisura por plasticidad. No se ha conseguido en las distintas secciones del frente observar la iniciación de la fisura de fractura, probablemente porque a ésta le sigue de forma inmediata la rotura catastrófica.

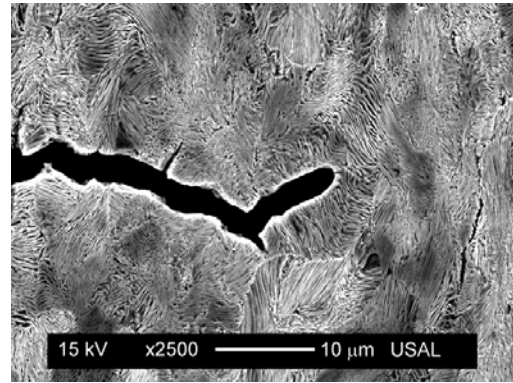


Figura 6. Punta de fisura en el acero débilmente trefilado, entre las cargas F_e y F_{max} .

Se realizó en el acero de pretensado un ensayo que se detuvo entre las cargas F_e y F_Y , es decir, después de la zona lineal del registro y antes del fenómeno del *pop-in*. En la figura 7 se muestra una sección de la fisura. En ella se observa como existe engrosamiento de la punta de la fisura de fatiga, que tiene forma poligonal, con un CTOD de aproximadamente $3\div 4\ \mu\text{m}$ y microdaño en sus alrededores. El inicio de la fisura de fractura cambia rápidamente a la dirección vertical deteniéndose a continuación.

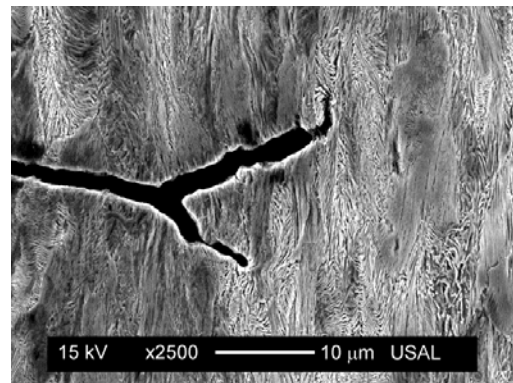


Figura 7. Punta de fisura en el acero de pretensado, entre las cargas F_e y F_Y .

En los aceros fuertemente trefilados se ha detenido el ensayo de fractura entre las cargas características F_Y y F_{max} , es decir, después de la aparición del fenómeno de *pop-in* que produce un ruido de rasgadura característico durante el ensayo y antes de la separación de la probeta en dos partes. La figura 8 corresponde a la punta de la fisura que presenta forma poligonal, con un desplazamiento de apertura de extremo de fisura (*crack tip opening displacement* or *CTOD*) de aproximadamente $7\div 8\ \mu\text{m}$ y microdaño a su alrededor. De ella parte el pelo de inicio de la fisura por fractura. A cierta distancia, de forma simétrica con la fisura, se observa una fractura vertical (figura 9). Existe pues una discontinuidad entre la fisura de inicio del proceso de fractura y la primera fisuración vertical, al menos en algunas zonas del frente de fisura.

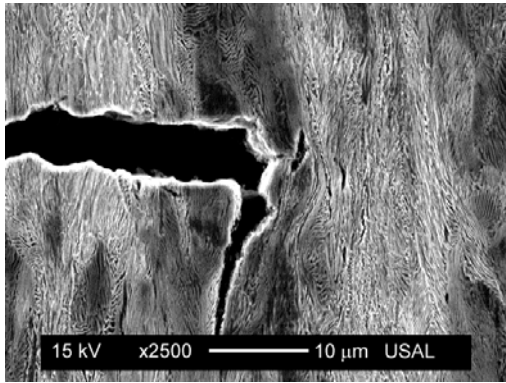


Figura 8. Punta de fisura en el acero de pretensado, entre las cargas F_Y y F_{max} .

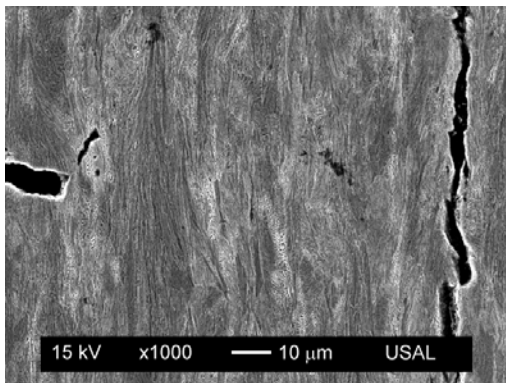


Figura 9. Fisura en el acero de pretensado, entre las cargas F_Y y F_{max} .

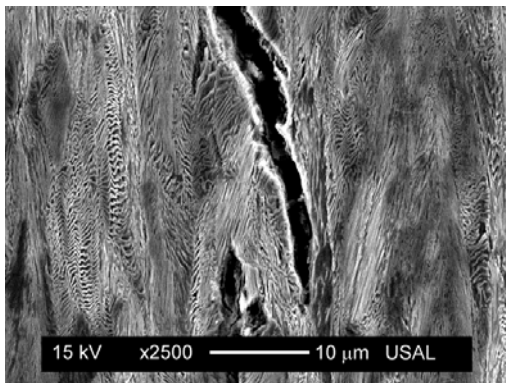


Figura 10. Fisura vertical en el acero de pretensado, entre las cargas F_Y y F_{max} .

La fisuración vertical se muestra con más detalle en la figura 10, observándose que su recorrido muestra irregularidades, tales como micro-discontinuidades, diferencias en el tamaño de la apertura de fisura y algunos pequeños tramos en direcciones próximas a la transversal.

Estas fisuras presentan abundante daño en sus alrededores en forma de frecuentes delaminaciones verticales. En aquellos ensayos que se dejaron concluir éstas aparecen en determinadas zonas, incluso en mayores cantidades.

4. DISCUSIÓN

En los aceros débilmente trefilados, donde apenas existe anisotropía, la curva $F-u$ (siempre ascendente) es lineal curvándose ligeramente en el último tramo. En ella existen dos cargas características: (i) la fuerza F_e , donde la curva pierde la linealidad y que está asociada al inicio de redondeo en la punta de fisura por plasticidad, y (ii) la fuerza máxima F_{max} , correspondiente al punto final de la curva y que se relaciona con el momento en que se produce la fractura inestable por clivaje, contenida en la sección transversal de la probeta para estos aceros (figura 11).

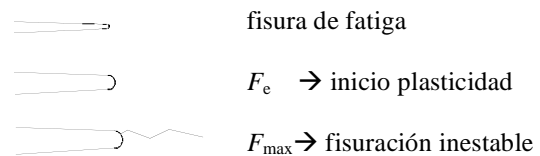


Figura 11. Cargas características en los aceros débilmente trefilados.

Entre ambas cargas características se está desarrollando plasticidad en la zona de proceso [9] alrededor de la punta de fisura con la formación de microhuecos (figura 12) por el mecanismo de Miller y Smith [14]. Esta zona, del tamaño de unas micras, aumenta en extensión con el número de pasos de trefilado a que se someta el alambre. En los aceros ferrítico-perlíticos las inclusiones y las regiones altamente deformadas actúan como lugares para la formación de estas microfisuras dúctiles [15].

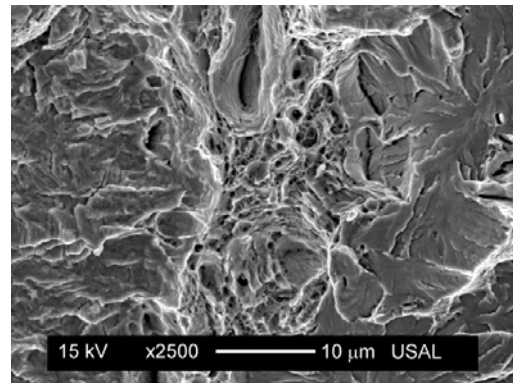


Figura 12. Zona de proceso.

En la superficie de fractura de los aceros fuertemente trefilados, donde existe crecimiento estable, la curva $F-u$ tiene una primera zona lineal y un tramo curvo, donde aparecen saltos en el desplazamiento del extensómetro a carga constante o ligeramente descendente (*pop-in*) que se corresponden con disparos verticales por clivaje, provocando chasquidos durante el ensayo.

Los cambios producidos con el proceso de trefilado en la microestructura del acero perlítico provocan una clara anisotropía, que se muestra en la aparición de paredes

verticales en la superficie de fractura, para carga de tracción en la dirección axial. Su fractografía muestra clivajes alargados, mecanismo de rotura frágil, que ocurren localmente de forma instantánea (figura 13).

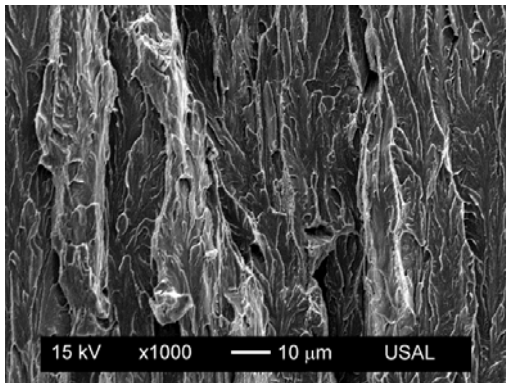


Figura 13. Clivajes alargados.

Las fuerzas características obtenidas a partir de la curva $F-u$ son: F_e punto final de la parte lineal de la curva correspondiente al momento en que comienza el redondeo de la punta de fisura por plasticidad; F_Y relacionado con la aparición del crecimiento inestable por clivaje vertical y que se refleja en la curva con el efecto del *pop-in*; y la fuerza F_{max} asociada con el momento en que se produce la fractura final y que es la carga máxima (figura 14).

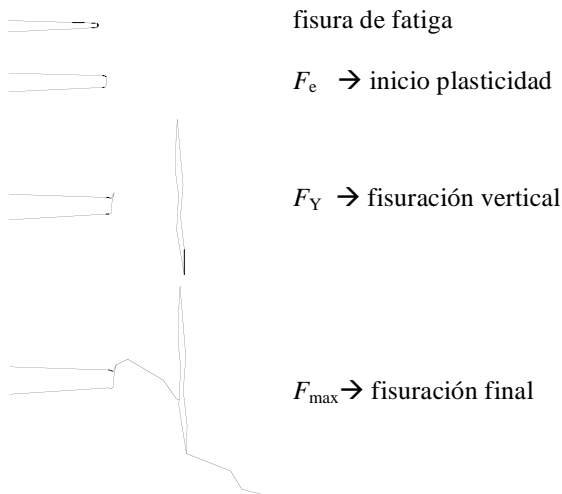


Figura 14. Cargas características en los aceros fuertemente trefilados.

La figura 15 muestra una sección longitudinal obtenida con microscopía óptica para un acero fuertemente trefilado, donde se puede observar de forma sucesiva la entalla mecánica, la fatiga y el crecimiento estable de la fractura con la extensión abrupta vertical de la fisura. La iniciación de fisuras por clivaje puede ocurrir después del redondeo de la prefisura de fatiga o después de algún crecimiento estable. En cualquier caso, la inestabilidad parece dispararse por la fractura de microconstituyentes en la punta de la prefisura [16].

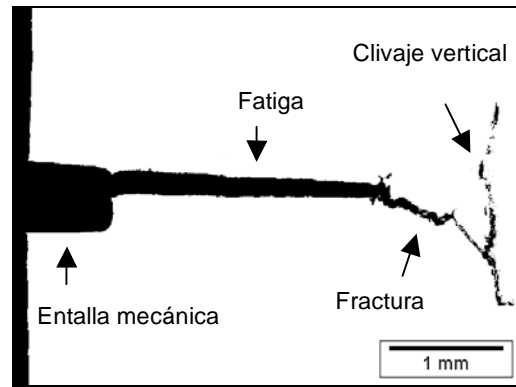


Figura 15. Fisura en el acero fuertemente trefilado.

Existe una orientación de la microestructura conforme aumenta el proceso de trefilado (en particular de las láminas de perlita), acompañada de una disminución del espaciado interlaminar. El hecho de que las láminas de perlita estén orientadas facilita el mecanismo de rotura de Miller y Smith, y por tanto la existencia de microhuecos en su superficie de fractura. En cambio, en el acero sin orientación preferencial, la probabilidad de que ocurra este tipo de daño es menor, pero cuando sucede induce una fisura muy aguda que rápidamente produce la rotura.

La punta de fisura redondeada provoca que, con el incremento de la carga durante el ensayo de fractura, la tensión horizontal σ_{xx} (paralela al plano de la fisura) aumente su valor en una zona por delante de su punta al tiempo que la zona de valor máximo se aleja de ésta y aumenta en extensión (figura 16). En los aceros fuertemente trefilados hay que considerar los cambios microestructurales producidos y la existencia además de una distribución de microfisuras verticales inducidas por el proceso de trefilado (figura 17). De forma conjunta estos fenómenos podrían ser los responsables del crecimiento inestable vertical por clivaje.

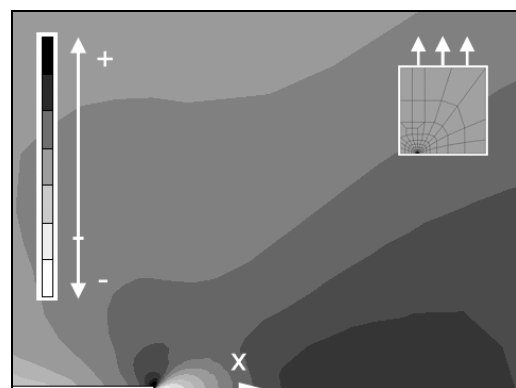


Figura 16. Tensión σ_{xx} en la punta de la fisura.

En los aceros débilmente trefilados estas tensiones también aparecen, pero el material no ha desarrollado apenas la anisotropía en su comportamiento en fractura y las microfisuras axiales iniciadoras casi no están presentes en su microestructura.

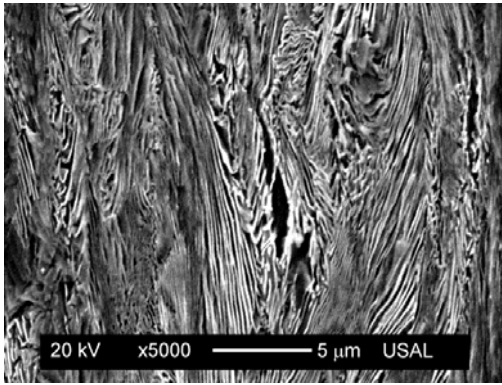


Figura 17. Microfisuración axial.

5. CONCLUSIONES

Se han obtenido una serie de fuerzas características a partir del registro $F-u$: F_c punto final de la parte lineal de la curva correspondiente al momento en que comienza el redondeo de la punta de fisura por plasticidad; F_Y asociada con la aparición del crecimiento inestable por clivaje vertical y que se refleja en la curva con el efecto del *pop-in*; y la fuerza F_{max} asociada con el momento en que se produce la fractura final y que se corresponderá con la carga máxima.

La punta de fisura se deforma plásticamente, con forma redondeada en los aceros poco trefilados y con formas poligonales en los muy trefilados. En estos últimos es posible observar además el inicio de la fisura de fractura, que toma rápidamente la dirección vertical.

En los aceros fuertemente trefilados existe un crecimiento de fisura estable, siendo posible detener el ensayo generando superficie de fractura sin separación de la probeta en dos partes. En los aceros débilmente trefilados la fractura se produce de forma catastrófica por clivaje, sin propagación estable.

En la fractografía de los aceros fuertemente trefilados aparecen disparos de fisuración vertical consistentes en clivajes alargados que aparecen a cierta distancia de la punta de fisura de fatiga. Este fenómeno se debe a la anisotropía resistente que produce el proceso de trefilado, junto con la tensión de hinchamiento que aparece delante de una fisura de punta redondeada. Además la múltiple microfisuración vertical provocada por el proceso de trefilado facilitará la iniciación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA078/04 y SA067A05), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso". Además, agradecen el suministro de acero por parte de EMESA TREFILERÍA.

REFERENCIAS

- [1] Juhas, M.C., Bernstein, I.M. (1983). Effect of prestrain on the mechanical properties of eutectoid steel. *Metall. Trans.* **14A**, 1379-1388.
- [2] Yu, S.R., Yan, Z.G., Cao, R., Chen, J.H. (2006). On the change of fracture mechanism with test temperature. *Engng. Fracture Mech.* **73**, 331-347.
- [3] Drar, H. (1996). Fractographic aspects of blunting at high loading rate. *Engng. Fracture Mech.* **53**, 37-47.
- [4] Toribio, J., Ovejero, E., Toledano, M. (1997). Microstructural bases of anisotropic fracture behaviour of heavily drawn steel. *Int. J. Fracture* **87**, L83-L88.
- [5] Astiz, M. A., Valiente, A., Elices, M., Bui, H.D. (1985). Anisotropic fracture behaviour of prestressing steels. In: Faria L, editor, "Life assessment of dynamically loaded materials and structures-ECF5", 385-393.
- [6] Toribio, J., Valiente, A. (2004). Approximate evaluation of directional toughness in heavily drawn pearlitic steels. *Mater. Letters* **58**, 3514-3517.
- [7] Toribio, J., Valiente, A. (2006). Failure analysis of cold drawn eutectoid steel wires for prestressed concrete. *Engng. Failure Analysis* **13**, 301-311.
- [8] Alexander, D. J., Bernstein, I. M. (1982). The cleavage plane of pearlite. *Metall. Trans.* **13A**, 1865-1868.
- [9] Park, Y.J., Bernstein, I.M. (1979). The process of crack initiation and effective grain size for cleavage fracture in pearlitic eutectoid steel. *Metall. Trans.* **10A**, 1653-1664.
- [10] Fernández-Vicente, A., Carsí, M., Peñalba, F., Taleff, E., Ruano, O.A. (2002). Toughness dependence on the microstructural parameters for an ultrahigh carbon steel (1.3 wt.%C). *Mater. Sci. Engng. A* **335**, 175-185.
- [11] Toribio, J., Ayaso, F.J. (2003). Anisotropic fracture behaviour of cold drawn steel: a materials science approach. *Mater. Sci. Engng. A* **343**, 265-272.
- [12] Toribio, J., Ayaso, F.J. (2001). Fracture performance of progressively drawn pearlitic steel under triaxial stress states. *Mater. Sci.* **37**, 707-717.
- [13] Singh, U.P., Banerjee, S. (1991). On the origin of pop-in crack extension. *Acta Metall. Mater.* **39**, 1073-1084.
- [14] Valiente, A., Ruiz, J., Elices, M. (2005). A probabilistic model for the pearlite-induced cleavage of a plain carbon structural steel. *Engng. Fracture Mech.* **72**, 709-728.
- [15] Ebrahimi, F., Seo, H.K. (1996). Ductile crack initiation in steels. *Acta Mater.* **44**, 831-843.
- [16] Rosenfield, A.R., Majumdar, B.S. (1987). Micro-mechanisms and toughness for cleavage fracture of steel. *Nuclear Engng. Design* **105**, 51-57.

ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO CUANTITATIVO DEL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE ACEROS PERLÍTICOS ESFEROIDIZADOS

D. Vergara, J. García, J. García, F.J. Ayaso y J. Toribio

Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca,
E.P.S., Avda. Requejo 33, 49022 Zamora
Tel: (980) 54 50 00; Fax: (980) 54 50 02, Correo-e: dvergara@usal.es

RESUMEN

En este artículo se presenta un *análisis fractográfico cualitativo y cuantitativo* de las superficies de fractura de diferentes aceros perlíticos sometidos a tratamientos térmicos de esferoidización y posteriormente al ensayo de tracción simple hasta rotura. Los resultados se han comparado con las superficies obtenidas para esos mismos aceros pero sin estar sometidos a ningún tratamiento, i.e., aceros perlíticos con estructura laminar. Los aceros estudiados proceden de los extremos de una cadena de trefilado, i.e., alambroón inicial laminado en caliente y alambre de pretensado comercial (producto final de la cadena). El estudio metalográfico realizado muestra una suerte de *esferoidización anisótropa* en el producto obtenido con el alambre de pretensado, como consecuencia de la anisotropía microestructural del material de origen, en contraste con la *esferoidización isotrópica* obtenida a partir del alambroón.

ABSTRACT

In this paper, a *qualitative and quantitative fractographic analysis* is presented of the fracture surfaces of different pearlitic steels subjected to spheroidization heat treatments and later to standard tension test until collapse. The results were compared with the surfaces obtained in the same steels with no heat treatment, i.e., pearlitic steels with laminate structure. Studied steels belong to the initial and the final steps of a drawing process, i.e., hot rolled steel bar (not cold drawn at all) and prestressing steel wire (final commercial product). Metallographic studies show a sort of *anisotropic spheroidization* in the heat-treated prestressing steel wires, a consequence of the microstructural anisotropy of the origin material, in contrast with the *isotropic spheroidization* obtained from the hot rolled bar.

PALABRAS CLAVE: Fractografía, Aceros perlíticos, Esferoidización.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros pueden presentar diferente microestructura no sólo debido a su composición química sino también al proceso de obtención, al de conformación o a algún tratamiento específico que hayan recibido. La microestructura de un material afecta a su vez a su comportamiento en fractura, estableciéndose una clara relación entre las características microscópicas con las macroscópicas, propia de la Ingeniería de Materiales. Este artículo estudia del *comportamiento fractográfico* de diferentes materiales, atendiendo principalmente a la diferente microestructura que éstos presentan, a pesar de tener todos idéntica composición química.

Los materiales que se van a analizar son aceros eutéctoides que proceden de los extremos de una cadena de trefilado, i.e., alambroón inicial laminado en caliente y alambre de pretensado comercial (producto final de la cadena) fuertemente trefilado. Además, se han cortado varias probetas y se les han aplicado tratamientos térmicos específicos para conseguir un material con estructura globular, de esta manera en este trabajo se

analiza el comportamiento de cuatro aceros eutéctoides diferentes, dos de ellos con *estructura esferoidizada* y dos de ellos con *estructura laminar*.

El proceso de globulización o esferoidización que se produce en la cementita del compuesto perlítico debido a diversos tratamientos térmicos ha sido ampliamente estudiado [1-3]. Incluso el comportamiento en fractura de los aceros esferoidizados ha captado la atención del mundo científico desde hace décadas [4-7] y, en los últimos años, estos aceros han mostrado un especial interés debido a que facilitan el estudio de la influencia del hidrógeno en el mecanismo de fractura [8, 9], ya que, en muchos casos, el hidrógeno causa una degradación de las propiedades mecánicas de estos materiales sin cambiar su modo normal de fractura.

Los aceros esferoidizados tienen un comportamiento dúctil, favoreciendo la coalescencia de microhuecos (CMH) como mecanismo de fractura. La nucleación, crecimiento y coalescencia de estos huecos se ve

fuertemente afectada por la cantidad, tamaño, forma y distribución de las partículas de carburo que se encuentran en este tipo de aceros [4,7]. En este trabajo se presenta el análisis fractográfico de dos aceros esferoidizados con diferente distribución de carburos, uno con una microestructura anisótropa y otro con una microestructura isótropa, de tal manera que se pueda estudiar en detalle la posible influencia que ejerce esta distribución en el comportamiento en fractura de estos aceros. En las referencias bibliográficas previas no se ha encontrado ningún estudio con aceros esferoidizados que presenten una *anisotropía microestructural* por lo que, en este artículo, también se incluye una explicación del por qué se produce la organización de esferoiditas de cementita en una dirección privilegiada.

Para evaluar el comportamiento en fractura de los aceros esferoidizados considerados, y comparar el resultado con los mismos aceros antes del tratamiento térmico de globulización (con microestructura laminar), se han realizado *mapas de fractura microscópica* (MFM) de las superficies de fractura obtenidas a partir de los ensayos de tracción simple que se han aplicado a los diferentes materiales. Estos MFM ya han sido empleados como una técnica fractográfica cuantitativa en artículos previos [10] para analizar la zona de proceso de fractura en un material.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales empleados son aceros eutectoides que proceden de los extremos de una cadena de trefilado (alambrón y alambre de pretensado) y posteriormente se han tratado térmicamente para conseguir una estructura globular. De esta manera, la composición de todos estos materiales es la misma (C 0,789%, Mn 0.681%, Si 0,21%, P 0,010%, S 0.008%, Al 0.005, Cr 0,218%, V 0,061%). Para diferenciar unos aceros de otros, se ha establecido la siguiente nomenclatura:

- E0: alambrión con estructura laminar, procedente de la cadena de trefilado. No ha pasado por ninguna hilera de trefilado.
- E7: alambre de pretensado con estructura laminar. Producto final de la cadena de trefilado después de pasar por siete hileras.
- E0*: alambrión con estructura globular. Producto obtenido al aplicar un tratamiento térmico de esferoidización al material E0.
- E7*: alambre de pretensado con estructura globular. Producto obtenido al aplicar un tratamiento térmico de esferoidización al material E7.

Los aceros eutectoides E0 (figura 1) y E0* (figura 2) presentan una microestructura isótropa, el primero de ellos formada por láminas de ferrita y cementita, y el segundo formada por cementita globular distribuida de manera arbitraria en el interior de una matriz ferrítica. Por el contrario, la microestructura de los aceros E7 y

E7* presenta un alto grado de anisotropía, estando claramente orientadas en la dirección de trefilado tanto las láminas de cementita del acero E7 (figura 3) como los granos de cementita globular del acero E7* (figura 4).

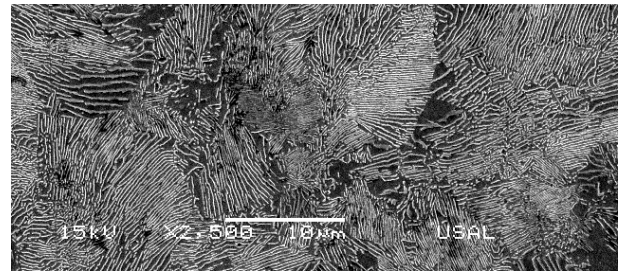


Figura 1. Microestructura en un plano longitudinal del acero E0.



Figura 2. Microestructura en un plano longitudinal del acero E0*.

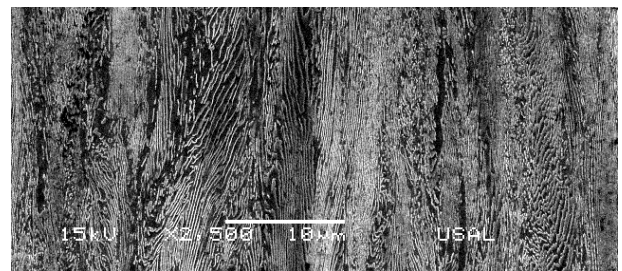


Figura 3. Microestructura en un plano longitudinal del acero E7.



Figura 4. Microestructura en un plano longitudinal del acero E7*.

Para obtener la estructura globular de los aceros E0* y E7*, se realizaron varias pruebas, todas ellas acordes a la normativa establecida [11], alcanzando un resultado óptimo de globulización completa al introducir las probetas en un horno que se encuentra a 700 °C, mantenerlas a esa temperatura durante 48 horas y, posteriormente, apagar el horno dejando que las

probetas se enfrían lentamente en su interior. Las diferencias observadas en el tamaño de los granos de cementita globular en el acero E0* y el E7* son debidas a que los materiales de partida de ambos, E0 y E7 respectivamente, presentan un espaciado interlaminar diferente y por lo tanto el tratamiento térmico ha afectado de diferente manera al proceso de esferoidización, ya que este proceso se acelera cuanto más fina sea la estructura laminar [1].

Estudios previos [1, 2] han demostrado que el proceso de globulización de la cementita conlleva varias etapas: rotura de las láminas de cementita en placas con una proporción de 6:1 – 8:1; transformación de éstas a una forma esférica; y crecimiento de estas partículas globulares. Esto justifica claramente la apariencia de la anisotropía de la microestructura del acero E7*. El tratamiento térmico de globulización que se aplica al acero E7 para obtener el E7* actúa sobre las láminas de cementita, alineadas en la dirección de trefilado, rompiéndolas en placas de proporciones 6:1 – 8:1 que mantienen una orientación preferente. Posteriormente éstas se transforman en cementita con geometría globular que va creciendo con el tiempo pero manteniendo la disposición espacial impuesta por la estructura laminar previa. Como además el espaciado interlaminar del compuesto perlítico es considerablemente fino en el acero E7, el proceso de globulización se ve acelerado y entonces el producto final del tratamiento térmico (E7*) es un acero con partículas de cementita globular gruesas que se encuentran distribuidas con cierta orientación dentro de una matriz ferrítica.

Con estos materiales se realizaron ensayos de tracción simple hasta la fractura final por separación total de superficies. Las probetas ensayadas tuvieron una longitud de 300 mm, ya que ésta es la longitud más apropiada para la geometría de alambres según estudios previos [12]. Las curvas tensión-deformación obtenidas de estos ensayos se pueden encontrar en la figura 5, viéndose cómo los aceros esferoidizados presentan una resistencia mecánica considerablemente inferior a los aceros con estructura laminar.

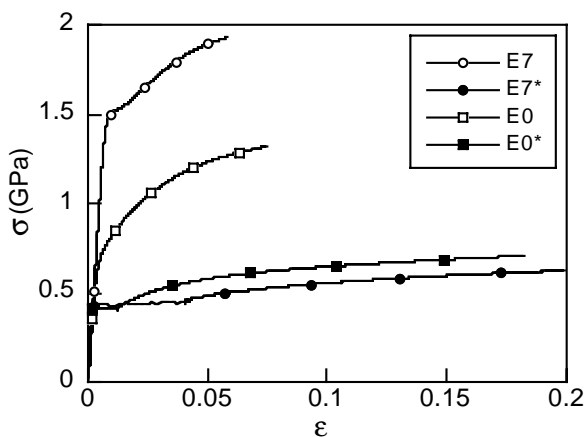


Figura 5. Curvas tensión-deformación de los aceros.

3. ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

Las superficies de fractura se han obtenido mediante microscopía electrónica de barrido. En la figura 6 se presenta el aspecto de estas superficies para cada uno de los aceros analizados, tal y como se puede comprobar en la identificación de cada una de las fractografías presentadas. Las superficies de fractura de los aceros con estructura laminar ya fueron analizadas en artículos previos [10], aunque, resumiendo, se puede observar una superficie isótropa para el alambroón (E0) mientras que para el alambre de pretensado (E7) se aprecia una fractografía más irregular, con numerosas elevaciones y depresiones, provocada por la influencia directa de la anisotropía microestructural [10]. Por el contrario los aceros con estructura globular (E0* y E7*) presentan superficies de fractura isótropas, con independencia de si la microestructura globular muestra o no anisotropía.

Todos los aceros presentan una corona o anillo exterior formada por coalescencia de microhuecos (CMH), y una zona central, ésta de aspecto más *fibroso*, pero también formada por microhuecos, aunque de mayor tamaño que aquellos que presenta la corona exterior. Entre la corona exterior y el área central de la superficie de fractura se encuentra una zona intermedia, que es la que más diferencias supone entre el aspecto fractográfico de los aceros con estructura laminar y el de los que presentan estructura globular. Para los aceros laminares, se observa en esta zona una mezcla de CMH y clivaje en el caso del alambroón (E0), mientras que en el acero E7 el mecanismo de fractura es casi exclusivamente CMH. Para el caso de los aceros esferoidizados, E0* y E7*, se ha encontrado exclusivamente CMH, si bien en el acero E0* se ha llegado a observar algún clivaje aislado. Esta zona intermedia presenta unas marcas radiales que parten de la zona central de aspecto fibroso y se dirigen hacia la corona o anillo exterior, indicando que la fractura se propaga radialmente desde el centro hacia la corona. Este hecho revela que la zona fibrosa representa la zona de proceso de fractura (ZPF). Cabe señalar el caso especial que se presenta en el acero E0 en cuanto a la ubicación de la zona fibrosa, la cual se sitúa *excepcionalmente* en el borde exterior del alambre, señalando un origen de fractura periférico, probablemente causado por un daño superficial debido al almacenamiento del alambroón en bobinas.

Con la ayuda del microscopio electrónico de barrido se han elaborado mapas de fractura microscópica (MFM) con una resolución entre 25 y 50 aumentos sobre los cuales se ha realizado, mediante un equipo de análisis de imagen, una serie de medidas sobre las distintas superficies de fractura (figura 7):

- Área total de la superficie final de fractura (S_F).
- Área de la corona o anillo exterior (S_{CE}).
- Área de la zona intermedia (S_{ZI}).
- Área de la zona fibrosa o zona de proceso de fractura (S_{ZPF}).

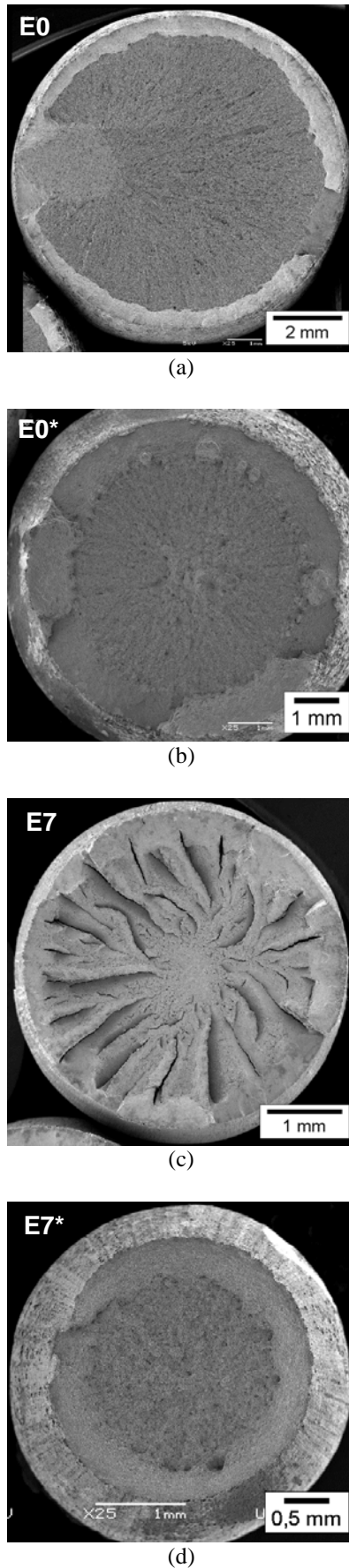


Figura 6. Superficies de fractura de los diferentes aceros analizados: (a) E0, (b) E0*, (c) E7, (d) E7*.

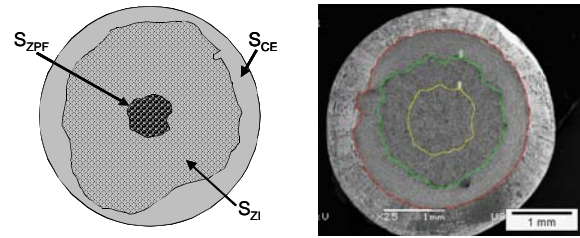


Figura 7. Medidas sobre las superficies de fractura.

Se tomaron medidas sobre las superficies de fractura de tres probetas de cada tipo de material y con éstas se calculó el valor medio de los parámetros a analizar para el estudio cuantitativo de la fractografía. El primero de ellos es el porcentaje de reducción de área Z (estricción), que es una medida de la deformación plástica (ductilidad) que puede soportar el material, y se define mediante:

$$Z (\%) = 100 (S_0 - S_F) / S_0 \quad (1)$$

siendo S_0 el valor de la sección de la probeta antes de haber sido ensayada a tracción. Por otro lado, los valores de S_{CE} , de S_{ZI} y de S_{ZFP} se han calculado en términos porcentuales con relación al área de la superficie de fractura S_F de la muestra en cuestión:

$$S_{CE} (\%) = 100 (S_{CE} / S_F) \quad (2)$$

$$S_{ZI} (\%) = 100 (S_{ZI} / S_F) \quad (3)$$

$$S_{ZFP} (\%) = 100 (S_{ZFP} / S_F) \quad (4)$$

En la tabla 1 se han expuesto los resultados de estas mediciones aunque, para analizar estos valores de una manera visual, se han representado en la figura 8 las diferentes áreas de la superficie de fractura.

Tabla 1. Valores de la fractografía cuantitativa.

	E0	E0*	E7	E7*
Z (%)	31.24	58.08	23.05	65.47
S_{ZPF} (%)	7.53	9.58	3.13	13.53
S_{ZI} (%)	71.25	49.85	61.82	40.56
S_{CE} (%)	21.22	40.57	35.05	45.91

Se puede observar que las áreas de la zona fibrosa (S_{ZFP}) y de la corona exterior (S_{CE}) son superiores en los aceros que han sido tratados térmicamente, esferoidizando su estructura (E0* y E7*). Como en la zona fibrosa la fractura se propaga subcríticamente, el hecho de que esta zona sea mayor indica un grado de ductilidad superior.

Por otro lado, la diferencia entre los valores de las distintas áreas de los aceros tratados térmicamente, E0* y E7*, es inferior a la encontrada entre los aceros E0 y E7, que ya fue analizada en artículos previos [10]. Si bien, en el caso del acero con estructura globular anisótropa (E7*), existe un tamaño superior de la S_{ZPF}

respecto al acero con estructura globular isótropa (E0*), aunque la explicación parece ser más bien el tamaño de las partículas de cementita esférica que son superiores en el primero de los aceros y favorecen un comportamiento más dúctil.

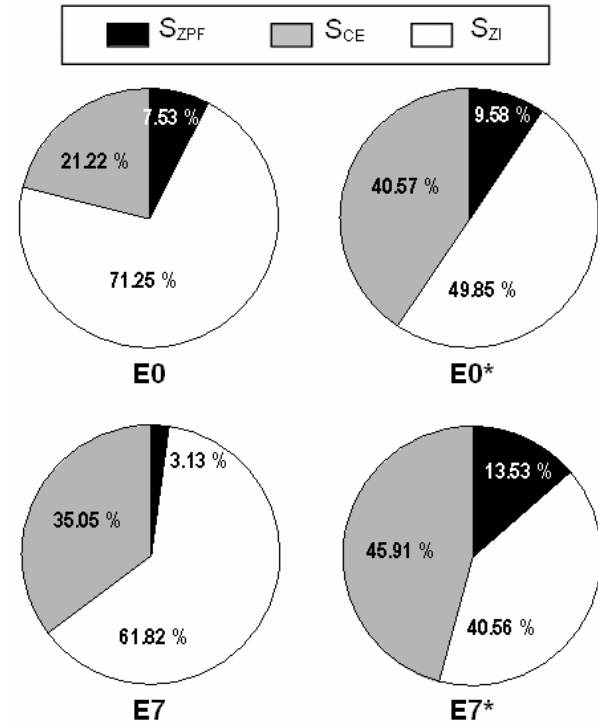


Figura 8. Áreas relativas de las superficies de fractura de los diferentes aceros analizados.

La influencia de la anisotropía microestructural de los aceros esferoidizados no se manifiesta en el proceso de fractura con tanto ahínco como lo hace la anisotropía microestructural de los aceros con estructura laminar. De todos modos, en las microfractografías realizadas en la ZPF de los aceros E0* y E7* (figuras 9 y 10) se puede comprobar que existe una distribución más homogénea de microhuecos en los aceros con anisotropía (E7*).

Entre los factores que pueden promover esta homogeneización de la CMH, y que ya fueron comentados en la introducción de este artículo, se han considerado como más influyentes el tamaño de las partículas (más gruesas en el E7*) y la distribución anisótropa de éstas, que puede favorecer distancias relativamente homogéneas de separación entre las partículas de cementita esférica en el plano transversal de las probetas.

Respecto a los valores de la estricción Z (tabla 1) se puede apreciar que son mayores para los dos aceros esferoidizados, lo cual se corresponde con el mayor grado de ductilidad observado para estos aceros tanto en las curvas σ - ϵ de comportamiento mecánico (figura 5) como en los mecanismos de fractura, en los que sólo se observó CMH (figuras 9 y 10).

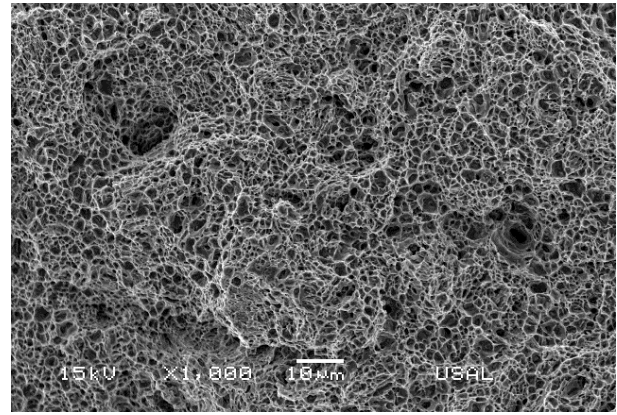


Figura 9. Fractografía en un plano longitudinal del acero E0*.

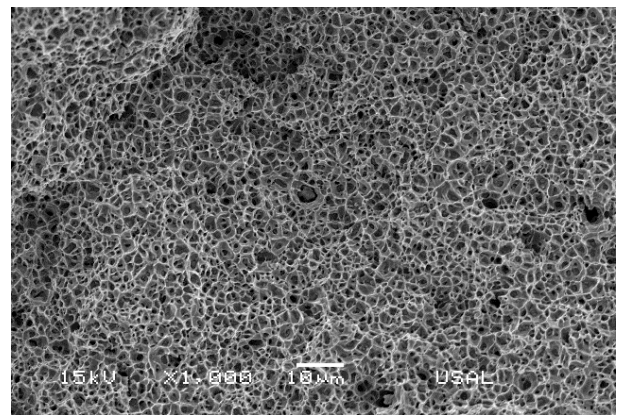


Figura 10. Fractografía en un plano longitudinal del acero E7*.

4. CONCLUSIONES

- La organización en direcciones preferentes de las partículas de cementita que se forman en un acero eutectoide laminar después de aplicarle un tratamiento térmico de esferoidización, se debe a la herencia de la anisotropía microestructural que presentaban previamente los aceros, manteniendo una dirección privilegiada de las láminas de cementita.
- La explicación del por qué esta suerte de anisotropía tiende a conservarse aún después de esferoidizar la microestructura del acero se basa en la evolución del propio proceso de esferoidización, pues inicialmente las láminas de cementita se rompen en placas de proporciones 6:1-8:1 que posteriormente adoptan la forma esférica.
- La globulización de la cementita favorece una fractura con topografía exclusiva de CMH, mientras que la cementita laminar favorece también el clivaje. Por lo tanto, los aceros eutectoides esferoidizados presentan un comportamiento mucho más dúctil que los aceros perlíticos laminares, lo cual se manifiesta también en las curvas tensión-deformación y en los valores porcentuales de la estricción.

- Las áreas de la zona fibrosa (S_{ZFP}) y de la corona exterior (S_{CE}) son superiores en los aceros que han recibido un tratamiento térmico de esferoidización. Considerando que en la zona fibrosa la fractura se propaga subcríticamente, el hecho que esta zona sea mayor indica un grado de ductilidad superior.
- La anisotropía microestructural de los aceros eutectoides esferoidizados no parece influir en el proceso de fractura de forma tan determinante como lo hace la anisotropía microestructural de los aceros eutectoides con estructura laminar.
- Al comparar entre sí las fractografías de los aceros eutectoides esferoidizados con isotropía y con anisotropía microestructural, puede observarse que los últimos presentan una superficie de fractura con zonas de coalescencia de micro-huecos (CMH) mucho más homogéneas que los primeros.

AGRADECIMIENTOS

La investigación fue realizada con la ayuda del Ministerio de Ciencia y Tecnología (Proyecto MCYT-FEDER MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA078/04 y SA067A05), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso". Además, los autores desean expresar su gratitud a la factoría TREFILERÍAS QUIJANO (Cantabria) por el suministro de acero utilizado en el programa experimental.

REFERENCIAS

- [1] Chattopadhyay, S., Sellars, C.M., Quantitative measurements of pearlite spheroidization. *Metallography*, 1977, **10**, 89-105.
- [2] Chattopadhyay, S., Sellars, C.M., Kinetics of pearlite spheroidization during static annealing and during hot deformation. *Acta metallurgica*, 1982, **30**, 157-170.
- [3] Zhang, S.L., Sun, X.J., Dong, H., Effect of deformation on the evolution of spheroidization for the ultra high carbon steel. *Materials science and engineering*, 2006, **A432**, 324-332.
- [4] Park, I-G., Thompson, A.W., Ductile fracture in spheroidized 1520 steel. *Acta metallurgica*, 1988, **36**, 1653-1664.
- [5] Strnadel, B., Jonšta, Z., Distribution of dimple sizes of the fracture surface of spheroidized steel in the transition region. *Engineering fracture mechanics*, 1994, **48**, 863-871.
- [6] Lesuer, D.R., Syn, C.K., Sherby, O.D., Fracture behavior of spheroidized hypereutectoid steels. *Acta metallurgica et materialia*, 1995, **43**, 3827-3835.
- [7] Zhou, F., Wang, J.N., Lian, J.S., An investigation of the plastic failure of spheroidized steels. *Materials science and engineering*, 2002, **A332**, 117-122.
- [8] Maier, H.J., Popp, W., Kaesche, H., Effects of hydrogen on ductile fracture of a spheroidized low alloy steel. *Materials science and engineering*, 1995, **A191**, 17-26.
- [9] Krom, A.H.M., Maier, H.J., Koers, R.W.J., Bakker, A., The effect of strain rate on hydrogen distribution in round tensile specimens. *Materials science and engineering*, 1999, **A271**, 22-30.
- [10] Ayaso, J., González, B., Matos, J.C., Vergara, D., Lorenzo, M., Toribio, J., Análisis fractográfico cuantitativo del comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados. *Anales de mecánica de la fractura*, 2005, **22**, 128-133.
- [11] ASM Metals Handbook, *Volume 4: Heat Treating* American Society of Metals, Metals Park, OH (2006).
- [12] Toribio, J., On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *Journal of Testing and Evaluation*, 1992, **20**, 357-362.

INFLUENCIA DEL ESTADO TENSODEFORMACIONAL RESIDUAL EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ALAMBRES TREFILADOS

M. Lorenzo¹, D. Vergara², V. Kharin², J. Toribio²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca
E. T. S. de Ingeniería Industrial. Avda. Fernando Ballesteros, 2 37700 Béjar (Salamanca).
E-mail: mlorenzo@usal.es

² Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora

RESUMEN

La fragilización por hidrógeno (FH) juega un papel relevante en el rendimiento de alambres trefilados de acero de pretensado en ambientes agresivos. Por este motivo, el conocimiento de los estados tensodeformacionales residuales presentes en un alambre debidos al proceso de trefilado, así como la hidrogenación producida por el ambiente agresivo, son aspectos clave para la correcta predicción de la vida de los alambres. Este artículo amplía los análisis previos de FH en alambres trefilados de acero de pretensado vía simulación numérica, primero, del proceso de trefilado completo para conocer las distribuciones de tensiones y deformaciones plásticas residuales, y a continuación, de la difusión de hidrógeno en el alambre asistida por el estado tenso-deformacional hasta la creación de las condiciones de nucleación para la FH. Los resultados obtenidos prueban el relevante papel que juega el campo tenso-deformacional residual en la acumulación de hidrógeno en los alambres, así como sus posibles consecuencias para la FH.

ABSTRACT

Hydrogen embrittlement (HE) plays a relevant role in the performance of cold-drawn prestressing steel wires in harsh environments. To this end, the knowledge of residual stresses and plastic strains in wires due to cold-drawing, as well as of wires hydrogenation from harsh environments are the keys to successful predictions of wire lives. This paper advances previous analyses of HE in cold-drawn prestressing wires via numerical modelling, first, of the whole cold-drawing process to gain the distributions of residual stresses and plastic strains, and next, of the stress-strain assisted hydrogen diffusion in wires towards creation of the conditions for HE nucleation. Generated results prove the relevant role of residual stress-and-strain field in hydrogen accumulation in the wires, and the possible consequences for HE.

PALABRAS CLAVE: Trefilado, difusión asistida por el estado tensodeformacional, simulación numérica.

1. INTRODUCCIÓN

Los alambres de acero se utilizan ampliamente en estructuras de hormigón pretensado. Esta técnica es muy adecuada en la ingeniería civil, ya que permite mejorar el comportamiento mecánico de estas estructuras al introducir un determinado estado tensional (pretensado) capaz de contrarrestar estados tensionales no deseables que pueden aparecer durante su vida en servicio [1]. Los alambres de acero de pretensado se fabrican a partir de aceros perlíticos de composición eutectoide fuertemente trefilados, ya que con este proceso se pueden conseguir elevadas propiedades mecánicas (resistencia a tracción).

Otro aspecto destacable de estos alambres es que durante su vida en servicio suelen estar sometidos a altos estados tensionales en presencia de ambientes hostiles. La combinación sinérgica de estos efectos (altas cargas y ambiente agresivo) hace que estos materiales sean altamente susceptibles a procesos de fisuración superficial. Por este motivo durante décadas la fractura asistida por el ambiente de estos aceros ha suscitado el interés de la comunidad científica, siendo

objeto de múltiples estudios que destacan la importancia del fenómeno de fragilización por hidrógeno (FH) en los procesos de degradación de estructural [2].

Existen múltiples factores que influyen en la resistencia y en la vida de los alambres de acero de pretensado. Entre ellos cabe destacar los debidos al proceso de fabricación, y más en concreto los estados tenso-deformacionales generados durante el proceso de trefilado de estos aceros que, de acuerdo a múltiples estudios, pueden afectar la vida en servicio de las estructuras de acero de pretensado [3-5].

Por estos motivos se deben considerar varias cuestiones clave al evaluar el papel de las tensiones residuales en la susceptibilidad a la FH de estos aceros: (i) las tensiones residuales *per se* como alteración del campo tensional inducido por la sollicitación exterior; (ii) el suministro de hidrógeno desde el ambiente agresivo hasta la zona de proceso de fractura, influido tanto por el estado tensional como por la distribución de deformaciones plásticas y (iii) el descenso de las propiedades mecánicas del material debido al efecto del hidrógeno.

2. ESTADOS RESIDUALES DE TENSIONES Y DEFORMACIONES

Para poder analizar el proceso de FH en alambres de acero de pretensado es necesario en primer lugar determinar las tensiones residuales y deformaciones plásticas que presentan estos alambres al final del proceso de trefilado. Con este fin, este estudio se divide en dos análisis: en primer lugar, el análisis mecánico, realizado con un programa comercial que implementa el método de los elementos finitos, de los campos tensodeformacionales producidos durante el trefilado; y en segundo lugar, el análisis químico, utilizando el método de los residuos ponderados con la aproximación de Galerkin, de la difusión de hidrógeno asistida tanto por las tensiones como por las deformaciones. En este último análisis se utilizan como datos de entrada los campos tensodeformacionales obtenidos en el análisis mecánico previo.

En este trabajo se ha modelizado un proceso de trefilado real (comercial) dividido en varios pasos (i pasos o etapas). El material base utilizado inicialmente al principio del proceso de fabricación es un acero perlítico laminado cuya curva de comportamiento tensión-deformación experimental se muestra en la figura 1. Para describir el comportamiento del acero se ha elegido un modelo elastoplástico con endurecimiento por deformación isótropo y superficie de cedencia de von Mises de acuerdo con los datos experimentales de la curva de comportamiento, cf. figura 1.

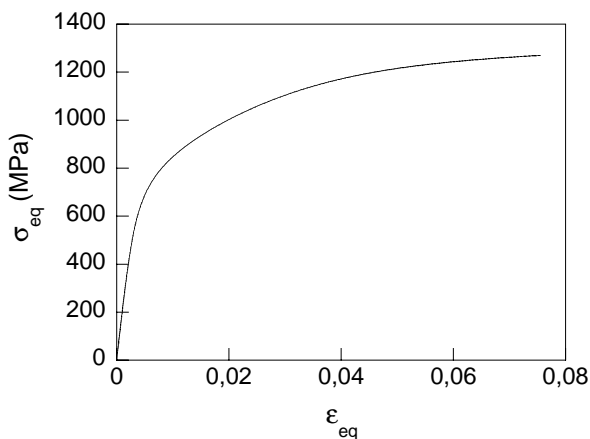


Figura 1. Curva de tensión-deformación del acero.

El proceso de trefilado consiste en la reducción de la sección transversal del alambre de acero al hacerlo pasar a través de una matriz de elevada rigidez, tal como muestra la figura 2a. La modelización del proceso de trefilado se ha realizado considerando la hilera como un elemento totalmente rígido, puesto que el módulo de Young del material cerámico del que están hechas las hileras (CW) es mucho mayor que el del alambre de acero (modelizado como un sólido deformable cuyo comportamiento elastoplástico queda definido por la curva de la figura 1). El proceso de trefilado está dividido en seis etapas (figura 2b), tomando en todas ellas el mismo ángulo de entrada del alambre en la

hilera ($\alpha = 7.6^\circ$), en las que se produce una reducción paulatina del diámetro del alambre inicial ($d_0 = 12$ mm) hasta el diámetro final ($d_6 = 7$ mm).

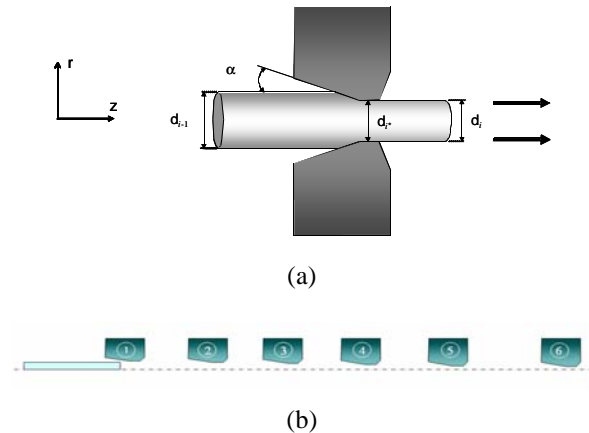


Figura 2. Esquema del proceso de trefilado: (a) paso del acero por la hilera (un único paso de trefilado); (b) trefilado progresivo dividido en seis pasos.

Durante el proceso trefilado se genera una distribución no homogénea de deformaciones plásticas que genera, al final de cada etapa, un estado tensional residual en el alambre. Este estado (en especial en el producto final, alambre de acero de pretensado fuertemente trefilado) no es despreciable en modo alguno, y su influencia en los procesos de FH puede comprometer la integridad estructural de los alambres.

La simetría de revolución del alambre y de la hilera permiten simplificar el problema a un modelo axisimétrico utilizando el sistema de coordenadas cilíndrico (r, z) mostrado en la figura 2a. Los resultados de esta modelización permiten conocer la evolución de los estados tenso-deformacionales durante el proceso de trefilado y especialmente las distribuciones de tensión hidrostática (σ) y los perfiles de deformación plástica equivalente (ϵ_p) del alambre de acero de pretensado comercial. La importancia de conocer estas distribuciones radica en que σ y ϵ_p son las variables que determinan la susceptibilidad a la FH de los aceros

3. SIMULACIÓN MECÁNICA: RESULTADOS

Como es bien sabido, el estado tenso-deformacional condiciona los modelos de difusión de hidrógeno asistidos por las tensiones y deformaciones [5] a través de la tensión hidrostática (σ) y la deformación plástica equivalente (ϵ_p). Así pues, el análisis se centra en estas dos variables.

La figura 3 muestra la evolución de las tensiones hidrostáticas durante las diferentes etapas del trefilado en función de la coordenada radial (r) y en función de la coordenada adimensionalizada (r/a), siendo a el radio del alambre. Como se puede observar en la figura 3a el nivel de la distribución de las tensiones hidrostáticas residuales (al final de cada paso) aumenta a medida que

decrece el diámetro. En todos los casos se obtienen estados de compresión en interior del alambre ($r = 0$), mientras que en la superficie exterior los estados son de tracción, con el peligró intrínseco que esto conlleva [5].

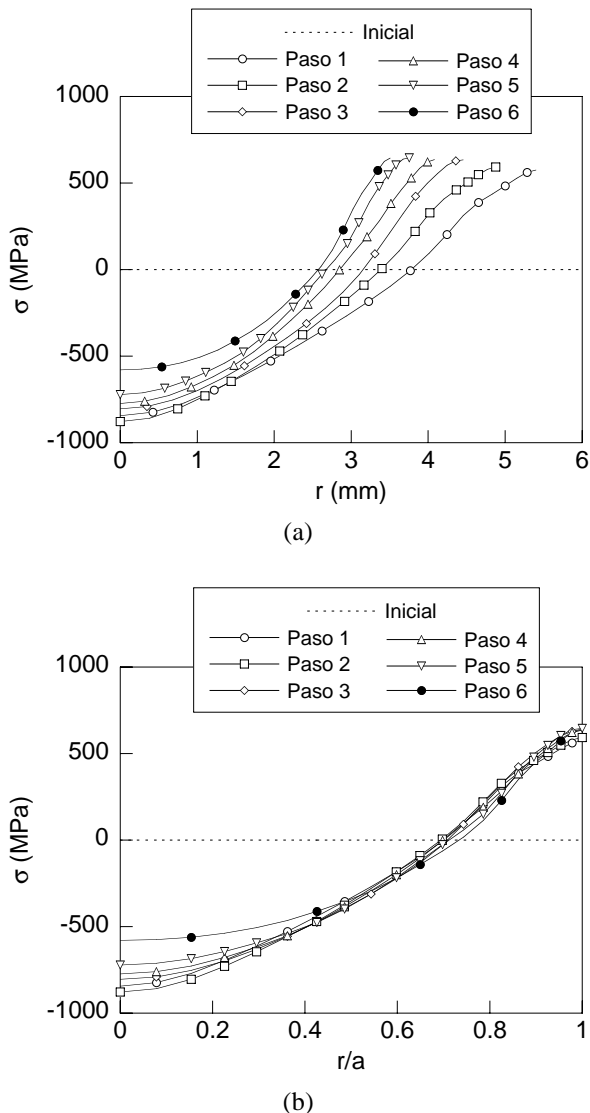


Figura 3. Evolución de las tensiones hidrostáticas durante los seis pasos de trefilado: (a) en función de la coordenada radial r , (b) en función de la coordenada radial adimensional (r/a).

Cabe destacar la autosemejanza de los perfiles de tensiones hidrostáticas en todos los pasos, cf. figura 3b. Esto permite realizar una predicción de los campos tensionales residuales de un alambre en cualquier etapa del proceso a partir de los resultados numéricos del estado tensional creado en el paso anterior.

Tal como se comentó anteriormente, otra de las variables necesarias para realizar el estudio de la difusión de hidrógeno asistida por las tensiones y deformaciones es la deformación plástica equivalente (ϵ_p) puesto que dentro de este modelo se considera que la solubilidad de hidrógeno en el metal depende de esta variable [5]. En la figura 4 se muestra la evolución de la

deformación plástica equivalente con el radio (r) al final de cada paso de trefilado. Se aprecia el aumento progresivo de las deformaciones plásticas con el trefilado (*estados residuales* de deformación plástica).

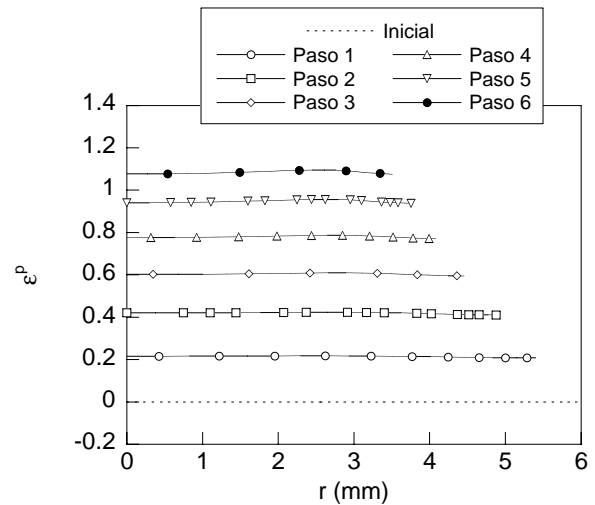


Figura 4. Evolución de las deformaciones plásticas equivalentes durante las diferentes etapas de trefilado en función de la coordenada radial r .

4. ACUMULACIÓN DE HIDRÓGENO EN EL ALAMBRE TREFILADO

Tal como se indicó anteriormente, la modelización del proceso de difusión de hidrógeno asistida por las tensiones y deformaciones se ha realizado a través del método de los residuos ponderados aplicando la aproximación de Galerkin, en la que se utilizan las funciones de forma como funciones peso [6], además de utilizarlas también para interpolar el campo de tensiones hidrostáticas σ y el de deformaciones plásticas ϵ_p .

Además es necesario definir otros parámetros que condicionan el proceso de difusión, como por ejemplo la temperatura ($T = 323$ K) y el volumen parcial molar de hidrógeno en el acero $v_H = 2$ cm³/mol [7]. Otro de los factores que influyen en la difusión de hidrógeno es su difusividad; este parámetro es muy sensible a las alteraciones en la composición química del acero, así como de la microestructura y a la deformación plástica que presenta el acero [7-9]. Existen estudios en los que se estima que la difusividad de hidrógeno en aleaciones BCC a temperaturas inferiores a 500 K está entre 10^{-13} y 10^{-8} m²/s [8]. De esta forma en el caso del acero perlítico fuertemente trefilado que se analiza en este estudio, se podría considerar que su difusividad a temperatura ambiente es de 10^{-12} m²/s debido a las grandes deformaciones que ha sufrido la fase ferrítica con el consecuente aumento de la densidad de dislocaciones en dicha fase.

Sobre la base de lo expuesto se ha adoptado una estimación analítica sencilla de la solubilidad y de la difusividad de hidrógeno en estos aceros. De esta forma el valor del coeficiente de difusión de hidrógeno medio se puede estimar a partir de una interpolación lineal

(ecuación 1) entre los coeficientes de difusión del acero inicial (paso 0, antes del primer paso de trefilado) y el coeficiente de difusión del producto final trefilado (paso 6, último paso del trefilado).

$$\langle D \rangle^{(i)} = \langle D \rangle^{(0)} + \langle \varepsilon_p \rangle^{(i)} \frac{\langle D \rangle^{(6)} - \langle D \rangle^{(0)}}{\langle \varepsilon_p \rangle^{(6)}} \quad (1)$$

donde (i) representa el grado de trefilado (numero de pasos, $i = 0, \dots, 6$), $\langle D \rangle$ es el coeficiente de difusión promedio para los diferentes aceros y $\langle \varepsilon_p \rangle$ la deformación plástica acumulada promedio después del paso de trefilado sufrido indicado en el superíndice, i.e.

$$\langle \varepsilon_p \rangle^{(i)} = \ln \left[\frac{\phi^{(0)}}{\phi^{(i)}} \right]^2 \quad (2)$$

donde $\phi^{(0)}$ es el diámetro inicial del alambre antes del trefilado y $\phi^{(i)}$ es el diámetro del alambre después del paso de trefilado (i) . En el caso particular del último paso de trefilado del acero de este estudio, la deformación plástica equivalente media es de 1.08.

Los valores medios del coeficiente de difusión de hidrógeno en el alambre se pueden tomar de la ref. [10] para el acero inicial $\langle D \rangle^{(0)} = 6.6 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2 / \text{s}$ y del trabajo pionero [5] para el acero final fuertemente trefilado $\langle D \rangle^{(6)} = 4.99 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 / \text{s}$.

Además se ha considerado una variación de la difusividad de hidrógeno sobre la sección del alambre (ecuación 3) para poder incluir la variación no homogénea de las deformaciones plásticas en la dirección radial del alambre:

$$D^{(i)}(r) = \langle D \rangle^{(0)} + \varepsilon_p^{(i)}(r) \frac{\langle D \rangle^{(6)} - \langle D \rangle^{(0)}}{\varepsilon_p^{(6)}(r)} \quad (3)$$

donde $D(r)$ es el coeficiente local de difusión de hidrógeno y $\varepsilon_p(r)$ es la deformación plástica local.

Finalmente para estimar la solubilidad de hidrógeno en el metal se ha tomado la siguiente expresión basada en estudios previos [11] en función de las deformaciones plásticas no homogéneas.

$$K_{S\varepsilon}^{(i)}(r) = 1 + 4\varepsilon_p^{(i)}(r) \quad (4)$$

donde $K_{S\varepsilon}$ es la componente de la solubilidad dependiente de la deformación plástica.

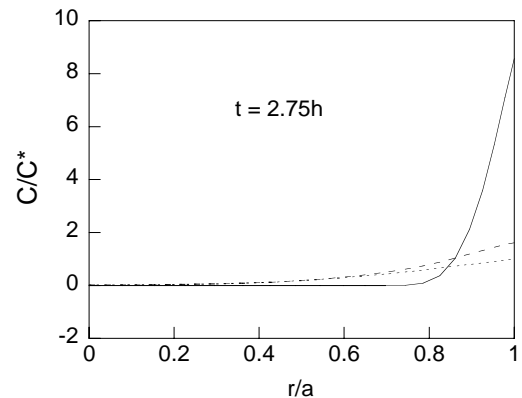
Para poder diferenciar la contribución de tensión y de la deformación plástica en la hidrogenación del alambre, se han considerado tres modelos de difusión de hidrógeno: (a) difusión asistida por las tensiones y deformaciones; (b) difusión asistida sólo por tensiones; (c) difusión convencional no asistida. Las ecuaciones son respectivamente:

$$\mathbf{J} = -D(\varepsilon_p) \left\{ \nabla C - C \left[\Omega \nabla \sigma + \frac{\nabla K_{S\varepsilon}(\varepsilon_p)}{K_{S\varepsilon}(\varepsilon_p)} \right] \right\}, \quad (5a)$$

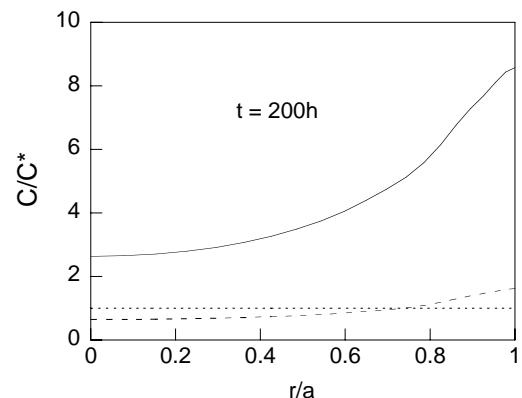
$$\mathbf{J} = -D(\varepsilon_p) \{ \nabla C - C [\Omega \nabla \sigma] \}, \quad (5b)$$

$$\mathbf{J} = -D(\varepsilon_p) \nabla C, \quad (5c)$$

Los resultados de las simulaciones para la difusión asistida por el campo tensodeformacional (5a), difusión asistida solo por tensiones (5b) y difusión convencional (5c) se presentan como distribuciones de concentración en la figura 5 (en función del radio r , para diferentes tiempos de difusión) y figura 6 (en función del tiempo de difusión para diferentes posiciones en la dirección radial r) en términos de la concentración de hidrógeno adimensionalizada $C(r,t)/C^*$ donde la concentración de referencia C^* representa la capacidad hidrogenante del ambiente modificada por la tensión aplicada σ_{ap} , i.e., la concentración de hidrógeno en equilibrio en un material libre de tensiones, que dentro de los límites de elasticidad es $C^* = C_{eq}^0 \exp(\Omega \sigma_{ap}/3)$.



(a)



(b)

Figura 5. Distribución de las concentraciones relativas de hidrógeno en función de la coordenada radial adimensional a tiempos de 2.75 horas (a) y 200 horas (b) para los tres modelos estudiados: difusión asistida por tensiones y deformaciones (línea continua), difusión asistida sólo por tensiones (línea discontinua) y difusión convencional (línea punteada).

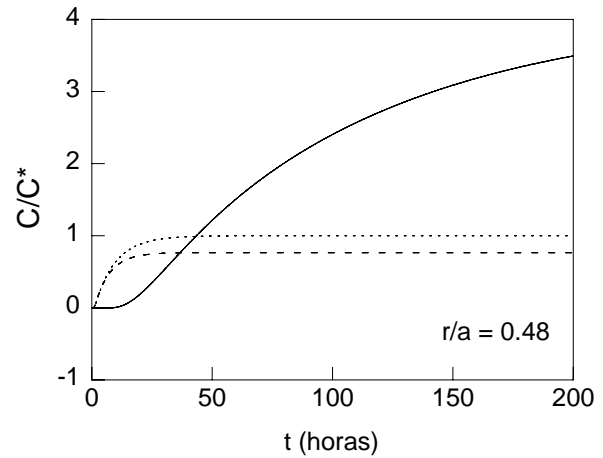
A partir de estos resultados, el efecto de las tensiones y deformaciones residuales sobre la hidrogenación se manifiesta en un aumento local de la concentración de hidrógeno en los puntos donde aparecen tensiones más altas, i.e., cerca de la superficie del alambre donde la tensión hidrostática residual es de tracción y las deformaciones plásticas presenta un máximo relativo después del proceso de trefilado. Esto se observa de forma nítida (figura 5) en la distribución de concentración en la piel del alambre ($r/a = 1$) y en su vecindad, especialmente para tiempos de difusión cortos (figura 5a), lo cual confirma el peligro potencial que supone la presencia de tensiones residuales de tracción cerca de la superficie del alambre debido a la alta susceptibilidad a la FH de los aceros de pretensado, tal como se puntualizó en el trabajo pionero [5].

La figura 6 indica que la evolución temporal de las concentraciones de hidrógeno en diferentes lugares es creciente, y tiende al estado estacionario asociado con la saturación de hidrógeno. La aproximación a este estado estacionario es más rápida en el caso de la difusión asistida sólo por la tensión (línea discontinua de la figura 6) que en el caso de la difusión asistida por la tensión y deformación (línea continua de la figura 6), mientras que la difusión convencional (línea punteada de la figura 6) se comporta de una forma similar a la difusión asistida por la tensión. Con respecto a las diferencias entre los resultados del análisis en distintos puntos, la aproximación al estado estacionario es más rápida en puntos cercanos al eje del alambre ($r/a = 0.78$) que en los situados cerca de la superficie ($r/a = 0.48$).

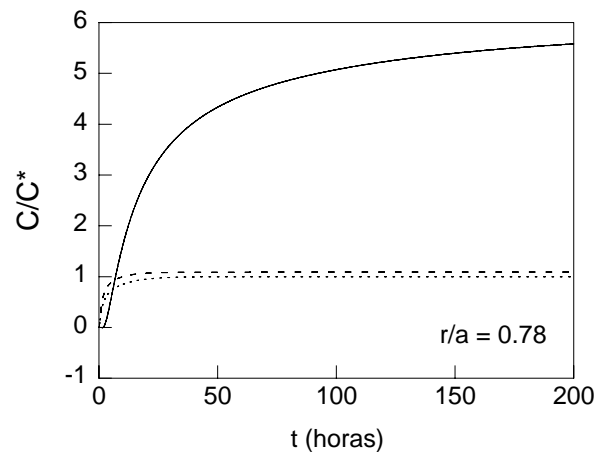
En lo relativo a la distinción entre la hidrogenación asistida por las tensiones y deformaciones y la asistida únicamente por la tensión, aparecen dos efectos que compiten entre sí. El primero es el incremento de la solubilidad de hidrógeno debido a las tensiones de tracción y a la deformación plástica acumulada, que causa un aumento de la absorción de hidrógeno por el metal. Por otro lado, el descenso de la difusividad de hidrógeno (de su movilidad) en el material deformado plásticamente, lo que frena el proceso de acumulación de hidrógeno en el alambre.

Para analizar los dos efectos anteriormente descritos, la figura 5 es clave ya que se puede observar que la sobrehidrogenación relativa aparece en la superficie del alambre ($r = a$) y en su vecindad (área crítica donde puede aparecer una fisura inducida por hidrógeno). Por otro lado la hidrogenación en las proximidades de la piel del alambre, donde cabe esperar que ocurra la FH [5], es muy alta puesto que el campo de deformaciones residuales produce un aumento drástico de la cantidad de hidrógeno acumulado en su piel para tiempos de difusión cortos ($t = 2.75$ h; Fig. 5a), siendo esa acumulación mucho mayor para tiempos de exposición largos ($t = 200$ h; Fig. 5b), lo que produce un aumento de la hidrogenación de los alambres de pretensado. Por tanto, en materiales altamente deformados tales como los aceros trefilados en frío, el aumento de la solubilidad de hidrógeno debido a la deformación plástica acumulada predomina sobre la disminución de la

difusividad de hidrógeno (movilidad) en el material deformado plásticamente.



(a)



(b)

Figura 6. Distribución de las concentraciones relativas de hidrógeno en un punto situado a $r/a=0.48$ (a) y a $r/a=0.78$ para los tres modelos estudiados: difusión asistida por tensiones y deformaciones (línea continua), difusión asistida sólo por tensiones (línea discontinua) y difusión convencional (línea punteada).

Se puede considerar que los procesos de FH se inician en la piel del alambre (a profundidad x_c donde se nuclea la fractura). Esta profundidad representa el tamaño crítico de fisura [5] que se podría estimar en $450 \mu\text{m}$, i.e., $r = a - x_c \approx 0.9a$. La figura 5 muestra que, en la zona crítica, el modelo de difusión asistida por las tensiones y deformaciones predice en esa zona una cantidad de hidrógeno mucho más alta que los otros dos modelos (el ratio es aproximadamente 4.8). Así pues, los campos de deformaciones plásticas deben ser tenidos en cuenta en los modelos de difusión de hidrógeno en alambres de acero de trefilado en frío porque la consideración de la difusión asistida sólo por tensiones conduce a una dramática (y no conservadora) infravaloración del contenido de hidrógeno en la zona crítica.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha analizado numéricamente el papel de las tensiones y deformaciones residuales inducidas por el proceso de trefilado en aceros de pretensado sometidos a procesos de fragilización por hidrógeno (FH) a partir de los modelos de difusión de hidrógeno asistida por las tensiones y deformaciones, obteniendo las siguientes conclusiones:

- Las distribuciones radiales de tensiones residuales después de cada paso de trefilado exhiben una autosemejanza frente a una coordenada radial adimensionalizada para todos los pasos de trefilado, lo cual permite una predicción del campo de tensiones en el alambre para cualquier etapa del trefilado.
- Las distribuciones de tensiones residuales presentan estados de tracción en las proximidades de la superficie del alambre, alcanzando su valor máximo en la superficie. Esto supone un grave riesgo para la integridad estructural de estos alambres puesto que los estados de tracción favorecen la entrada de hidrógeno y su difusión hacia el interior del acero.
- Se ha observado que la acumulación progresiva de deformaciones plásticas equivalentes con el trefilado, afecta a la difusión de hidrógeno asistida por las tensiones y deformaciones de dos maneras: en primer lugar por el aumento de solubilidad de hidrógeno y, en segundo lugar, por la reducción de la difusividad de hidrógeno (movilidad) en el material deformado plásticamente, lo que supone un retraso en la acumulación de hidrógeno.
- Los valores máximos de la concentración de hidrógeno se alcanzan en la piel del alambre y su vecindad, y por tanto son en esos puntos donde potencialmente puede aparecer una fisura por FH. Esto es válido tanto para tiempos largos como cortos de difusión. Aunque en el caso de exposiciones largas a la hidrogenación las distancias de penetración son mayores, en este caso la concentración máxima se sigue alcanzando en la superficie del alambre.
- La evolución en el tiempo de las concentraciones de hidrógeno indica que el estado estacionario se alcanza mediante una asíntota para $t \rightarrow \infty$. La aproximación a la concentración del estado estacionario es más rápida en el caso de la difusión asistida sólo por la tensión que en el caso de asistencia tenso-deformacional.
- En la región crítica (fractura) asociada con la FH, las distribuciones de concentración de hidrógeno para la difusión asistida por tensiones y deformaciones son bastantes mayores que las obtenidas en los otros dos modelos (sin tener en cuenta el campo deformacional). Por lo tanto, los campos de deformación plástica deben ser tenidos en cuenta en los modelos de difusión de hidrógeno en alambres trefilados.

AGRADECIMIENTOS

La investigación fue realizada con la ayuda del Ministerio de Ciencia y Tecnología (Proyecto MCYT-FEDER MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA078/04 y SA067A05), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso".

REFERENCIAS

- [1] Valiente A, Elices M (1998). Premature failure of prestressed steel bars. *Engng. Failure Analysis*, **5**, 219-227.
- [2] Bergsma F, Boon JW, Etienne CF (1978). Détermination de la sensibilité des aciers précontraints à la fragilisation par l'hydrogène. *Revue de Métallurgie*, **75**, 153-164.
- [3] Katagiri K, Sato T, Kasaba K, Sasaki S, Tashiro H (1999). Effects of post-drawing treatments on the fatigue strength of eutectoid steel wires. *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, **22**, 753-760.
- [4] Elices M (2004). Influence of residual stresses in the performance of cold drawn pearlitic wires. *J. Mater. Sci.*, **39**, 3889-3899.
- [5] Toribio J, Elices M (1991). Influence of residual stresses on hydrogen embrittlement susceptibility of prestressing steels. *Int. J. Solids and Struct.*, **28**, 791-803.
- [6] Zienkiewicz OC, Taylor RL (1991-1994). *The Finite Element Method. Vols. 1-2*. McGraw-Hill, London.
- [7] Hirth JP (1980). Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. *Metall. Trans.*, **11A**, 861-890.
- [8] Kolachev BA (1985). *Hydrogen Brittleness of Metals*. Metallurgia, Moscow.
- [9] Lee HL, Chan SLI (1991). Hydrogen embrittlement of AISI 4130 steel with an alternate ferrite/pearlite banded structure. *Mater. Sci. Engng.*, **A142**, 193-201.
- [10] Lillard, RS, Enos, DG, Scully, JR (2000). Calcium hydroxide as a promoter of hydrogen absorption in 99.5% Fe and a fully pearlitic 0.8% C steel during electrochemical reduction of water. *Corrosion*, **56**, 1119-1132.
- [11] Astiz MS, Álvarez JA, Guitiérrez-Solana F (1998). Modelo numérico para analizar el efecto del hidrógeno sobre los procesos de fisuración dúctil. *Anal. Mec. Fract.*, **15**, 79-84.

ANÁLISIS DE LA FRACTURA DE VIGAS ROBLONADAS ANTIGUAS MEDIANTE EL MÉTODO DE LA TENSIÓN DE REFERENCIA

J. Moreno¹, A. Valiente²

¹ Departamento de Ingeniería Civil, Universidad de Burgos
Escuela Politécnica Superior. C/Villadiego S/N, 09001 Burgos
e-mail: jrevilla@ubu.es - Tfno.: 947 25 94 21. Fax: 947 25 94 21

² Departamento de Ciencia de Materiales, Universidad Politécnica de Madrid
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, C/ Profesor Aranguren S/N, 28040 Madrid
e-mail: avaliente@mater.upm.es - Tfno.: 91 336 67 53. Fax: 91 336 66 80

RESUMEN

En este trabajo se aplica, a vigas roblonadas de hierro pudelado con chapas fisuradas, el método de la tensión de referencia propuesto por R.A. Ainsworth para la estimación de la integral J en componentes fisurados. La notable ductilidad que exhiben los hierros pudelados y aceros forjados empleados en las construcciones roblonadas hace necesario el empleo de criterios de fractura elasto-plástica en las evaluaciones de integridad estructural. La aplicación de estos criterios conlleva un elevado coste computacional en el cálculo de la integral J , coste que se incrementa en el caso de las vigas roblonadas al tratarse de sólidos hiperestáticos compuestos cuyos componentes (chapas y angulares) interactúan mediante fuerzas dependientes del tamaño de fisura. El método de estimación de la tensión de referencia requiere el empleo de técnicas de análisis modestas al alcance de la mayoría de los ingenieros estructurales y el conocimiento de escasa información sobre el acero implicado, y proporciona suficiente precisión en los valores estimados de la integral J para la mayoría de las aplicaciones ingenieriles. Aquí es aplicado por primera vez a geometrías hiperestáticas y a aceros estructurales antiguos, proporcionando estimaciones de la integral J altamente satisfactorias, tanto al compararlas con los resultados experimentales procedentes del ensayo de probetas compactas de hierro pudelado, como al compararlas con los valores numéricos obtenidos con un modelo completo de elementos finitos de una viga roblonada consistente en una chapa fisurada y dos angulares.

ABSTRACT

In this work reference stress method proposed by R.A. Ainsworth is applied to the estimation of the J integral in cracked components of puddled iron riveted beams. The remarkable ductility exhibited by puddle iron and wrought steel used in the riveted constructions makes it necessary the use of elasto-plastic fracture criteria in the evaluations of structural integrity. The application of these criteria entails a high computational effort in the calculation of the J integral, cost that is increased in the case of the riveted beams because they are compound hyperstatic solids whose components (angles and plates) interact by means of forces dependent of crack size. The reference stress estimation method requires the use of modest analysis techniques within reach of most of the structural engineers, and the knowledge of little information from the implied steel, and it provides sufficient precision for J integral estimated values in most of the engineering applications. Here it is applied for the first time to hyperstatic geometries and to old structural steel, providing highly satisfactory estimations of the J integral, as much when comparing them with the experimental results obtained from the test of puddle iron compact specimens, as when comparing them with the numerical values obtained with a complete finite element model of a beam riveted made up of a cracked plate and two angles.

PALABRAS CLAVE: Integral J , Método de la tensión de referencia, Acero estructural antiguo

1. INTRODUCCIÓN

La integridad estructural de vigas pertenecientes a construcciones roblonadas antiguas es un problema escasamente analizado en la bibliografía especializada. Ello se debe sin duda a la complejidad que presenta su estudio, al tratarse de elementos estructurales formados por chapas y angulares, de hierro pudelado o de acero forjado, unidos de manera discontinua por medio de roblones. En los escasos trabajos en este campo tan solo se considera la fractura del componente fisurado como modo de fallo del elemento estructural [1-4]. No existe unanimidad en el tipo de criterio de fractura a emplear, así en [1,

2] se emplean criterios de rotura frágil, mientras que en [3, 4] se emplean criterios de rotura frágil. El conocimiento preciso de las propiedades mecánicas relativas a la fractura de estos materiales sin duda permitiría establecer el tipo de criterio a emplear más razonable.

Pero no solo la fractura del componente fisurado debe ser considerada como modo de fallo en este tipo de elementos estructurales. Por la especial constitución de estos elementos estructurales, en lo que a uniones entre componentes se refiere, la presencia de una fisura en un componente produce una pérdida localizada de rigidez y la redistribución de esfuerzos al resto de componentes,

redistribución que es más intensa en las secciones más próximas a la fisura [5]. Esta redistribución, que forzosamente debe realizarse a través de los roblones de unión, puede producir el fallo de éstos por cizallamiento, el aplastamiento de los taladros donde están alojados o el agotamiento de las secciones netas [6].

El análisis de la rotura del componente fisurado requiere, incluso cuando se trata de vigas roblonadas de hierro pudelado, el material de menor calidad empleado en este tipo de estructuras, el empleo de la Mecánica de Fractura Elastoplástica y el cálculo de la integral J [4]. Cualquier simplificación en el cálculo o en la estimación de la integral J en estos componentes estructurales permitiría, junto al previsible ahorro computacional, formular reglas de aplicación práctica relativamente sencillas y al alcance de la mayoría de los técnicos relacionados con la integridad estructural.

En este trabajo se analiza la validez del método de la tensión de referencia, o reference stress (RS), tal y como lo estableció R.A. Ainsworth [7], para estimar la integral J en vigas roblonadas de hierro pudelado dúctil. Para ello en primer lugar se compararán valores estimados y valores experimentales de la integral J obtenidos en ensayos de tenacidad realizados con probetas compactas de hierro pudelado procedentes de un puente español de carretera. A continuación se obtiene el valor del momento de referencia a emplear en el método de la tensión de referencia y se interpreta su valor, para finalmente comparar los valores de la integral J estimados mediante el método de la tensión de referencia y los calculados mediante un modelo completo de elementos finitos de una viga roblonada del mismo material con el alma fisurada con distintos valores del tamaño de fisura y de la carga aplicada.

2. MÉTODO DE LA TENSIÓN DE REFERENCIA

El método de la tensión de referencia, tal y como lo formuló Ainsworth [7], supone una reformulación seguida de una simplificación del método EPRI de Kumar y Shih [8]. Centrando el estudio en estados de tensión plana, y considerando la siguiente descripción de la curva tensión-deformación $\sigma - \varepsilon$ uniaxial del material:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{\sigma_0'} \right)^n \quad (1)$$

donde E es el módulo de elasticidad, σ_0' una constante tensional y n el exponente de endurecimiento por deformación, la integral J para una carga aplicada P puede estimarse con el método EPRI como J_{EPRI} , formada por la suma de una contribución elástica y otra plástica:

$$J_{EPRI} = J_e + J_p = \frac{K^2(a)}{E} + h_1(a, n) \sigma_0' c \left(\frac{P}{P_0'} \right)^{n+1} \quad (2)$$

En el primer sumando K es el factor de intensidad de tensiones para una longitud de fisura a , mientras que el segundo, obtenido de soluciones plásticas, se ha adimensionalizado en términos de una longitud característi-

ca c (habitualmente el ligamento sin fisurar $b - a$) y de una carga característica P_0' (σ_0') del elemento estructural, mediante una función h_1 tabulada para diferentes geometrías [9-11].

La clave del método de la tensión de referencia reside en la dependencia observada entre la función adimensional h_1 y la carga característica P_0' . Efectivamente, para múltiples geometrías Ainsworth observó que se producía la siguiente dependencia:

$$\frac{h_1(a, n)}{P_0'^{n+1}} = \text{const.} \quad (3)$$

Dado que la carga característica P_0' puede elegirse de manera arbitraria, cabe preguntarse si existe una carga para la cual se minimice la dependencia de n sobre la función h_1 . Efectivamente dicha carga existe y una de las claves del éxito del método de estimación reside en la obtención y empleo de dicha carga. Empleando dicha carga "óptima", puede aproximarse la función h_1 mediante una función \bar{h}_1 que no dependa apenas de n , particularmente cuando n es 1, que correspondería a la solución elástico lineal con un coeficiente de Poisson $\nu = 0,5$.

$$h_1(a, n) \approx h_1(a, 1) \approx \bar{h}_1(a) \quad (4)$$

Haciendo uso de la siguiente expresión que define la tensión de referencia:

$$\sigma_{ref} = \frac{P}{P_0'} \sigma_0' \quad (5)$$

y teniendo en cuenta la expresión de la componente plástica de la integral J para el caso en que n sea 1 proporcionada por el método EPRI, resulta la siguiente expresión alternativa a (2) para la estimación de la integral J :

$$\frac{J_{EPRI}}{J_e} = 1 + \frac{h_1(a, n)}{h_1(a, 1)} \left(\frac{E \varepsilon_{ref}}{\sigma_{ref}} - 1 \right) \quad (6)$$

donde J_e es la parte elástica de la integral J y ε_{ref} es la deformación de referencia que corresponde a la tensión de referencia σ_{ref} en la curva tensión-deformación uniaxiales del material. Considerando (4) y añadiendo una corrección plástica basada en el modelo de fisura cohesiva tal y como se propone en [12], resulta finalmente la expresión para la estimación de la integral J por el método de la tensión de referencia (RS). $R_{p0.2}$ es el límite elástico del material.

$$\frac{J_{RS}}{J_e} = \frac{E \varepsilon_{ref}}{\sigma_{ref}} + \frac{1}{2} \left(\frac{\sigma_{ref}}{R_{p0.2}} \right)^2 \frac{\sigma_{ref}}{E \varepsilon_{ref}} \quad (7)$$

3. PROPIEDADES DE UN HIERRO PUDELADO ESTRUCTURAL

La reparación de un puente de carretera en celosía construido en España a finales del siglo XIX con hierro

pudelado permitió extraer del cordón inferior (fig. 1) muestras como la que se observa en la figura 2, procedentes de las chapas de alma y de las de ala. A pesar de la intensa corrosión presente, fue posible mecanizar probetas compactas de 25 mm de canto útil W con el plano de la fisura perpendicular a la directriz de la viga y con espesores de 7,5 y 4,5 mm para las obtenidas de las almas y de las alas respectivamente.

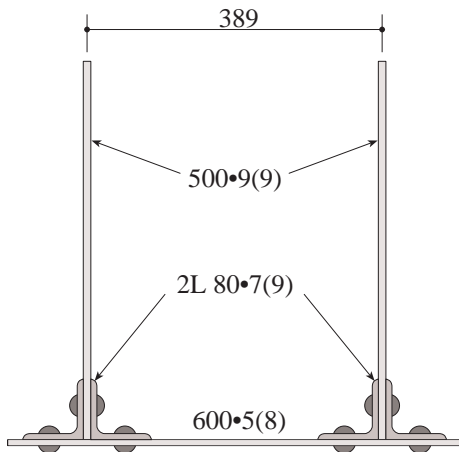


Figura 1.- Sección transversal del cordón inferior de un puente roblonado

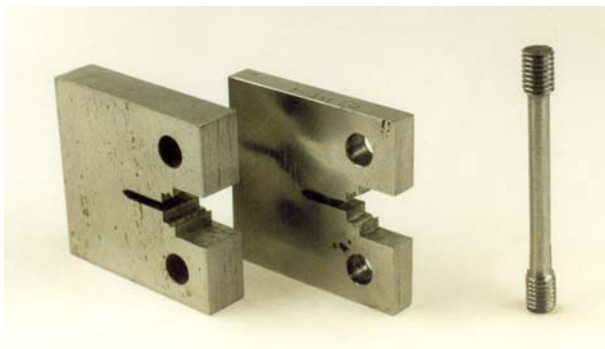
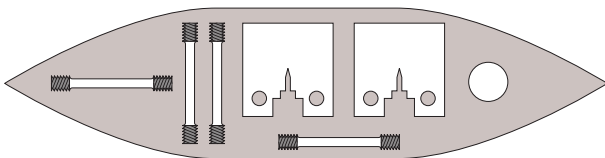


Figura 2.- Muestras y probetas de hierro pudelado

Estas probetas fueron mecanizadas y posteriormente prefisuradas por fatiga para realizar ensayos de tenacidad a 20°C y a -20°C. Estos ensayos se realizaron de acuerdo al procedimiento establecido en la norma ASTM E813 [13] midiendo el desplazamiento sobre la línea de acción de la carga y realizando descargas

parciales periódicas y recargas posteriores. En todos los casos la fractura se produjo por desgarramiento dúctil con fuertes deformaciones plásticas que se extendían a todo el ligamento resistente de la probeta y originaban la delaminación por pandeo de la zona comprimida (fig. 3). Antes de la ruptura final en dos mitades, las probetas fueron fisuradas de nuevo por fatiga para delimitar con nitidez la parte desgarrada del ligamento.



Figura 3.- Superficie de rotura de probetas compactas de hierro pudelado

Mediante las pendientes de los tramos de descarga del registro carga-desplazamiento, fue determinado el tamaño de fisura y la integral J durante el ensayo. Las curvas integral J -crecimiento de fisura Δa obtenidas son como la indicada en la figura 4, correspondiente a una probeta extraída del alma y ensayada a -20°C. La iniciación del desgarramiento se determina con estas curvas y el valor de la integral J correspondiente se identifica con la tenacidad de fractura J_{IC} . En la tabla 1 se indican los valores de la tenacidad obtenidos en los ensayos.

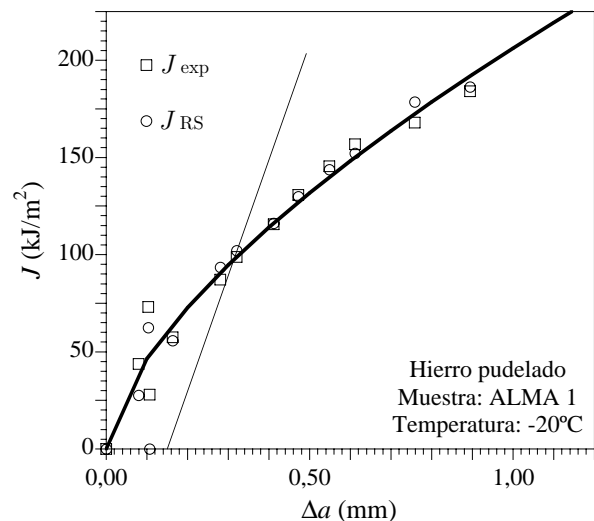


Figura 4.- Curva $J - \Delta a$ de la chapa de alma a -20°C y puntos estimados mediante el método de la tensión de referencia

El método de la tensión de referencia puede aplicarse a las probetas compactas prefisuradas, ya que para esta configuración son bien conocidas las expresiones del

factor de intensidad de tensiones K y del valor de la carga límite plástica P_L , que es la que se recomienda emplear como carga de referencia P_0 .

$$K\left(x = \frac{a}{W}\right) = \frac{P}{B\sqrt{W}} \frac{2+x}{(1+x)^{3/2}} \times (0,886 + 4,6x - 13,32x^2 + 14,72x^3 - 5,6x^4) \quad (8)$$

$$P_L(a) = 1,072(W-a)B \frac{R_m + R_{p0,2}}{2} \times \sqrt{\left(\frac{2W}{W-a}\right)^2 - \frac{4W}{W-a} + 2 - \left(\frac{2W}{W-a} - 1\right)} \quad (9)$$

Tabla 1. Tenacidad registrada para el hierro pudelado

Muestra	Temperatura	J_{IC} (kJ/m ²)
ALMA 1	20°C	107
ALMA 1	-20°C	112
ALA 1	20°C	62
ALA 3	20°C	81
ALA 3	-20°C	84

Considerando los valores de P y de Δa registrados en el ensayo indicado en la figura 4 y haciendo uso de las expresiones (8), (9), (5) y (7) y de los valores de ϵ_{ref} obtenidos mediante la curva tensión-deformación verdaderas uniaxiales del material y representada en la figura 5, se han estimado los valores integral $J_{RS} - \Delta a$ de dicho ensayo. Los valores obtenidos se muestran, junto a los experimentales, en la figura 4.

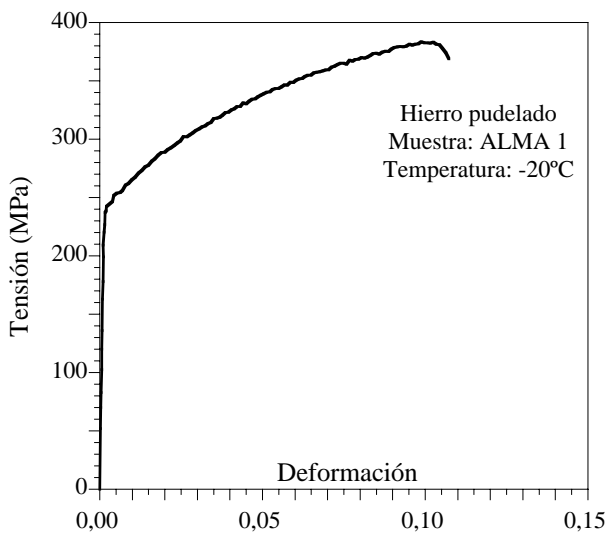


Figura 5.- Curva tensión-deformación verdaderas a -20°C del hierro pudelado de la chapa de alma

La comparación entre los puntos obtenidos experimentalmente y los que predice la estimación permite valorar la validez del método de estimación de la tensión de referencia para su aplicación a los aceros estructurales antiguos. La notable coincidencia que se observa en la figura 4 confirma la validez del método de estimación para el hierro pudelado dúctil.

4. APLICACIÓN DEL MÉTODO DE LA TENSION DE REFERENCIA A VIGAS ROBLONADAS

La figura 6 muestra la configuración de viga roblonada elegida para comparar los valores de la integral J determinados conforme al método de estimación y numéricamente mediante modelos de elementos finitos por aplicación de la definición de integral J . Dicha viga está compuesta por una chapa y una pareja de angulares, dos de cuyos lados hacen las veces de ala y los otros dos forman el alma junto con la chapa. En una sección transversal se ha desarrollado una fisura de tamaño a en el alma con iniciación en el borde traccionado y crecimiento hacia el borde comprimido hasta emerger por encima de los angulares. La viga está sometida a una fuerza axial y a un momento flector tal que la distribución lineal de tensiones que producen en la sección transversal de la viga en ausencia de fisura se reduce exclusivamente a un momento flector M sobre el alma.

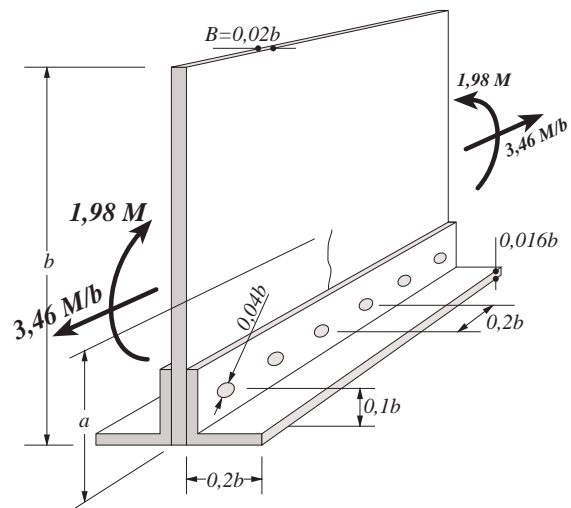


Figura 6.- Viga roblonada considerada en el análisis

Para la aplicación del método de la tensión de referencia a esta viga roblonada son necesarios, como en el caso de la probeta compacta, el factor de intensidad de tensiones K y el valor de la carga de referencia que minimice el efecto del coeficiente de endurecimiento n del acero. Para la viga roblonada esta carga de referencia será un momento flector que se denotará como M_0' . El valor del factor de intensidad de tensiones, así como la metodología empleada para su obtención, pueden consultarse en un trabajo previo de los autores [5]. En la tabla 2 se extrae su valor para cinco tamaños de fisura representativos.

Tabla 2. Factor de intensidad de tensiones para la viga roblonada objeto de estudio

a/b	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
$KBb^{3/2} / M$	2,80	2,52	2,48	2,10	1,50

Una de las aportaciones de este trabajo es el establecimiento de la metodología para la calibración del valor más adecuado de la carga de referencia y la obtención

de los valores M_0' para el caso concreto de la viga roblonada estudiada. Para ello se empleará la expresión que estima la parte plástica de la integral J de la ecuación (2) junto con análisis por elementos finitos, cuyas características se detallarán en el siguiente apartado, para el cálculo directo de dicha parte plástica de la integral J para varios materiales hiperelásticos incompresibles con diferentes coeficientes de endurecimiento por deformación n cuyas curvas tensión-deformación uniaxial respondan a leyes del tipo:

$$\varepsilon = \left(\frac{\sigma}{\sigma_0'} \right)^n \quad (10)$$

Para la viga roblonada se adopta la siguiente estructura para el momento de referencia:

$$M_0' = m(a) \frac{b^2 B}{6} \sigma_0' \quad (11)$$

donde $m(a)$ es una función adimensional del tamaño de fisura, b es la altura del alma y B el espesor.

Según el esquema de la ecuación (2) la parte plástica de la integral J producida por la aplicación de un momento M en la viga roblonada estudiada puede expresarse adimensionalmente del siguiente modo:

$$\frac{J_p}{\sigma_0'(b-a) \left(\frac{M}{\frac{b^2 B}{6} \sigma_0'} \right)^{n+1}} = j_p(a,n) = \frac{h_1(a,n)}{m(a)^{n+1}} \quad (12)$$

Cálculos por elementos finitos realizados para valores del exponente de endurecimiento n entre 1 y 15 y tamaños de fisura $a = 0,1b, 0,2b, 0,3b, 0,4b$ y $0,5b$ han permitido calcular varios valores de $j_p(a,n)$. Tomando logaritmos de la segunda igualdad de la expresión (12), estos valores normalizados de J_p pueden representarse y ajustarse con rectas, para cada tamaño de fisura, como se muestra en la figura 7. Las pendientes de las rectas de ajuste coinciden con $-\ln m(a)$ y las ordenadas en el origen con $\ln \bar{h}_1(a)$. Puede asegurarse que los valores de $\bar{h}_1(a)$ y $m(a)$, mostrados en la tabla 3, minimizan el efecto del coeficiente de endurecimiento n para el intervalo de valores 1 a 15 considerado.

Los valores de $m(a)$ obtenidos son los más adecuados para la estimación de la integral J mediante el método de la tensión de referencia, pero han sido obtenidos de un modo que no proporciona ningún significado físico. Tanto Ainsworth como otros autores sugieren que como carga de referencia se emplee la carga límite plástica o un valor próximo a ella, según la geometría estudiada. La viga roblonada estudiada es un sólido hiperestático con componentes unidos con roblones y el cálculo de su carga límite no resulta evidente. Sin embargo es posible, aprovechando el mismo modelo de elementos finitos que el empleado para el cálculo de la parte plástica de la integral J , calcular su carga límite empleando un material prácticamente rígido plástico (con el fin de

evitar perturbaciones numéricas) y aplicando carga creciente hasta un nivel de deformaciones por encima del cual el momento flector no se incremente. Los valores límite obtenidos pueden expresarse de acuerdo a la expresión (11) cambiando la función $m(a)$ por otra $m_L(a)$, también adimensional, con los valores mostrados también en la tabla 3. La coincidencia entre $m(a)$ y $m_L(a)$ que se observa es casi total, indicando que es válida, también para sólidos hiperestáticos como la viga roblonada estudiada, la consideración tradicional que sugiere que como carga de referencia se emplee la carga límite plástica.

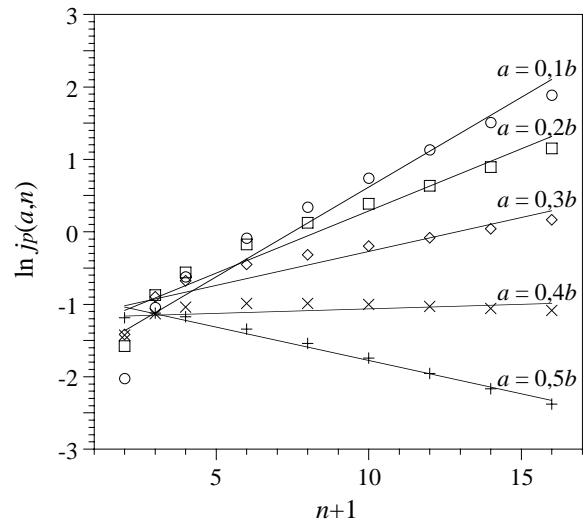


Figura 7.- Valores normalizados de J_p y su ajuste para el cálculo de $\bar{h}_1(a)$ y $m(a)$

Tabla 3. Valores de las funciones $\bar{h}_1(a)$, $m(a)$, $m_L(a)$

a/b	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
$\bar{h}_1(a)$	0,424	0,306	0,299	0,239	0,155
$m(a)$	1,096	0,988	0,910	0,842	0,780
$m_L(a)$	1,10	0,976	0,91	0,856	0,777

5. CÁLCULO Y ESTIMACIÓN DE LA INTEGRAL J DE VIGAS ROBLONADAS

Los cálculos de la integral J de esta viga roblonada se han realizado con mallas bidimensionales de elementos finitos como la que puede verse en la figura 8, correspondiente a una fisura de tamaño $0,4b$. Dada la simetría geométrica y de carga respecto al plano de la fisura, estas mallas representan la mitad de la viga y en ella se superponen dos mallas proyectadas sobre el alma: la de chapa de alma y la de los angulares, ambas conectadas a través de los roblones. Los lados de los angulares que actúan de ala se tienen en cuenta dotando a los elementos donde se proyectan de un espesor igual a la anchura que ocupan en la sección transversal.

Los efectos cuantitativos de emplear mallas bidimensionales con elementos finitos de varios espesores para el cálculo de vigas fisuradas son conocidos. Mediante este procedimiento, Feng y otros [14] han calculado factores

de intensidad de tensiones para fisuras excéntricas de doble frente en almas de vigas laminadas con sección en doble T. Los resultados obtenidos diferían de los valores calculados con mallas tridimensionales en menos del 7% y rebajaban el tiempo de cálculo a la sexta parte.

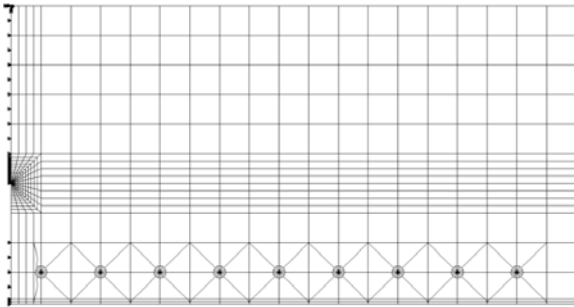


Figura 8.- Malla bidimensional de elementos finitos para el cálculo de la integral J (tamaño de fisura $0,4b$).

En todas las mallas se han utilizado elementos elasto-plásticos de tensión plana con 8 nodos CPS8R [15], si bien transformando los del frente de la fisura en elementos singulares con nodos a un cuarto. Como curva tensión-deformación de los elementos se ha adoptado la del hierro pudelado de la figura 5. Para modelizar las uniones roblonadas, y en particular el contacto de los roblones con los taladros de la chapa de alma y de los angulares, se han empleado haces de barras articuladas rígidas que unen el centro del roblón (punto común de las mallas del alma y de los angulares) con puntos equiespaciados de la mitad del contorno del taladro donde el roblón ejerce el empuje. El cálculo numérico de la integral J mediante las mallas descritas se ha llevado a cabo con ayuda del código de elementos finitos de propósito general ABAQUS [15], que dispone de herramientas implementadas específicamente para tal fin.

Los valores J_{RS} estimados de la integral J han sido calculados mediante la ecuación (7), teniendo en cuenta las expresiones (5) para la tensión de referencia σ_{ref} y (11) para la carga de referencia M_0' (con los valores de $m(a)$ indicados en la tabla 3). La deformación de referencia ϵ_{ref} se obtiene con σ_{ref} de la curva tensión-deformación verdaderas mostrada en la figura 5 correspondiente al hierro pudelado, cuyo límite elástico $R_{p0.2}$ es de 245 MPa.

Los valores de la integral J calculados por elementos finitos y los estimados, para diez intervalos uniformes de carga suficientemente representativos, se comparan en la figura 9. La bisectriz del diagrama cartesiano que constituye esta figura representa la condición de dependencia perfecta y su proximidad a los puntos dibujados pone de relieve la escasa diferencia existente entre ambos tipos de valores para los intervalos de carga y de tamaño de fisura explorados.

La representación de la integral J frente a su parte elástica permite realizar una comparación de resultados más significativa si cabe. La ecuación (7) permite representar en una sola curva, y de forma continua, las

estimaciones de la integral J frente a la carga aplicada para todo tamaño de fisura. La figura 10 muestra dicha curva y los puntos correspondientes a los cálculos por elementos finitos de la integral J . El positivo resultado de las comparaciones mostradas en las figuras 9 y 10 respalda la validez del método de la tensión de referencia para la estimación simplificada de la integral J en viga roblonadas de aceros estructurales antiguos.

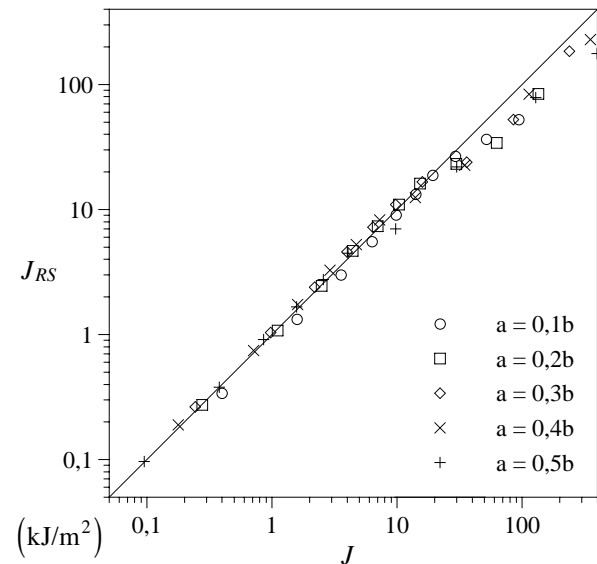


Figura 9.- Integral J calculada y estimada

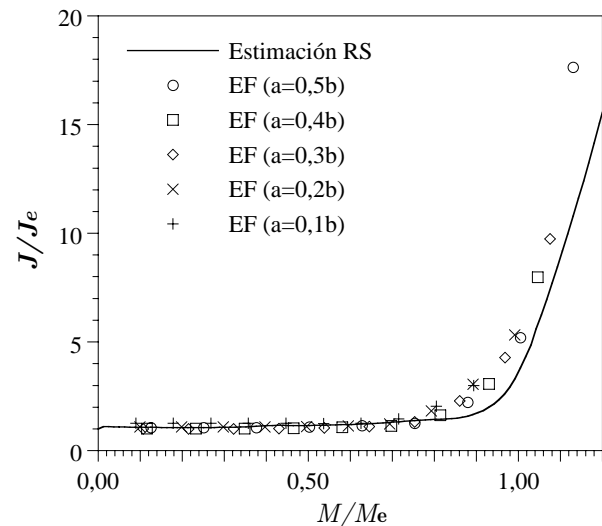


Figura 10.- J / J_e calculada y estimada frente al momento solicitante

6. RECAPITULACIÓN Y CONCLUSIONES

A la vista de los resultados de los ensayos de fractura realizados con hierro pudelado de un puente de carretera español en servicio se puede concluir que la tenacidad de estos materiales es notablemente inferior a la de los aceros de construcción actuales, sin embargo su comportamiento no siempre es frágil y para los espesores de

chapa habitualmente empleados la fractura puede tener lugar en condiciones de plasticidad extendida, haciéndose necesario el empleo de criterios de fractura basados en la integral J a la hora de evaluar su integridad.

La constitución internamente hiperestática de las vigas roblonadas supone una dificultad más a añadir al ya de por sí elevado coste computacional de cálculo de la integral J . Los modelos de elementos finitos son el método de resolución más indicado, pero requieren la realización de un cálculo para cada tamaño de fisura y nivel de carga considerado. La adaptación para vigas roblonadas de un método de estimación de aplicación sencilla y con una precisión ingenieril aceptable, como es el método de la tensión de referencia (RS), realizada en este trabajo, permite realizar evaluaciones de integridad de estos componentes con el empleo de herramientas relativamente modestas al alcance de la mayoría de los ingenieros estructurales.

La validez del método de la tensión de referencia para la estimación de la integral J en vigas roblonadas de aceros estructurales antiguos ha sido confirmada en este trabajo mediante las comparaciones realizadas sobre dos configuraciones geométricas muy dispares. La coincidencia entre los valores estimados y experimentales en un caso, y entre los estimados y los calculados por elementos finitos en otro, confirman dicha validez.

Este método de estimación permite la formulación y representación, relativamente sencillas, de un criterio de fallo por fractura en vigas roblonadas que puede ser incluido, junto con otros criterios de fallo, en diagramas de integridad estructural para la evaluación global de la seguridad de estos elementos estructurales tal y como se plantea en [6].

REFERENCIAS

- [1] Brühwiler, E., Smith, I.F.C., Hirt, M.A. "Fatigue and Fracture of Riveted Bridge Members", *Journal of Structural Engineering ASCE* **116**, 198-214, 1990.
- [2] Morf, U. "Investigation on Obsolete Structural Elements and Retrofit of Old Steel Structures", *IABSE Symposium* **73**, "Extending the Lifespan of Structures" 547-552, San Francisco, 1995.
- [3] Sedlacek, G., Hensen, W. "Nouvelles méthodes de calcul pour la réhabilitation des ponts métalliques anciens", *Construction Métallique* **3**, 3-12, 1992.
- [4] Stötzel, G., Sedlacek, G., Langenberg, P., Dahl, W. "Material Identification and Verification for the Residual Safety of Old Steel Bridges", *IABSE Workshop* **76**, "Evaluation of Existing Steel and Composite Bridges", 241-251, Lausana, 1997.
- [5] Moreno, J., Valiente, A. "Stress intensity factors in riveted steel beams", *Engineering Failure Analysis* **11**, 777-787, 2004.
- [6] Moreno, J., Valiente, A. "Cracking induced failure of old riveted steel beams", *Engineering Failure Analysis* **13**, 247-259, 2006.
- [7] Ainsworth, R.A. "The assessment of defects in structures of strain hardening material", *Engineering Fracture Mechanics* **19**, 633-642, 1984.
- [8] Kumar, V., Shih, C.F. "Fully plastic crack solutions, estimation scheme and stability analyses for the compact specimen" *ASTM-STP* **700**, 406-438, 1980.
- [9] Zahoor, A. "Evaluation of J -integral estimation scheme for flawed throughwall pipes" *Nuclear Engineering Design* **100**, 1-9, 1987.
- [10] Zahoor, A. "Ductile fracture mechanics methodology for complex cracks in nuclear piping". *Nuclear Engineering Design* **106**, 243-256, 1988.
- [11] Kim Yun-Jae, Shim Do-Jun, Hum Nam-Su, Kim Young-Jin. "Approximate elastic-plastic J estimates of cylinders with off-centred circumferential through-wall cracks" *Engineering Fracture Mechanics* **71**, 1673-169, 2004.
- [12] British Energy Generation Ltd., "R6: Assessment of the integrity of structures containing defects, revision 3", British Energy Generation Ltd., 1999.
- [13] ASTM Standard E813-88, "Standard Test Method for J_{IC} , A Measure of Fracture Toughness", West Conshohocken, PA, 1988.
- [14] Feng, D., Albrecht, P., y Wright, W.J., "Stress Intensity Factors for Cracks in Bridge Girders" *Report*, Department of Civil Engineering, University of Maryland, Maryland, 1996.
- [15] ABAQUS, Inc., "User Manual. ABAQUS Standard V6.3", Pawtucket, RI, 2003.

ENSAYOS DE PROGRESO DE GRIETA EN PROBETAS DE ALUMINIO DE ESPESOR DELGADO, CORRELACION CON MODELO MATEMATICO

F. Martín de la Escalera¹, J. García Martínez², F. Longo Gregorio³, Á. Salamanca García³

¹Aernnova Engineering Solutions Ibérica
(Anteriormente Gamesa Desarrollos Aeronáuticos)
Departamento de Integridad Estructural
Avd Manoteras nº 20
28050 Madrid, España
federico.martindelaescalera@aernnova.com
Tfno: +34 917280898 Fax: +34 917280904

²Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA)
Área de Estructuras y Mecanismos
Carretera de Ajalvir km 4
Carretera de Ajalvir km 4 Torrejón de Ardoz.
28850 Madrid, España
garciamj@inta.es
Tel: +34 91 5201316 Fax: +34 91 5201367

³Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA)
Área de Materiales Metálicos
Carretera de Ajalvir km 4 Torrejón de Ardoz.
28850 Madrid, España
longogf@inta.es
Tel: + 34 91 520 17 33 Fax: +34 91 520 15 92

RESUMEN

El presente trabajo se centra en el contexto del trabajo presentado en el anterior congreso del Grupo Español de Fractura celebrado en Albarracín en Marzo del 2006, titulado “**Métodos computacionales aplicados a la predicción de resistencia residual de paneles de ala o fuselaje**” donde se mostró una implementación numérica, en un código comercial de elementos finitos, de un criterio de fractura basado en el CTOA, que permite analizar la propagación de fisuras y la resistencia de paneles delgados, donde los efectos de plasticidad son importantes. Con este criterio, se ha estudiado numéricamente la propagación de fisuras y la resistencia residual de diferentes probetas de paneles de pequeño espesor, cuyo comportamiento experimental está reportado en la literatura.

El trabajo resume los resultados obtenidos a partir de la explotación de la metodología y el modelo matemático propuesto. En este sentido se presenta una descripción tanto de los modelos de elementos finitos como del algoritmo de propagación de grieta. Se está desarrollando una campaña de ensayos con el fin de evaluar el parámetro CTOA, Crack Tip Opening Angle, en probetas compactas C(T). Los materiales ensayados son aleaciones de aluminio utilizadas en estructuras o componentes estructurales de un avión. La aleación investigada es aluminio del tipo 2024-T3 sheet-bare (espesor de 0.063”). Se presentan correlaciones entre los resultados numéricos y experimentales. Finalmente se expone la metodología de ensayo utilizada.

ABSTRACT

This paper is focused in the work presented in the last congress of the Spanish Fracture Group, which took place in Albarracín in March 2006, with the title ‘Computational methods for the prediction of residual strength for skin or fuselage panels’ where was shown a numerical development, leant on a commercial finite element code, of a fracture criterion based on CTOA. This allows analyzing cracks growth and thin panels strength, where plasticity effects should be taken into account. Cracks growth and residual strength of different thin panels test specimens can be numerically studied and compared with the experimental results found in different works.

This work summarizes the results obtained using this mathematical model. It is shown a description of the finite element model and the crack growth algorithm. A tests campaign is being undertaken in order to evaluate the CTOA parameter for compact specimens. The testing materials are aluminium alloys used in aircraft structures, such as 2024 T3 sheet bare aluminium alloy (0.063” thick). A correlation between numerical and test results is also shown.

Finally, the test methodology is explained.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Compuestos o Aplicaciones Prácticas en Ingeniería.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Computacional, CTOA.

1 MODELOS DE ELEMENTOS FINITOS

La finalidad principal de este trabajo es analizar la viabilidad de MSC/NASTRAN para realizar predicciones de resistencia residual [1,2] en especímenes de pequeño tamaño, probetas C(T), y su posterior aplicación a modelos de estructuras complejas (paneles delgados de ala o fuselaje).

MSC/NASTRAN es un código comercial de elementos finitos de propósito general muy utilizado en la industria aeroespacial, no obstante empiezan a utilizarse otros códigos como pueden ser ABAQUS, SAMCEF, etc.

En cuanto a herramientas propias de Mecánica de Fractura incorporadas por MSC/NASTRAN, se puede decir que no es un código orientado a esta disciplina, ya que como se ha señalado anteriormente se trata de un código de propósito general. Únicamente incorpora dos elementos: uno en elasticidad bidimensional CRACK 2D y otro en elasticidad tridimensional CRACK 3D, los cuales incorporan técnicas de correlación del campo de desplazamiento [3] con el fin de estimar un valor de Stress Intensity Factor, K, dentro del ámbito de la Mecánica de Fractura Elástico Lineal. El aporte de MSC/NASTRAN en este ámbito es limitado.

La aproximación del problema de avance estable de grieta mediante MSC/NASTRAN se realiza simulando el crecimiento de la grieta mediante la técnica de Nodal Release [4]. El modelo constitutivo de material utilizado consiste en un modelo elastoplástico incorporado por MSC/NASTRAN. Para ello se ha introducido la curva de material correspondiente a las aleaciones de aluminio 2024-T3, 7475-T761 y 7475-T7351 respectivamente.

El procedimiento desde un punto de vista de cálculo (aproximación numérica) tal y como proponemos en este trabajo consiste, en primer lugar, en ajustar un valor de CTOAc [5] (Crack Tip Opening Angle) con un modelo (tamaño probeta) lo más representativo, sobre todo en el frente de grieta (modelo tridimensional). Evidentemente para ello es necesario disponer de curva de resistencia residual de una probeta y a su vez de una colección de valores CTOA medidos en el ensayo, a medida que la grieta avanza.

Una vez obtenido un valor de referencia de CTOA, entra en juego el modelo bidimensional. En la práctica el panel completo debe de idealizarse con elemento placa delgada (estado de tensiones plano). Este problema puede atacarse con un modelo tridimensional, pero no es práctico desde un punto de vista ingenieril (resultado-coste). Por ello es necesario ajustar la curva de resistencia residual con un modelo bidimensional introduciendo para ello el concepto de “plane strain core”.

Las figuras 2 y 3 muestran un detalle de la malla empleada tanto en 2 como en 3 dimensiones

correspondiente a una probeta C(T). Las dimensiones de las probetas están indicadas en la figura 1.

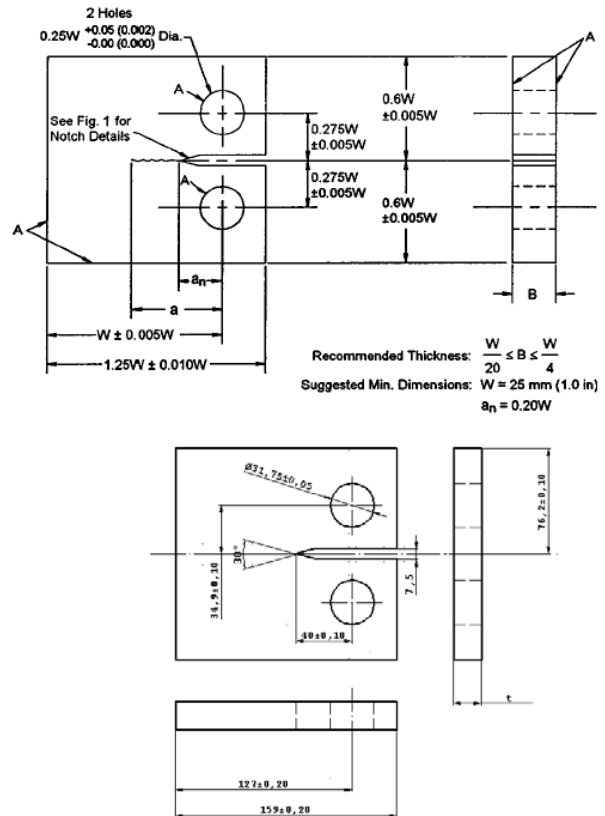


Figura 1. . Probeta C (T) utilizada en los modelos y ensayos (cotas en milímetros)

El paso de elemento para ambos modelos es de 1 mm. La topología de elemento utilizada en el modelo bidimensional es de elemento cuadrado de un nodo en cada vértice con cuatro puntos de integración. Cabe destacar que con el fin de evitar una sobre rigidez a cortante se ha utilizado la opción de corrección a comportamiento a flexión mediante una técnica de integración reducida.

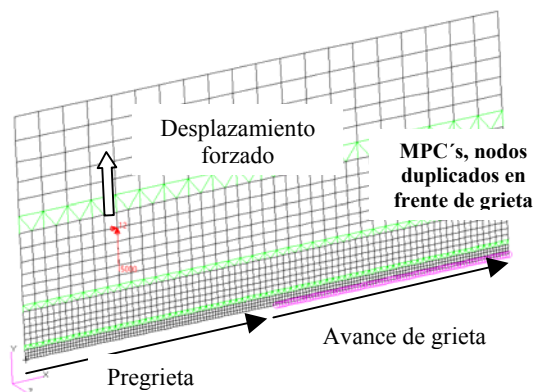


Figura 2. Modelo de Elementos Finitos bidimensional

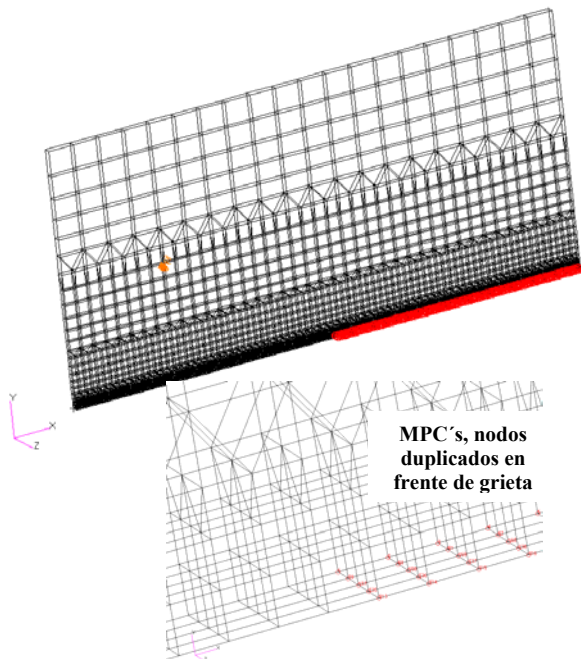


Figura 3. Modelo de Elementos Finitos tridimensional

Los modelos tridimensionales para ambas probetas han sido creados a partir de una extrusión de la malla bidimensional en el sentido normal al plano principal de la probeta. Los elementos utilizados en los estudios tridimensionales son elementos “bricks” de un nodo en cada vértice. La figura 4 indica el número de elementos empleados para ambos modelos en sentido normal al plano de la probeta.

En cuanto a la triaxialidad de tensiones alojadas en el las proximidades del extremo de fisura, cabe señalar que el modelo tridimensional planteado, con cuatro elementos a lo largo del espesor de la probeta, aproxima el estado triaxial de tensiones.

Suponiendo una placa fisurada de espesor B sometida a un estado de cargas en Modo I, ésta presenta el estado tensional que muestra la figura 4 (a) y (b). Si la placa no estuviera fisurada, ésta estaría sometida a un estado de tensión plana. Al estar fisurada se produce una elevada tensión normal al plano de la fisura que hace que el material del borde de grieta intente contraerse en dirección ‘ z ’, mientras que el material colindante trata de impedirse, generándose un estado triaxial de tensiones en el borde de la fisura.

Las figuras 4 (c), (d) y (e) muestran el estado tensional (σ_z y σ_y) en el borde de grieta en el modelo tridimensional planteado. Además se ha superpuesto la no deformada de la probeta. Como puede observarse, en zonas alejadas del fondo de fisura el material se deforma muy poco en dirección al espesor, este hecho restringe el desplazamiento hacia el interior del material, en zona cercana a la grieta, resultando por tanto un estado de deformación plana.

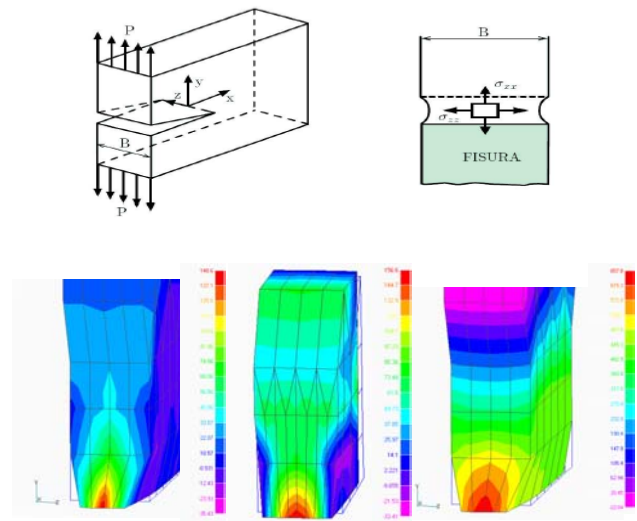


Figura 4. (a) Placa fisurada en modo I. (b) Estado tensional tridimensional en el borde de grieta. (c) Distribución de esfuerzos en dirección normal al espesor. (d) Distribución de esfuerzos en dirección normal al espesor para 8 elementos. (e) Distribución de esfuerzos en dirección de aplicación de la carga

2 PROCEDIMIENTO DE ANALISIS: “Gestor de Progreso de Grieta”

Con el fin de gestionar el progreso de grieta se ha creado un programa que interactúa con MSC/NASTRAN, cuyo esquema del algoritmo se muestra en la figura 5.

El programa admite varios tipos de modelos para el cálculo de la resistencia residual: probetas C(T) o probetas M(T), y modelos bidimensionales de elementos placas con el parámetro strain-core para el estado de deformación plana en las proximidades de la grieta, o modelos tridimensionales con elementos sólidos. Se han aprovechado las simetrías de las probetas para reducir el tiempo de cálculo: una simetría en la probeta C(T) y dos simetrías en la probeta M(T). Además para los análisis tridimensionales se puede considerar la simetría en el plano XY, ver figura 3.

El programa da como resultado la curva de resistencia residual del material, y es únicamente necesario por parte del usuario indicar el nombre del archivo de análisis del modelo y el tipo de modelo, C(T) ó M(T) y 2D ó 3D, además del parámetro de gobierno del progreso estable de grieta CTOAc. También se le puede introducir una longitud máxima de grieta para el caso de que se requiera la parada del programa.

La técnica empleada en el algoritmo se basa en el uso de la operación RESTART [6] que ofrece MSC/NASTRAN con la opción de actualización de la matriz de rigidez en cada paso de carga del análisis no

lineal. Con esta función se pueden hacer modificaciones al modelo en un paso intermedio de carga y continuar aumentando la carga desde dicho punto, simulando de ese modo la propagación de la grieta de manera adecuada mediante la “suelta de nodos” (Nodal Release). El programa ha sido diseñado especialmente para este problema y ahorra al usuario las modificaciones intermedias.

Tras indicar al programa el archivo, el programa ejecuta el análisis no lineal y abre el archivo de resultados. En dicho archivo de resultados busca los datos del primer paso de carga y comprueba el CTOA. Para ello se ha usado en el modelo una numeración de los nodos de la grieta que permite localizar el frente de grieta durante todo el proceso.

Si no se alcanza el CTOA crítico el programa busca el siguiente paso de carga y vuelve a comprobar el CTOA, y continúa de este modo sucesivamente. En caso de no alcanzar el CTOA crítico para ningún paso de la carga, se modifica el archivo de análisis para que la carga total sea mayor y se vuelve a ejecutar el análisis. En este paso se ha tenido especial cuidado de aumentar de forma discreta los pasos de aplicación de la carga (en términos de desplazamiento forzado) con el fin de no perder precisión en cuanto a la evaluación del ángulo de apertura de la grieta (CTOA), aunque conlleva más esfuerzo de cálculo.

En caso de alcanzar el CTOA crítico, el paso de carga para el que éste sucede es almacenado junto con la carga correspondiente. La longitud de grieta se calcula teniendo en cuenta el número de nodos “liberados” previamente, además de considerar la distancia entre los nodos del camino prefijado de la grieta (1 mm).

Para continuar el proceso de crecimiento de la grieta se crea un nuevo archivo de análisis con la operación RESTART. Para ello se “suelta el nodo” mediante la eliminación de una MPC [6] (Multi Point Constrains), lo que simula el crecimiento de la grieta y se indica el paso de carga a partir del cual se debe continuar el análisis.

El nuevo análisis es ejecutado y el programa repite el proceso a partir del paso de carga en el que se ha alcanzado el CTOA crítico en el análisis anterior.

El programa también es el encargado de crear la curva de resistencia residual, que es actualizada tras cada suelta de nodos.

Para el caso de modelos tridimensionales la diferencia principal es que no es necesario el parámetro “strain core” [7] y que el CTOA es calculado como la media de los ángulos que forman los elementos en el borde de la grieta en dirección transversal.

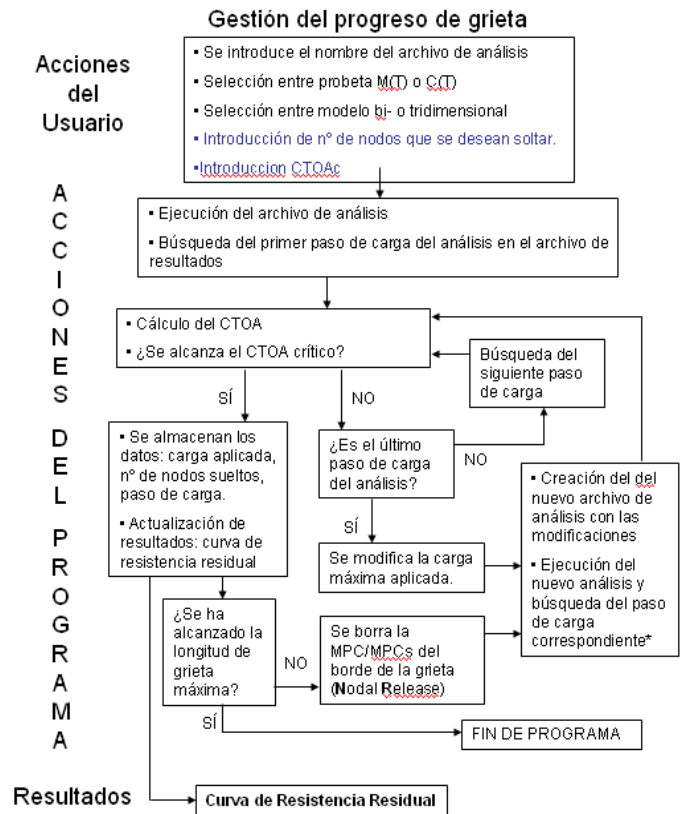
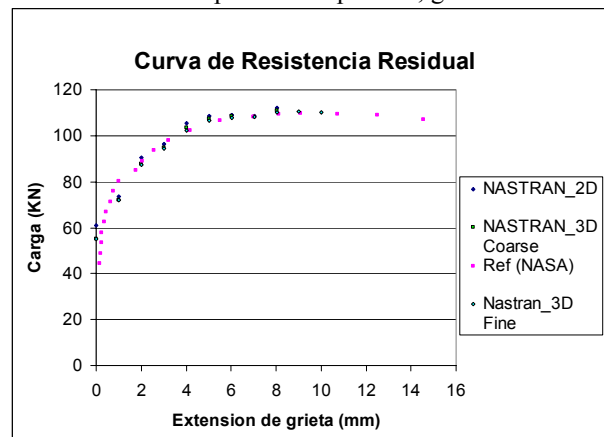


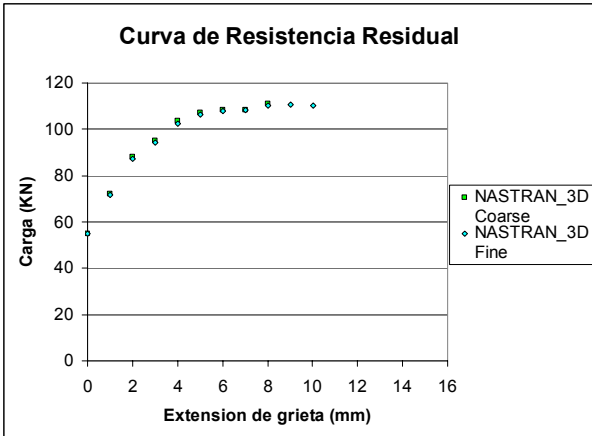
Figura 5. Diagrama de flujo del gestor de avance de grieta

3 RESULTADOS NUMERICOS

A continuación se muestran los resultados obtenidos a partir de la metodología propuesta en el apartado anterior. En primer lugar se muestra una correlación, para probetas M(T) entre resultados de modelos 2D y 3D de curvas de resistencia residual y resultados de ensayos encontrados en literatura [8], gráfica 1. Además se ha considerado el hecho de una mayor discretización en dirección del espesor de la probeta, gráfica 2.



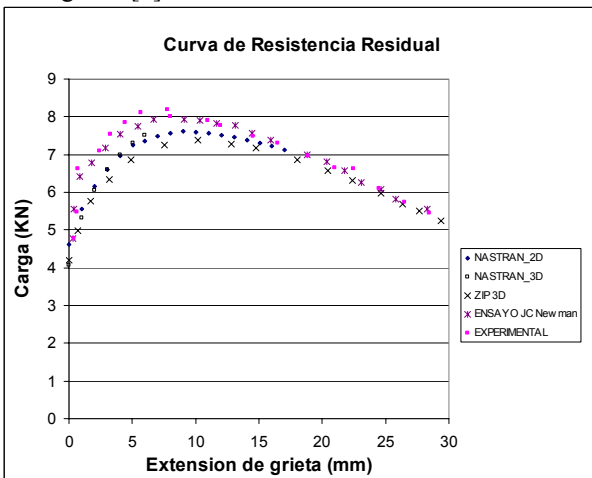
Gráfica 1. Correlación entre modelo matemático y datos de ensayos para probetas M(T)



Gráfica 2. Correlación entre los modelos tridimensionales teniendo en cuenta la discretización en dirección normal al plano de la probeta

En la gráfica 3 se presentan los resultados de la correlación del comportamiento del modelo de probeta compacta C(T) para la aleación de aluminio 2024-T3.

Se han considerado tanto los modelos bidimensionales y tridimensionales en código NASTRAN y resultados obtenidos mediante el código ZIP3D [7]. Los resultados de ensayos corresponden tanto a los obtenidos experimentalmente como a los reportados en bibliografía [8].



Gráfica 3. Correlación de obtención de curva de resistencia residual probetas C(T) de aluminio 2024 T3.

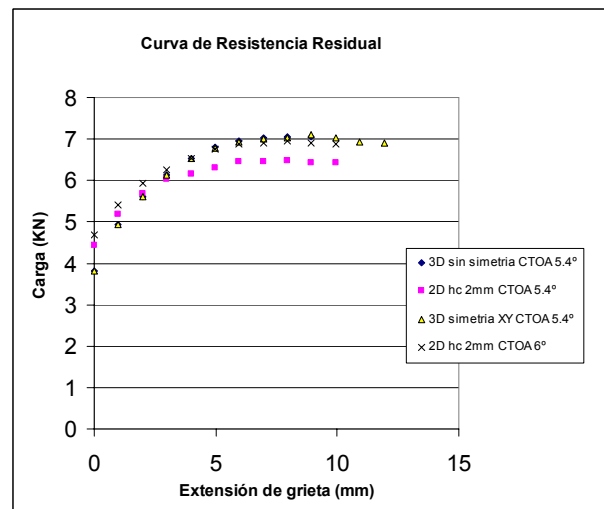
Como puede observarse en la gráfica anterior el comportamiento de las simulaciones tanto en NASTRAN como en ZIP3D es prácticamente el mismo, quedando algo por debajo la curva obtenida con ZIP3D. Trabajos realizados por otros autores han correlado resultados numéricos con ZIP3D y resultados de ensayos [7].

Por otro lado los datos de ensayos tanto los obtenidos de forma experimental como los reportados en la referencia [9], muestran, también, un comportamiento muy similar pero algo superior a las predicciones mediante modelo matemático.

Con el fin de estimar valores de CTOAc, a nuestro juicio, el procedimiento desde un punto de vista de cálculo (aproximación numérica) consiste, en primer lugar, en ajustar un valor de CTOAc con un modelo (tamaño probeta) lo más representativo, sobre todo en el frente de grieta (modelo tridimensional). Evidentemente para ello es necesario disponer de curva de resistencia residual de una probeta y a su vez de una colección de valores CTOA medidos en el ensayo, a medida que la grieta avanza.

Una vez obtenido un valor de referencia de CTOA, entra en juego el modelo bidimensional. En la práctica el panel completo debe de idealizarse con elemento placa delgada (estado de tensiones plano). Este problema puede atacarse con un modelo en elasticidad tridimensional, pero no es práctico desde un punto de vista ingenieril (resultado-coste). Por ello es necesario ajustar la curva de resistencia residual con un modelo bidimensional introduciendo para ello el concepto de “plane strain core”.

Se han utilizados los mismos valores de CTOA en los modelos bi y tridimensionales analizados con MSC/NASTRAN, los resultados obtenidos ofrecen resultados muy prometedores con el fin de abordar en un futuro la simulación del progreso de grieta en un panel completo. No obstante cabe señalar que en futuros estudios y junto con la disponibilidad de valores, obtenidos en ensayos, tanto de CTOAc como de curvas de resistencia residual de probetas, se realizara una correlación del comportamiento de los modelos bi y tridimensionales teniendo en cuenta la secuencia de cálculo indicada anteriormente. Los valores de CTOA del modelo bidimensional y tridimensional deberán estar en el mismo rango de valor, pero no tienen por que ser los mismos. La gráfica siguiente muestra la sensibilidad del valor del CTOAc en la respuesta del modelo bidimensional



Gráfica 4. Sensibilidad del comportamiento del modelo bidimensional según el parámetro CTOAc (5.4° y 6°).

4 ENSAYOS EXPERIMENTALES

Los ensayos experimentales se están realizando sobre probetas compactas, figura 6, en el Laboratorio de Caracterización del Comportamiento Mecánico del Área de Materiales Metálicos del INTA, utilizando una máquina servohidráulica MTS de 100 kN, generando primeramente la grieta inicial por fatiga hasta conseguir una longitud inicial de grieta comprendida entre 0,35 W y 0,45 W (del orden de 50,8 mm); el preagrietamiento a fatiga se realiza según una carga sinusoidal de frecuencia 10 Hz, con una razón de cargas $R = 0,1$ manteniendo el valor máximo de la fuerza aplicada constante de tal forma que no se supere en el tramo final de la propagación un valor del factor de intensidad de tensiones (K) inferior al 50 % del valor de la tenacidad a la fractura del material (K_{IC}), pasando posteriormente a realizar el ensayo de resistencia residual a una velocidad constante del pistón entre 0,254 y 1,016 mm/minuto; durante esta etapa, de forma regularmente espaciada, se registran los valores de la fuerza aplicada, el tiempo y una imagen del desarrollo de la grieta que nos permite, tras el análisis de las imágenes, obtener los valores del ángulo de apertura en la punta de la grieta CTOA.

El ángulo de apertura en la punta de la grieta CTOA (*Crack Tip Opening Angle*) se medirá ópticamente utilizando imágenes digitales y tratándolas posteriormente. Todo el proceso de propagación de la grieta durante el ensayo de carga residual será recogido digitalmente a través de un sistema de visión artificial disponible en el Laboratorio de Caracterización del Comportamiento Mecánico del Área de Materiales Metálicos del INTA. El componente fundamental de este sistema de visión artificial es la cámara digital (Fig. 6) de alta resolución (3.288×2470 píxeles) e interfaz IEEE1394. Además de la cámara, se cuenta con una lente telecéntrica de alta precisión (lente 1× para abarcar un campo de visión de 8,8×6,6 mm (aproximadamente) y obtener una precisión de 8 μm), situada en una plataforma motorizada de alta resolución con interfaz RS-232 para mover la cámara y equipada con un sistema de iluminación especial para obtener el adecuado contraste entre la grieta generada y la probeta. Un sistema informático se encarga del control del sistema y posterior tratamiento de todos los datos de ensayo. Este sistema incorpora una tarjeta de adquisición de datos capaz de adquirir señales analógicas procedentes de la máquina de ensayo (señal de carga), extensómetros (señal de desplazamiento), etc. Todas estas señales las procesa el sistema de forma que sincroniza para cada instante de tiempo t todas estas señales analógicas y la imagen digital, figura 7.

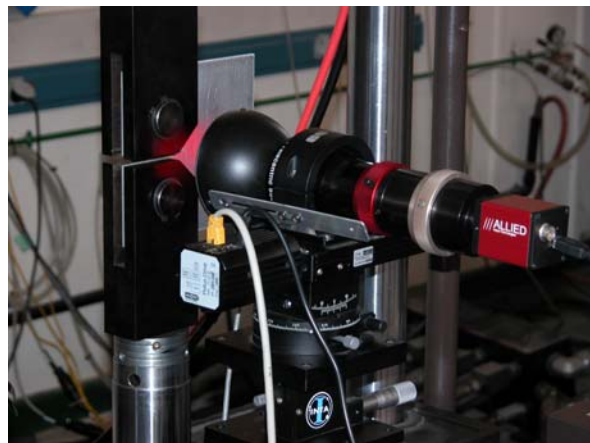


Figura 6. Fotografía del equipamiento de ensayo y toma de imágenes



Figura 7. Imagen del avance de la grieta por carga estática en un instante t

5 CONCLUSIONES

1. Se ha presentado una propuesta de metodología de obtención de curvas de resistencia residual mediante el código comercial MSC/NASTRAN.
2. Las correlaciones obtenidas entre el comportamiento de los modelos matemático y resultado de ensayos, son satisfactorias. Incluso comparándolas con soluciones numéricas de otras fuentes (ZIP3D).
3. El comportamiento del modelo bidimensional, con "plain strain core" simula el estado triaxial de tensiones en el borde de grieta reproducido por el modelo tridimensional.
4. Se propone una metodología de ajuste del parámetro CTOA con modelo tridimensional y una posterior correlación con modelo bidimensional.
5. Se propone un procedimiento de ensayos con el fin de evaluar el parámetro CTOA

6 REFERENCIAS

- [1] F. Martín de la Escalera, E. Mirón, S. Santos, J. Fernández Sáez “*Métodos Computacionales Aplicados a la Resistencia Residual de Paneles de Ala o Fuselaje*”, Anales de Mecánica de Fractura Vol. I (2006), pp 293-303
- [2] F. Martín de la Escalera, S. Santos, “*Obtención de curvas de resistencia residual en probetas $M(T)$ y $C(T)$ mediante criterio de CTOA*”, *Revista Internacional de Métodos Numéricos para el Cálculo y diseño en Ingeniería*” Centro Internacional de Métodos Numéricos en Ingeniería, CIMNE” Vol. 23 nº1 (2007)
- [3] Anderson, T.L. “*Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*”, CRC Press, EE.UU., 1995
- [4] Franc2D/L: A Crack propagation Simulator for Plane Layered Structures Version 1.5. User’s Guide. Erin Lesulauro. Cornell University. Ithaca, New York
- [5] J.C. Newman Jr, M.A. James, U. Zerbst, “*A Review of the CTOA/CTOD Fracture Criterion*”, *Engineering Fracture Mechanics* 70, 2003, pp 371-385
- [6] MSC NASTRAN 2004 Reference Manual. MSC Software Corporation
- [7] B.R. Seshadri, M.A. James, R.D. Young, J.C. Newman. “*Recent Developments in the Analysis of Monolithic Structures at NASA Langley*”, The sixth Joint FAA/DoD/NASA Aging Aircraft Conference. San Francisco, California. 2002
- [8] William M. Johnston, “*Fracture Tests on Thin Sheet 2024-T3 Aluminum Alloy for Specimens With and Without Anti-Buckling Guides*”, NASA/CR-2001-210832, 2001.
- [9] D.S. Dawicke, J.C. Newman Jr, J.H. Starnes, C.A. Rose, R.D. Young, B.R. Seshadri “*Residual Strength Analysis Methodology: Laboratory Coupons to Structural Components*”, NASA Langley Research Center, 1999

EFFECTO DE LA RUGOSIDAD SUPERFICIAL EN LA VIDA A FATIGA DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 2024 T3 SOMETIDA A UN RECUBRIMIENTO DEL TIPO SOL-GEL

A. Monsalve¹, M. Toledano², M. Páez³, A. Artigas¹, C. Montes¹ y Y. Sepúlveda³

(1) Dpto. Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile

amonsalv@usach.cl

(2) E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos, Universidade da Coruña, Campus Elviña, A Coruña.

mtoledano@udc.es

(3) Depto. Química de Materiales, Fac. Qca. y Biología, USACH

mpaez@usach.cl

Resumen. Con el fin de estudiar el origen de los cambios en la respuesta a fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3, se trazaron las curvas S-N-P (esfuerzo, número de ciclos, probabilidad de fractura), a muestras de la aleación, empleando para ello fatiga rotatoria. Previamente se midió a las probetas rugosidad superficial tras cada etapa del tratamiento superficial, consistente en desengrasado, distintos tipos de decapado (NaOH 0,03% y 0,5%), decapado industrial y sol-gel. Este último consistió en la aplicación de alcoholóxido de zirconio. Los resultados muestran que el aumento en la rugosidad superficial de las probetas, generada durante el tratamiento de decapado, afecta deteriorando la vida útil a fatiga en el rango de altas rugosidades. Sin embargo, los resultados obtenidos en relación a las muestras sometidas a tratamiento de sol-gel, muestran que la vida útil a fatiga aumenta en estas probetas decapadas industrialmente y disminuye en los casos de decapado básico. Esta diferencia puede explicarse debido a que durante el tratamiento de decapado industrial, se genera un daño en el material que produce un aumento en la rugosidad superficial que lo hacen más propicio a la fractura por fatiga. Se concluye que la rugosidad es un parámetro importante para predecir la respuesta a fatiga de la aleación, sin embargo, no es el único. Finalmente, no está suficientemente claro el origen de las diferencias en la respuesta a fatiga en probetas sometidas a sol-gel en los casos de decapado ácido y básico.

Abstract. In order to study the origin of the changes in the fatigue response of 2024 T3 aluminum alloy, the S-N-P (strength, number of cycles, fracture probability) were plotted by means of rotative fatigue. Previously, roughness was measured over the samples after each surface treatment: degreasing, alkaline (0.03% and 0.5% NaOH), industrial pickling and sol-gel. The last consisted in the application of zirconio alcoxide. The results show that the increase in the roughness during pickling produces a decrease in fatigue limits, for such cases of higher roughness. However, the results obtained for samples subjected to sol-gel process after pickling process show that in the case of industrial (acid) pickling the fatigue limit increase, while in the case of basic pickling, the fatigue limit decrease in relation to pickled samples. This difference could be explained, taking into account that the acid pickling produces damage over the surface of the samples, which increase the roughness, leaving a material in a more favourable condition to fatigue failure. It is possible to conclude that roughness is an important parameter in the fatigue response of this alloy when it is subjected to surface treatments, but it does not the unique parameter that influences fatigue life. Finally, it is not enough clear the origin of the differences between the sol-gel process influence on the fatigue life of pickled samples in the cases of acid and alkaline pickling processes.

1. INTRODUCCIÓN

La aleación de aluminio 2024 con el tratamiento térmico T3 es usualmente usada en la industria aeronáutica para la construcción de fuselajes de aeronaves, debido a su bajo peso específico y a su relativamente alta resistencia mecánica. Sin embargo, presenta una baja resistencia a la corrosión^[1], lo que hace preciso realizar tratamientos superficiales para mejorar esta propiedad^[2]. Dos de los tratamientos superficiales más usados son el denominado *conversion coating* (alodinado) y el anodizado, sin embargo ambos procesos utilizan ión cromo hexavalente que presenta efectos carcinógenos, razón por la cual estos procesos deben ser reemplazados a nivel industrial por otros que no empleen este ión. No obstante todas las ventajas asociadas al empleo de

recubrimientos anticorrosivos, la resistencia a la fatiga se ve afectada en mayor o menor medida por cada uno de estos tratamientos^[3-5]. Una de las líneas de desarrollo en la búsqueda de nuevos recubrimientos consiste en el empleo de películas de materiales cerámicos que se aplican sobre la superficie de la aleación, conocidas como depósitos de tipo sol-gel^[6-10]. En el presente trabajo, se analiza la influencia de los tratamientos superficiales previos a la aplicación de la película de sol-gel en la vida a fatiga de la aleación, correlacionándose estos resultados con los valores de rugosidad asociada a cada tipo de tratamiento. Además se estudia la respuesta a fatiga de la aleación sometida a tratamientos superficiales de sol-gel basados en películas de óxido de zirconio.

Los recubrimientos sol-gel investigados están basados en zirconoles ^[11]. Las reacciones asociadas a ese tipo de recubrimientos se pueden escribir como:

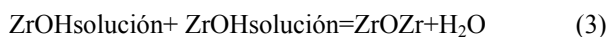


Esta reacción transforma el alcóxido de zirconio en zirconol (ZrOH), generando el alcohol ROH.

A partir de la reacción anterior, es posible que el zirconol reaccione con el hidróxido del metal a proteger de acuerdo a:



En esta reacción de condensación, el hidróxido del metal (MeOH), se encuentra sobre la superficie del metal debido a que previamente, dicha superficie ha sido tratada con una solución alcalina (NaOH). Esta reacción genera ZrOMe en la interfase metal-solución, que corresponde a un sol (es decir una dispersión coloidal de partículas finas). Al aplicar temperatura, se produce secado de la película de sol, generando una estructura tridimensional de zircoxanos (ZrOZr) denominada gel, de acuerdo a la reacción:



Antes de la condensación, las moléculas de zirconol (ZrOH) son adsorbidas en la superficie del metal hidroxilado, a través de enlaces de hidrógeno formados entre los grupos ZrOH y MeOH del metal hidroxilado. Después de la condensación y durante el secado, se forman los enlaces covalentes MeOZr y ZrOZr en la interfase. Con esto, se obtiene un excelente enlazado de una película de óxido de zirconio sobre la superficie de los metales tratados.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Caracterización del Material y Tratamientos Superficiales

La aleación de aluminio seleccionada en esta investigación es la aleación 2024-T3, ampliamente utilizada en la industria aeronáutica en la fabricación de componentes estructurales por su elevada tenacidad y resistencia a la corrosión bajo tensión.

La composición química de esta aleación se determinó por espectrometría de emisión óptica y coincide con las descritas en la literatura ^[3]. Las propiedades mecánicas se determinaron mediante el ensayo de tracción. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 1.

El tratamiento térmico T3 corresponde a un tratamiento de solubilización cercano a 490°C, seguido de temple, trabajo en frío y envejecimiento natural ^[3].

La aleación base se obtiene a partir del proceso de laminación del aluminio. Las probetas son extraídas de

las chapas con orientación T-L con respecto a la dirección del laminado, según la muestra B en la Fig. 1.

Tabla 1. Propiedades mecánicas de la aleación 2024 T3. ^[12]

Aleación	E (GPa)	σ_{YS} (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	Elong. %
2024 T3	72	345	485	18

Con esta orientación se garantiza que las condiciones con las que va a fatigar sean las más críticas, favoreciendo la etapa de crecimiento subcrítico de las fisuras. En esta figura se observa además que la orientación de los granos en el corte transversal coincide con la dirección de laminación y, por tanto, se puede asegurar que los resultados que se obtengan de los ensayos de fatiga corresponderán a la situación en servicio más desfavorable para el componente.

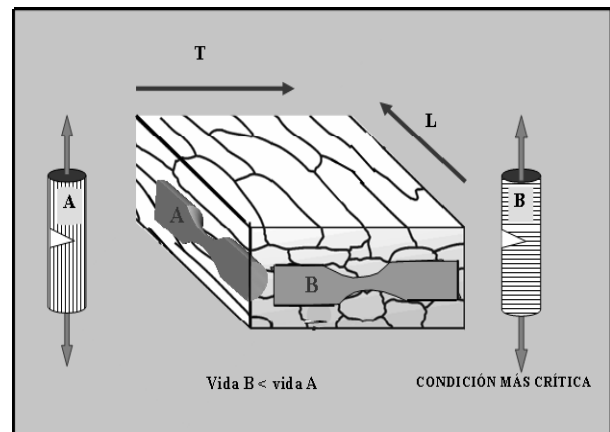


Fig. 1. Orientación de las probetas según el sentido de laminación del material.

Las probetas son mecanizadas con sección circular y con rebaje en el centro, variando el diámetro entre 9 mm en los extremos, donde se produce el amarre de la probeta y 4 mm en la zona central rebajada. Con esta geometría se consigue que las mayores tensiones superficiales se produzcan en el centro de la probeta, y se generen las primeras fisuras de fatiga que promuevan la fractura inestable. Después de ser fabricadas, las probetas fueron desbastadas con una lija N° 1000-P, con un tamaño de grano de 18,3 (µm), con el fin de igualar la rugosidad superficial inicial del material.

El decapado industrial utilizado en el presente trabajo corresponde al utilizado por la Empresa Nacional de Aeronáutica (ENAER) previo al anodizado de las piezas de aluminio. Este decapado está principalmente basado en soluciones de ácido crómico y fosfórico (H₂CrO₄-H₃PO₄). Para el desengrase se emplea tricloroetileno a 84° C por 5 min, inmersión en solución comercial TURCO 4215-S a 60°C por 10 min con agitación y enjuague con agua bidestilada a temperatura ambiente por 5 min. Luego se procede al decapado que consiste en la inmersión en solución comercial SMUT-GO#4 (30-45 g/l al 10% de

ácido nítrico a temperatura ambiente por 5 min con agitación) y enjuague con agua bidestilada a temperatura ambiente^[8].

En el caso del recubrimiento sol-gel, las probetas fueron sometidas a un proceso de desengrase basado en Turco 4215-S. A continuación, las probetas fueron sumergidas en una solución de NaOH al 0,03% con una gota de Triton X100, que es un agente tensoactivo, cuya función es lograr una completa mojabilidad en la superficie de la probeta. A continuación las probetas son sumergidas en la solución de propóxido de zirconio al 5% en 1-propanol por 60 segundos, con agitación mecánica y a temperatura ambiente. Luego que se retiran las probetas de la solución de propóxido de zirconio y se espera 60 segundos a que se seque a temperatura ambiente. Posteriormente se llevan las probetas a un horno a 60 °C y se dejan secar por 30 minutos. Al retirar las probetas se retira el exceso de precipitado que queda en la superficie. El proceso de sol-gel se repite por segunda vez, desde la inmersión en la solución en sol-gel, hasta el proceso de secado en el horno. Se cuidó que el tiempo transcurrido entre el decapado básico y el tratamiento superficial de sol-gel no fuera superior a 2 min, con el fin de evitar el deterioro de la superficie.

Ensayos de Fatiga

Para la caracterización de la vida a fatiga se utilizó una máquina de fatiga en flexión rotativa, a una frecuencia de 100 Hz y con razón de carga $R = -1$.

Los resultados experimentales de estos ensayos dan pares de valores S-N, dicho de otro modo, se relaciona la resistencia (S) a la rotura del material, normalmente expresada en función de la tensión máxima del ciclo (σ_{max}), con la vida esperada (N), a este nivel constante de tensión cíclica. Es conocido, que este tipo de ensayos arrojan una dispersión de los resultados muy elevada, por lo que es preciso utilizar un método estadístico, que permita interpolar los resultados, para manejar datos fiables. La metodología estadística que se ha utilizado es la propuesta por W. Maening, descrita por los autores en artículos anteriores^[4-6]. Mediante esta metodología probabilística se obtienen curvas S-N-P, incluyendo la probabilidad de fractura como un tercer parámetro.

3. RESULTADOS

Curvas S-N-P

En la figura 2 se muestran las curvas S-N-P de la aleación 2024 sometida al proceso de desengrasado, de acuerdo al procedimiento descrito anteriormente. En la figura 3 se muestra la curva de Wohler correspondiente a la aleación sometida sólo al tratamiento superficial de decapado de acuerdo al procedimiento industrial, esto es, decapado ácido. En la figura 4 se muestra la curva S-N correspondiente a un decapado 0.03% en NaOH y en la figura 5 se muestra la curva correspondiente a un decapado 0.5%.

En la tabla 2 se muestran los valores de rugosidad R_a (promedio aritmético del valor absoluto de las desviaciones respecto de la línea central de rugosidad) obtenidos a través de un rugosímetro Talysurf 4, pudiéndose apreciar que el menor valor de rugosidad corresponde al decapado 0.5% NaOH. La mayor rugosidad corresponde al material sólo desengrasado, es decir, con la terminación superficial del maquinado y lijado.

Tabla 2. Medidas de rugosidad obtenida para diversos tratamientos de decapado.

Tipo de decapado	Desengrasado	Industrial	0.03% NaOH	0.5% NaOH
Rugosidad R_a (μm)	0.34	0.32	0.30	0.19

Finalmente, en la tabla 3 se muestran los límites de fatiga de 1%, 50% y 99% de probabilidad de fractura, tomados a 10 millones de ciclos. Se incluyen en dicha tabla, valores de límites de fatiga correspondientes a casos de recubrimientos sol-gel con distintos tipos de decapado, observándose que en el caso de decapado industrial, el tratamiento de sol-gel incrementa la vida a fatiga, en cambio para los casos de decapados básicos, el tratamiento de sol-gel disminuye el comportamiento a fatiga de la aleación.

Tabla 3. Límites de fatiga de las aleaciones estudiadas.

Tratamiento	$S_{FL1\%}$ (MPa)	$S_{FL50\%}$ (MPa)	$S_{FL99\%}$ (MPa)
Desengrasado ^[12]	84	125	176
Decapado Ind. ^[11]	108	161	209
Decapado 0.03%NaOH ^[13]	149	196	246
Decapado 0.5%NaOH ^[13]	140	170	207
Sol Gel (Dec. Ind.) ^[12]	119	168	224
Sol Gel (Dec. Bás. 0.03%) ^[11]	110	138	179
Sol Gel (Dec. Bás. 0.5%) ^[12]	100	150	215

Par facilitar la comparación entre los distintos casos estudiados, en la figura 6 se muestran las curvas correspondientes al decapado industrial seguido de sol-gel. En la figura 7 se muestran las curvas correspondientes al decapado 0.03% NaOH seguido de sol-gel y finalmente en la figura 8 se muestran las curvas correspondientes al decapado 0.5%NaOH seguido de sol-gel.

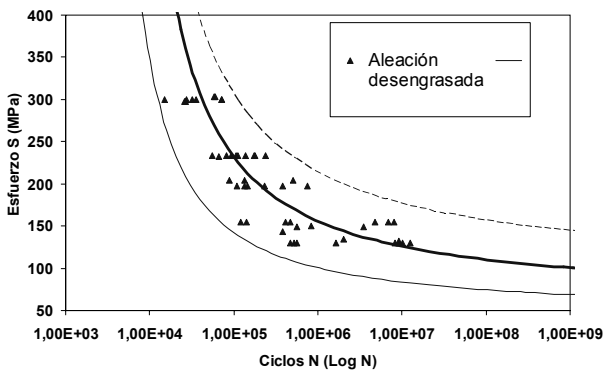


Fig. 2. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de desengrasado.

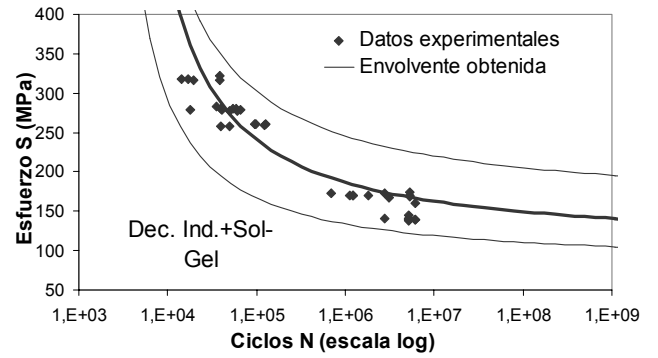


Fig. 6. Curvas S-N-P para la aleación de aluminio 2024 sometida al tratamiento de decapado industrial seguido de sol-gel.

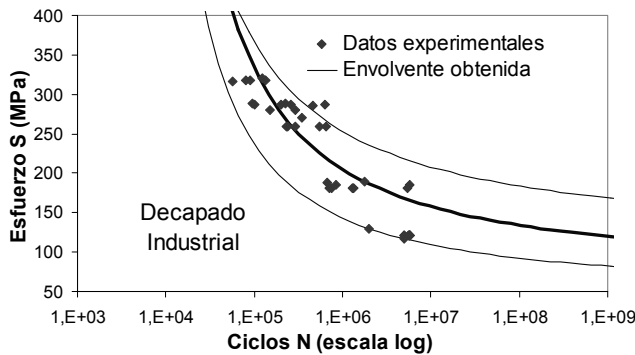


Fig. 3. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado industrial.

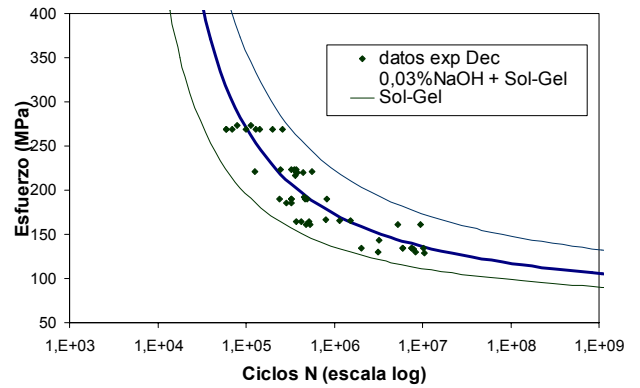


Fig. 7. Curva S-N-P para la aleación sometida a un tratamiento de decapado básico con NaOH al 0,03% seguido de sol-gel^[15].

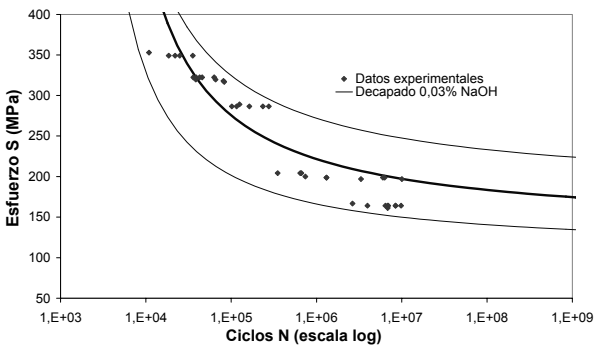


Fig. 4. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.03%NaOH.

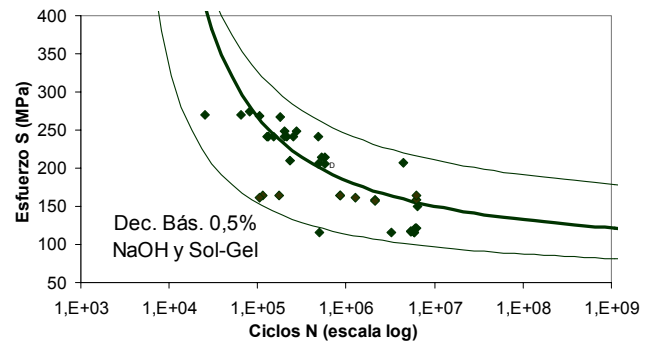


Fig. 8. Curva S-N-P para la aleación sometida a un tratamiento de decapado básico con NaOH al 0,5% seguido de sol-gel.

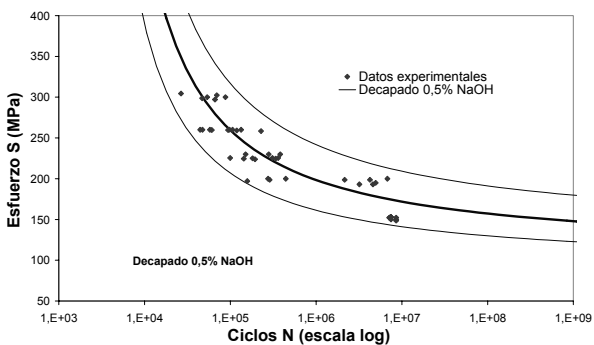


Fig. 5. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.5%NaOH.

El resumen de las figuras 2 a 8 se muestra en la tabla 3. En general, todos los casos estudiados presentan mejor respuesta a fatiga en comparación con el material sólo desengrasado, debido a la mejora en la rugosidad producida por los tratamientos de decapado, como puede deducirse de la tabla 2, en la que la mayor rugosidad corresponde al caso de sólo desengrasado. Además, exceptuando el caso de decapado 0.5% NaOH,

en general se observa una mejora en la resistencia a la fatiga al disminuir la rugosidad superficial, lo que se ilustra en la figura 9. La excepción la constituye la rugosidad de 0.19 μm , en la que se observa una disminución en el límite de fatiga, lo cual puede deberse a que en el caso de baja rugosidad, los defectos superficiales no son capaces de transformarse en una grieta capaz de crecer por fatiga. Al parecer, en este caso la rugosidad influye en la respuesta a fatiga, sólo para valores mayores de 0.30 μm .

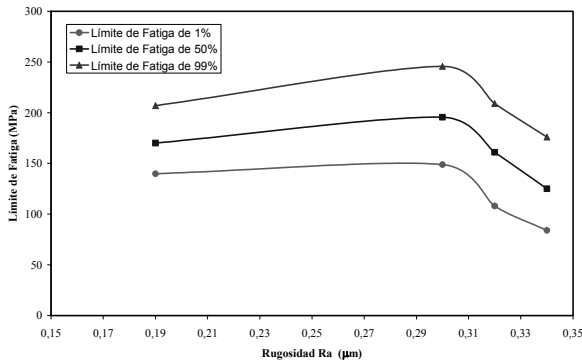


Fig. 9. Relación entre límite de fatiga a 10 millones de ciclos y la rugosidad superficial.

Con el fin de apreciar el efecto del recubrimiento sol-gel sobre la respuesta a fatiga de la aleación para cada decapado estudiado, a continuación se comparan las curvas S-N-P correspondientes a las probetas decapadas y las que han sido sometidas al tratamiento de sol-gel.

En la figura 10 se muestran las curvas correspondientes a las probetas sólo decapadas (0.03%NaOH) y aquellas sometidas a este decapado y al tratamiento de sol-gel, apreciándose que la aplicación del recubrimiento, disminuye la resistencia a la fatiga. La razón de este resultado no está aún suficientemente claro.

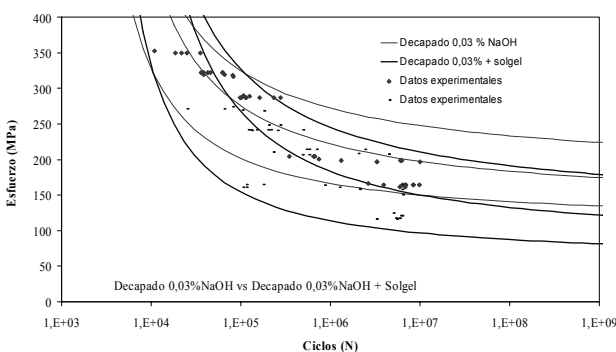


Fig. 10. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.03% de NaOH comparada con la probeta decapada y sometida al tratamiento de sol.gel.

En la figura 11, se muestran las curvas correspondientes a la probeta sometida a un tratamiento de decapado básico de 0.5% comparada con la probeta sometida a este decapado y al tratamiento de sol-gel. Una vez más

se aprecia una disminución en la resistencia a la fatiga para el caso de las probetas sometidas al tratamiento de sol-gel.

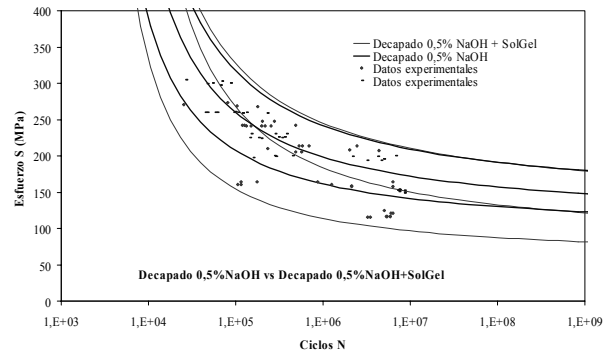


Fig. 11. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.5% de NaOH comparada con la probeta decapada y sometida al tratamiento de sol.gel.

Finalmente, en la figura 12 se muestran las curvas correspondientes a las probetas decapadas industrialmente y aquellas sometidas además al tratamiento de sol-gel. Como se aprecia, en este caso el tratamiento de sol-gel mejora la respuesta a fatiga en comparación con las probetas sometidas a decapado industrial. Esto se puede deber a la agresividad que presenta el tratamiento de decapado industrial, lo cual queda de manifiesto por los bajos valores de límites de fatiga en probetas que fueron sometidas sólo a decapado, ver tabla 3. Es probable entonces, que el recubrir estas probetas decapadas industrialmente, mejore la calidad superficial y por tanto mejore la respuesta a fatiga. Sin embargo, esto es sólo una hipótesis que debiera ser confirmada.

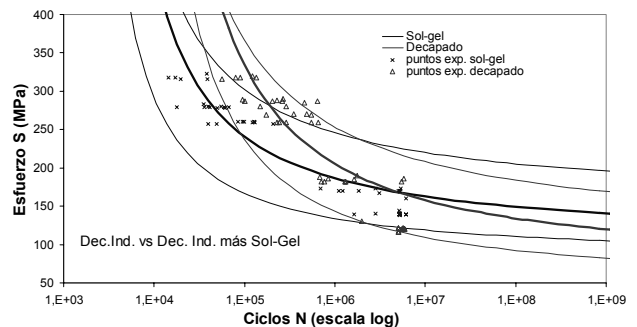


Fig. 12. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado industrial comparada con el decapado industrial seguido del tratamiento de sol.gel.

De los tres decapados estudiados, el que entrega la menor rugosidad corresponde al decapado básico 0.5% de NaOH, que no es el caso que presenta las mejores propiedades a fatiga, lo que está de acuerdo con lo hallado por otros autores [16]. Los otros tratamientos superficiales, entregan todos rugosidades más altas, cumpliéndose en este caso que las mayores rugosidades están asociadas a un pobre desempeño en fatiga. El peor

comportamiento tanto en fatiga desde el punto de vista de la rugosidad, la presenta la aleación sólo desengrasada, lo que es coherente con la terminación superficial típica de maquinado.

Al recubrir las probetas con la capa de sol-gel, se produce una caída en la respuesta a fatiga para el caso de las probetas decapadas en medio básico. Sin embargo, el efecto es al revés en el caso de las probetas decapadas industrialmente.

4. CONCLUSIONES

Se ha logrado determinar la influencia de distintos tratamientos de decapado sobre la vida a fatiga de la aleación 2024 T3. El tratamiento de desengrasado es el que está asociado a la peor respuesta a fatiga, lo que puede explicarse por la terminación superficial propia de un proceso de maquinado.

El tratamiento de decapado 0.5%NaOH es el que menor rugosidad superficial presenta, pero no es el caso más favorable en cuanto a la respuesta a fatiga. El tratamiento de decapado 0.03% NaOH es el que presenta el mejor comportamiento a fatiga, sin embargo no es el que presenta la menor rugosidad superficial.

Los tratamientos de decapado básico seguidos del tratamiento de sol-gel, entregan buenos resultados a fatiga, sin embargo, los límites de fatiga obtenidos permanecen por debajo de aquellos correspondientes a la aleación sometida al tratamiento de decapado industrial seguido de sol-gel.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto Fondecyt N° 1060050 por el apoyo dado al presente proyecto. Además, desean agradecer a la Academia Politécnica Aeronáutica, a la Empresa Nacional de Aeronáutica ENAER y a la Universidad de la Coruña por el interés y permanente compromiso mostrado por la línea de investigación.

6. REFERENCIAS

- [1] E.P. Short and P. Sheasby., Trans. Inst. Metal Finish, 47, 27 (1969).
- [2] G.E.Thompson and G.C.Wood. "Corrosion: Aqueous Processes and Passive films" (Treatise on Material Science and technology), V.23, 1983.
- [3] ASM Speciality Handbook, Aluminium and Aluminium Alloys, 1998.
- [4] Parra R., Monsalve A., Páez M., Sepúlveda Y., Valencia N.y Toledano M., "Influencia de los tratamientos superficiales en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3", Jornadas Conamet-Sam, La Serena, 3-5 de noviembre, 2004.
- [5] Monsalve A., Páez M., Toledano M., Artigas A., Parra R., Sepúlveda Y., "Curvas S-N-P en aleaciones de aluminio 2024-T3 y 7075-T7351 y su dependencia con los tratamientos superficiales", XXII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Almagro, 9-11 de marzo, 2005, España.
- [6] Parkhill R.L., Knobbe E.T., Donley M.S., *Application and evaluation of environmentally compliant spray-coated ormosil films and corrosion resistant of treatments for aluminium 2024 T3*, Progress in Organic Coatings 41 (2001), 261-265.
- [7] Khobaib M., Reynolds L.B., Donley M.S., *A comparative evaluation of corrosion protection of sol-gel based coating systems*, Surface and Coatings Technology, 140 (2001), 16-23.
- [8] Voevoding N., Jeffcoate C., Simon L., Khobaib M., Donley M., Characterization of pitting corrosion in bare sol-gel coated aluminium 2024 T3 alloy, Surface and Coatings Technology, 140 (2001), 29-34.
- [9] Yang X.F., Tallman D.E., Gelling V. J., Bierwagen G.P., Kasten L. J., Berg J., *Use of a sol-gel conversion coating for aluminum corrosion protection*, Surface and Coatings Technology, 140 (2001), 44-50.
- [10] Monsalve, A., Toledano M., Segovia C., Artigas A., Sepúlveda Y. y Páez M., "Efecto de un recubrimiento sol-gel en la resistencia a la fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3", III Congreso Internacional de Materiales, Simposio Materia 2005, Cartagena de Indias, Colombia. 12 al 16 de septiembre 2005.
- [11] Segovia C., "Influencia de los tratamientos superficiales, alodine y sol-gel, en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio aeronáutico 2024-T3" Tesis de Ingeniería Metalúrgica, USACH, 2004. A. Monsalve, Corrosión y Selección de Materiales, Apuntes de Curso, Universidad de Santiago de Chile, Facultad de Ingeniería, 2005.
- [12] Parra R., "Influencia de los tratamientos superficiales en la vida útil a fatiga de aleaciones de aluminio aeronáutico", Tesis de Ingeniería, Chile, 2004.
- [13] Montes C., "Influencia de los tratamientos superficiales de decapado en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio aeronáutico 2024 T3", Tesis de Ingeniería, Chile, 2006.
- [14] Monsalve, A., Toledano, Segovia C., Artigas A., Sepúlveda Y. y Páez, M., "Estudio comparativo entre diversos tratamientos de protección superficial en la aleación de aluminio 2024 T3", Jornadas SAM-CONAMET 2005, Mar del Plata, Argentina, Octubre 2005.
- [15] Monsalve A., Toledano M., Páez M., Artigas A., Castillo A., Sepúlveda Y., "Efecto de un recubrimiento del tipo sol-gel en la vida a fatiga de la aleación de aluminio 2024-T3", XXIII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Albarracín, 29-31 de marzo, 2006, España.
- [16] Giummarra C., Zonker H., Improving the fatigue response of aerospace structural joints, ICAF 2005 Proceedings, Hamburg, Germany, (2005)

**FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES
COMPUESTOS**

MODELIZACIÓN NUMÉRICA DEL DAÑO EN MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA

L. P. Canal, J. Segurado, J. LLorca

Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.
E-mail: luisp@mater.upm.es

RESUMEN

Se ha estudiado el comportamiento mecánico hasta rotura de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados por fibras unidireccionales mediante técnicas micromecánica computacional. El mecanismo de daño considerado ha sido el crecimiento de la porosidad inicial de la matriz. La simulación del daño en la matriz se ha introducido en los cálculos micromecánicos mediante el modelo de plasticidad de Jeong. Este modelo modifica el criterio de Drucker-Prager mediante la introducción de nucleación y crecimiento de poros. Se han estudiado los efectos de la porosidad inicial y la sensibilidad a la presión de la matriz en la plastificación y generación del daño. Se ha comprobado cómo el aumento de la porosidad inicial disminuye la tensión de plastificación de la matriz y acelera el daño en el material. La variación en la sensibilidad a la presión provoca que las bandas de cortante y la porosidad se concentren en orientaciones diferentes dentro del material.

ABSTRACT

The mechanical behaviour to failure for polymeric matrix composites reinforced with unidirectional fibres has been studied using computational micromechanics tools. Damage mechanism under consideration is the growth of the initial porosity in the matrix. The simulation of the matrix damage has been implemented in micromechanics calculations by Jeong's yield model. This model modifies the Drucker-Prager criteria by the introduction of nucleation and growth of pores. The effect of initial porosity and the sensibility to pressure of matrix in the yielding and the damage generation has been studied. It has been verified how the increase on initial porosity reduces the yield stress of the matrix, and accelerates the material damage. The variation of the pressure sensibility concentrate the shear bands and porosity on different orientations inside the material.

PALABRAS CLAVE: micromecánica, plasticidad, daño, materiales compuestos

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz polimérica reforzados por fibras unidireccionales tienen propiedades mecánicas muy adecuadas para su uso como materiales estructurales. Así, gracias a los elevados valores de la rigidez y resistencia en la dirección de las fibras, estos materiales están desplazando a otros convencionales en aplicaciones donde se requieren elevadas propiedades específicas, como ocurre en la industria aeronáutica. Para poder aprovechar todas las ventajas de los materiales compuestos y ser capaces de diseñarlos con propiedades óptimas, es necesario conocer su comportamiento hasta rotura, así como la relación entre su microestructura y el comportamiento mecánico.

Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos reforzados con fibras largas difiere mucho entre las direcciones longitudinal y transversal. En la deformación a tracción en dirección longitudinal, la carga es soportada por las fibras y el material

compuesto es prácticamente elástico hasta rotura. Sin embargo en la dirección transversal las propiedades del material dependen de diversos factores como la decohesión en las intercaras fibra-matriz y la plastificación y rotura de la matriz. Además, el comportamiento en compresión longitudinal está muy influenciado por las propiedades del material en dirección transversal, con lo que resulta importante comprender los mecanismos de fallo del material bajo cualquier sollicitación. Por ello, para el desarrollo de un criterio de fallo robusto para el laminado, que incluya la interacción entre las tensiones longitudinales y transversales se requiere el conocimiento del comportamiento del material compuesto en carga transversal.

Clásicamente se han utilizado modelos de homogeneización para el estudio de las propiedades mecánicas del material compuesto. Pero, mientras que en tracción longitudinal el comportamiento del material se puede predecir con bastante exactitud hasta rotura mediante la aproximación de isodeformaciones, bajo

cargas transversales los modelos de homogeneización sólo son adecuados para simular el comportamiento en rango elástico y no son capaces de predecir la pérdida de linealidad ni la rotura.

Actualmente, gracias a la potencia de cálculo de los ordenadores y las herramientas de simulación disponibles, los modelos de micromecánica computacional permiten obtener las propiedades macromecánicas del material a partir de la simulación numérica de un volumen representativo de la microestructura, con importantes ventajas sobre los clásicos modelos de homogeneización [1]. Estos modelos tienen en cuenta la distribución y geometría de los microconstituyentes y resuelven los microcampos de tensión y deformación en la microestructura, lo que posibilita un estudio preciso de los fenómenos de daño en el material.

En este trabajo se emplea la micromecánica computacional para analizar el proceso de evolución del daño en la matriz en materiales reforzados con fibras largas bajo la acción de cargas de tracción en la dirección transversal. Se han considerado para el estudio matrices poliméricas que desarrollan deformaciones plásticas (por ejemplo resinas epoxi reforzadas con partículas elastoméricas) y cuyo daño se produce mediante el crecimiento de la porosidad inicial existente en la matriz. El estudio se realizará sobre un volumen representativo de un plano transversal de la microestructura, que se toma como una distribución aleatoria y homogénea de fibras de sección circular embebidas en una matriz continua. Se supondrá que las fibras son elásticas, que la matriz y las fibras tienen adherencia perfecta, y que la matriz polimérica es elastoplástica con porosidad inicial y se daña por el crecimiento de huecos según el criterio de plasticidad propuesto por Jeong [2,3].

2. MODELO DE DAÑO PARA MATERIALES CON COMPORTAMIENTO PLÁSTICO SENSIBLE A LA TENSIÓN HIDROSTÁTICA (Jeong, 1995)

2.1. Descripción del modelo

La plastificación de polímeros se ha simulado clásicamente mediante los criterios de Mohr-Coulomb y Drucker-Prager. En estos modelos, a diferencia de lo que ocurre con los modelos de von Mises y Tresca, la plastificación depende de las tensiones hidrostáticas. De esta forma se pueden reproducir las características de la deformación plástica observada habitualmente en materiales poliméricos, como la asimetría entre tracción y compresión y la formación de bandas de cortante en compresión en ángulos comprendidos entre 50° y 56° con el eje perpendicular a la carga.

En el criterio de Drucker-Prager la plastificación se describe mediante una combinación de la tensión desviadora y la tensión hidrostática de la forma

$$\Phi(\boldsymbol{\sigma}) = \sigma_e + \alpha \sigma_m - \sigma_o = 0 \quad (1)$$

donde Φ es la función de plastificación, $\boldsymbol{\sigma}$ es el tensor de tensiones, α representa la sensibilidad a la presión y, σ_m y σ_e son las tensiones hidrostática y desviadora respectivamente, definidas como

$$\sigma_m = \frac{1}{3} \sigma_{kk}, \quad \sigma_e = \left(\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij} \right)^{1/2} \quad (2)$$

siendo s_{ij} las componentes desviadoras de la tensión, definidas por

$$s_{ij} = \sigma_{ij} - \delta_{ij} \sigma_m \quad (3)$$

donde δ_{ij} es la delta de Kronecker.

La presencia de huecos en un material introduce una dependencia de la plasticidad con la tensión hidrostática, esta dependencia aparece incluso en materiales que totalmente densos se comportan según un criterio de plastificación tipo J_2 . Para tener en cuenta este efecto, Gurson [4] modificó la función de plastificación de von Mises incluyendo la plastificación por tensiones hidrostáticas en caso de existir porosidad. La función de plastificación de Gurson, incluyendo las modificaciones introducidas por Tvergaard et al. [5] es

$$\Phi_G(\Sigma, \sigma_o, f) = \left(\frac{\Sigma_e}{\sigma_o} \right)^2 + 2 f q_1 \cosh \left(q_2 \frac{\Sigma_m}{\sigma_o} \right) - 1 - q_3 f^2 = 0 \quad (4)$$

donde Σ es el tensor de tensiones macroscópicas (de longitud de escala mucho mayor que la de los poros), y f es la fracción volumétrica de poros. La tensión desviadora Σ_e y la tensión hidrostática Σ_m se definen de forma análoga a la ecuación (2). Los tres parámetros q_1 , q_2 y q_3 son las modificaciones introducidas por Tvergaard et al. para tener en cuenta la interacción entre los huecos.

El criterio de plastificación propuesto por Jeong para modelizar la plastificación y el daño de polímeros generaliza el modelo de Gurson a materiales cuya plasticidad para una matriz totalmente densa es dependiente de la presión hidrostática (modelo de Drucker-Prager). La función de plastificación está dada por

$$\Phi_G(\Sigma, \sigma_o, f, \alpha) = \left(\frac{\Sigma_e}{\sigma_o} \right)^2 + \left(1 - \alpha \frac{\Sigma_m}{\sigma_o} \right)^2 \times \left[2 q_1 f \cosh \left\{ q_2 \frac{3 + \text{sign}(\Sigma_m) 2 \alpha}{2 \alpha} \log \left(1 - \alpha \frac{\Sigma_m}{\sigma_o} \right) \right\} - q_3 f^2 - 1 \right] = 0 \quad (5)$$

Donde los valores sugeridos por Jeong para los parámetros q son: $q_1=1.35, q_2=0.95$ y $q_3=1.35$ y se

obtuvieron a partir de simulaciones micromecánicas del crecimiento de los poros.

Conviene observar que la ecuación (5) recupera el criterio de Gurson (4) cuando la sensibilidad a la presión α tiende a cero, y el criterio de Drucker-Prager (1) cuando la fracción volumétrica de poros f es cero.

En el modelo, el aumento de la fracción volumétrica de poros en el material se debe a los mecanismos de crecimiento de los poros existentes y a la nucleación de nuevos poros, según la ecuación (6)

$$\dot{f} = \dot{f}_C + \dot{f}_N \quad (6)$$

El primer término representa el crecimiento de poros debido a la deformación plástica

$$\dot{f}_C = (1 - f)[tr(\dot{\epsilon}^P) - \alpha \dot{\epsilon}_e^P] \quad (7)$$

el segundo a la nucleación por tres procesos diferentes

$$\dot{f}_N = A \dot{\sigma}_o + B \dot{\Sigma}_m + C \dot{\epsilon}_e^P \quad (8)$$

donde el primer término corresponde a la nucleación controlada por la tensión máxima, el segundo a la nucleación controlada por la tensión hidrostática y el tercero a la controlada por la deformación plástica.

2.1. Implementación del modelo

El modelo de plasticidad con evolución del daño descrito por la ecuación (5), fue implementado en el programa comercial de elementos finitos Abaqus [6], mediante una subrutina de material de usuario (UMAT). El esquema utilizado para la integración de las ecuaciones de plasticidad fue el backward-Euler, ya que proporciona en general, una mayor precisión que otros algoritmos como el forward-Euler o la subincrementación [7]. Además este método permite definir una matriz tangente consistente que asegura la convergencia cuadrática del método de Newton Raphson.

Debido a la complejidad del modelo de Jeong no existe una solución analítica para el retorno a la superficie de plastificación cuando se emplea el método de backward-Euler. En esta investigación, el retorno se ha resuelto mediante un método iterativo basado en una predicción y posterior corrección hasta la llegada a la superficie como se puede observar en la figura 1.

En un incremento los cambios en la tensión se relacionan con los cambios en la deformación mediante la siguiente expresión,

$$\Delta \sigma = C(\Delta \epsilon - \Delta \epsilon_p) = C(\Delta \epsilon - \Delta \lambda \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma}) = C(\Delta \epsilon - \Delta \lambda \mathbf{a}) \quad (9)$$

Mediante un desarrollo en serie de la función de plastificación en el punto B (figura 1), se consigue obtener el valor del multiplicador plástico ($\Delta \lambda$).

$$\Phi = \Phi_B + \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma} \Delta \sigma = \Phi_B - \Delta \lambda \mathbf{a}_B \mathbf{C} \mathbf{a}_B = 0 \quad (10)$$

$$\Delta \lambda = \frac{\Phi_B}{\mathbf{a}_B \mathbf{C} \mathbf{a}_B} \quad (11)$$

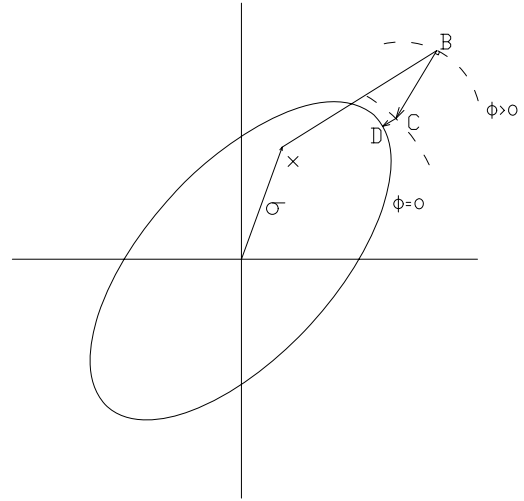


Figura 1 Esquema del procedimiento del backward-Euler con predicción y posterior corrección iterativa hasta la superficie de plastificación [8].

Así en el punto C de la figura (1) las tensiones estarán dadas por

$$\sigma_C = \sigma_B - \Delta \lambda \mathbf{C} \mathbf{a}_B \quad (12)$$

Generalmente la normal a la superficie de plastificación en el punto B, no coincidirá con la normal en el punto de retorno y se requerirá una corrección con sucesivas iteraciones. Para ello, se ha implementado un bucle iterativo que minimiza, hasta el valor de una cierta tolerancia, el siguiente residuo, que asegura la normalidad en la llegada a la superficie de plastificación

$$\mathbf{r} = \sigma - (\sigma_B - \Delta \lambda \mathbf{C} \mathbf{a}_C) \quad (13)$$

El desarrollo en serie de Taylor del residuo anterior y de la función de plastificación proporcionan, al ser igualados a cero, los incrementos en la tensión y en el multiplicador plástico durante la bajada ($\Delta^2 \sigma$ y $\Delta^2 \lambda$ respectivamente), siendo estos

$$\Delta^2 \sigma = - \left(\mathbf{I} + \Delta \lambda \mathbf{C} \frac{\partial \mathbf{a}}{\partial \sigma} \right)^{-1} (\mathbf{r}_o + \Delta^2 \lambda \mathbf{C} \mathbf{a}) = - \mathbf{Q}^{-1} (\mathbf{r}_o + \Delta^2 \lambda \mathbf{C} \mathbf{a}) \quad (14)$$

$$\Delta^2 \lambda = \frac{\Phi_o - \mathbf{a}_C \mathbf{Q}^{-1} \mathbf{r}_o}{\mathbf{a}_C \mathbf{Q}^{-1} \mathbf{C} \mathbf{a}_C} \quad (15)$$

El bucle iterativo continua hasta que $\| \mathbf{r} \| < \text{tol}_1$ y $\Phi < \text{tol}_2$.

Una vez retornamos a la superficie de plastificación actualizamos las deformaciones plásticas mediante

$$\varepsilon_D = \Delta \lambda \mathbf{a}_D \quad (16)$$

y la fracción volumétrica de poros se actualiza según la ecuación (6).

3. MODELO COMPUTACIONAL

El estudio del comportamiento mecánico hasta rotura del material compuesto reforzado por fibras unidireccionales se realizará mediante la simulación por el método de elementos finitos de volúmenes representativos de la microestructura del material en la dirección transversal.

3.1 Generación del volumen representativo y discretización

Para estudiar el comportamiento del material compuesto bajo carga transversal de tracción, se generaron volúmenes representativos periódicos de la sección transversal, que contiene una distribución aleatoria y homogénea de fibras embebidas en una matriz polimérica.

Para la distribución de las fibras se utilizó el algoritmo de adsorción secuencial aleatoria [9], que se modificó para asegurar la periodicidad de la microestructura y permitir un mallado apropiado del RVE. Las distribuciones de fibras resultantes son aleatorias y estadísticamente isótropas y homogéneas.

El volumen representativo se malló utilizando triángulos isoparamétricos de seis nodos (CPE6M en Abaqus Standar) con integración en tres puntos de Gauss. Se tuvo especial cuidado para obtener una discretización fina y homogénea en todo el volumen representativo para que sea capaz de captar de forma adecuada la deformación plástica en la matriz.

Un aspecto importante en las simulaciones micromecánicas es el tamaño mínimo del volumen representativo capaz de representar de una forma adecuada el comportamiento del material. En el campo elasto-plástico no existen modelos analíticos que proporcionen *a priori* el tamaño del volumen representativo necesario para calcular las propiedades mecánicas del material con un error conocido, como sucede en campo elástico. El tamaño del volumen representativo en régimen elasto-plástico debe estimarse *a posteriori*, basándose en la dispersión de resultados obtenidos en diferentes realizaciones. En este caso se han considerado volúmenes representativos con 30 fibras, y su validez queda confirmada por la baja dispersión de diferentes realizaciones simuladas.

3.2 Condiciones de contorno

Para la simulación de un material con microestructura periódica, las celdas unitarias deben rellenar todo el espacio, sin dejar huecos ni superposiciones; esto puede conseguirse mediante tres tipos de condiciones de contorno: imponiendo tensiones homogéneas en las caras, imponiendo desplazamientos homogéneos o utilizando condiciones de contorno periódicas. En este estudio se emplean condiciones de contorno periódicas ya que son las únicas que representan de forma adecuada la deformación periódica de la celda y permiten simular cualquier estado de tensión o deformación. Además, son con las que se obtienen el resultado más cercano posible al real.

Las condiciones periódicas deben imponer desplazamientos relativos entre lados opuestos que permitan que las celdas vecinas encajen unas con otras durante la deformación. Para ello se relacionaron los desplazamientos de cada par de nodos que ocupan posiciones equivalentes en lados opuestos. Las condiciones de contorno vienen expresadas por

$$\begin{aligned} u(X_1, 0) - v_2 &= u(X_1, L) \\ u(0, X_2) - v_1 &= u(L, X_2) \end{aligned} \quad (17)$$

donde u es el vector de desplazamientos del nodo de coordenadas X_1 y X_2 , y v_1 y v_2 son los vectores que indican los desplazamiento relativos entre lados opuestos del cuadrado.

3.3 Técnicas de simulación y modelos de material

Las simulaciones fueron realizadas mediante el código de elementos finitos Abaqus/Standar con condiciones de deformación plana. El comportamiento mecánico de la matriz se simuló mediante el modelo de plastificación y daño por crecimiento de huecos de Jeong, las fibras se consideraron elásticas y lineales.

4. RESULTADOS

Se han realizado simulaciones de la deformación bajo carga de tracción uniaxial de la sección transversal del material, para comprobar la influencia de la porosidad inicial y de la sensibilidad a la presión de la matriz en el comportamiento hasta rotura del material compuesto.

En cada caso se han simulado tres realizaciones diferentes, se ha observado que la dispersión en los resultados es pequeña (menor de un 5%) hasta la aparición del daño.

4.1. Influencia de la porosidad inicial

En la figura 2, están representadas las curvas tensión-deformación obtenidas bajo tracción uniaxial en una de las direcciones del plano transversal. Se han representado los resultados para matrices con porosidad inicial entre 0 y 10%, para tres realizaciones diferentes.

Las fibras son elásticas con $E=40$ GPa y la matriz tiene comportamiento elasto-plástico con $E=4$ GPa, $\sigma_0=64.85$ MPa y $\alpha=0.243$.

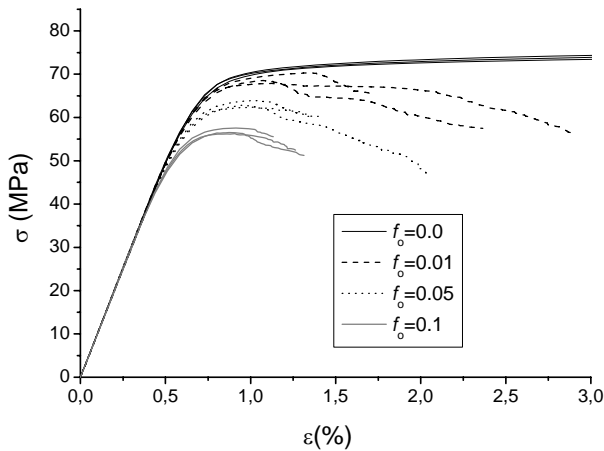


Figura 2 Curvas tensión deformación en tracción uniaxial en una dirección transversal. Fracción inicial de poros de 0 al 10%, para tres realizaciones diferentes

Como se puede observar en la grafica (figura 2), el módulo de elasticidad del compuesto es independiente de la porosidad de la matriz y la distribución de las fibras. El límite elástico del material compuesto se ve sin embargo afectado claramente por la porosidad de la matriz. Así se puede comprobar como una porosidad inicial del 10% reduce en aproximadamente un 20% la tensión de plastificación.

Tras la plastificación inicial de la matriz se desarrolla el proceso de daño, los poros comienzan a crecer de acuerdo a la ecuación (6) y se observa un claro ablandamiento del material hasta la rotura catastrófica que se produce cuando una banda de material dañado atraviesa todo el volumen representativo. Es importante comentar que al tratarse de un modelo de daño local, los resultados obtenidos a partir del máximo de carga son muy dependientes de la discretización, como puede apreciarse en la figura 2. Por ello, los resultados no son objetivos y para que el comportamiento post-pico sea correcto debe emplearse una regularización del modelo (régimen viscoplástico o modelo no local), o bien adaptar el tamaño de los elementos a la longitud característica del material.

En la figura 3 se han representado las distribuciones de deformación plástica equivalente y de la porosidad para una matriz con una fracción inicial de poros del 5%. En esta figura se comprueba como la porosidad, que inicialmente está repartida de forma homogénea, crece en los lugares donde mayor es la deformación plástica. Conforme continúa el ensayo, la deformación plástica y la porosidad se concentran a lo largo de una fina banda (cuyo ancho es el de un elemento por efecto de localización) que acaba produciendo la rotura.

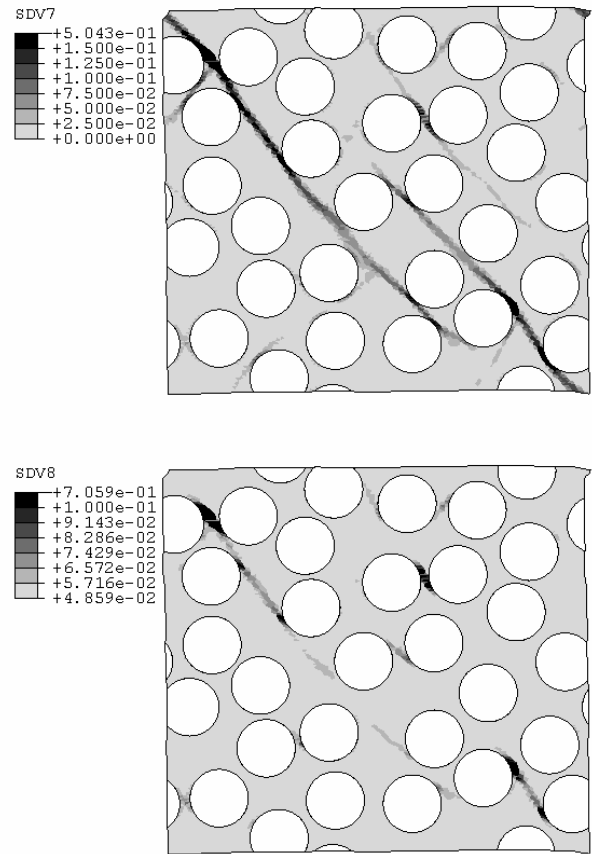


Figura 3 Distribuciones de la deformación plástica equivalente a) y la fracción volumétrica de poros b) para una matriz con porosidad inicial 5%, en un ensayo de tracción uniaxial en la dirección x.

4.2. Influencia de la sensibilidad a la presión de la matriz

En la figura 4 están representadas las curvas tensión-deformación para una distribución de fibras, en matrices con porosidad inicial del 5% y cuatro diferentes sensibilidades a la presión (α). En los cálculos se ha considerado que σ_0 permanece constante con un valor de 60 MPa.

En las curvas de la figura 4 se comprueba que la tensión de plastificación del material disminuye al aumentar α , como era de esperar por el criterio de plastificación de Drucker-Prager(1), según el cual la tensión límite elástica se alcanza para un valor dependiente de α y σ_0 . Una vez la matriz ha plastificado el comportamiento durante la degradación difiere según el valor de α . Esta diferencia de comportamiento es debida a la distinta localización de las bandas de cortante en el interior del material. Como puede verse en las distribuciones de la deformación plástica (figura 5), las bandas de cortante donde se concentra la deformación plástica se forman en orientaciones diferentes para dos α diferentes. Debido a la localización la degradación en propiedades del material se ve muy afectada por la sensibilidad a la presión de la matriz.

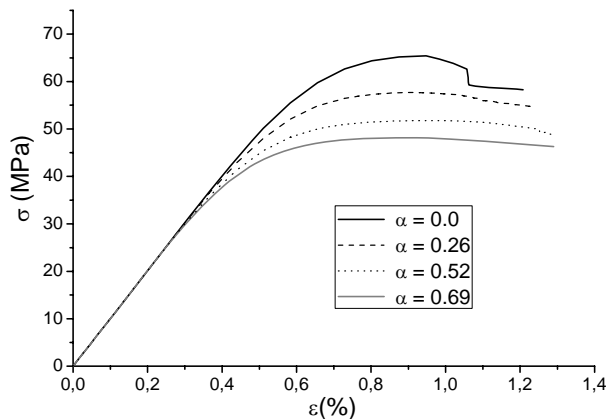


Figura 4 Curvas tensión deformación en tracción uniaxial en una dirección transversal. Fracción inicial de poros del 5% para factores de sensibilidad a la presión entre 0 y 0.69.

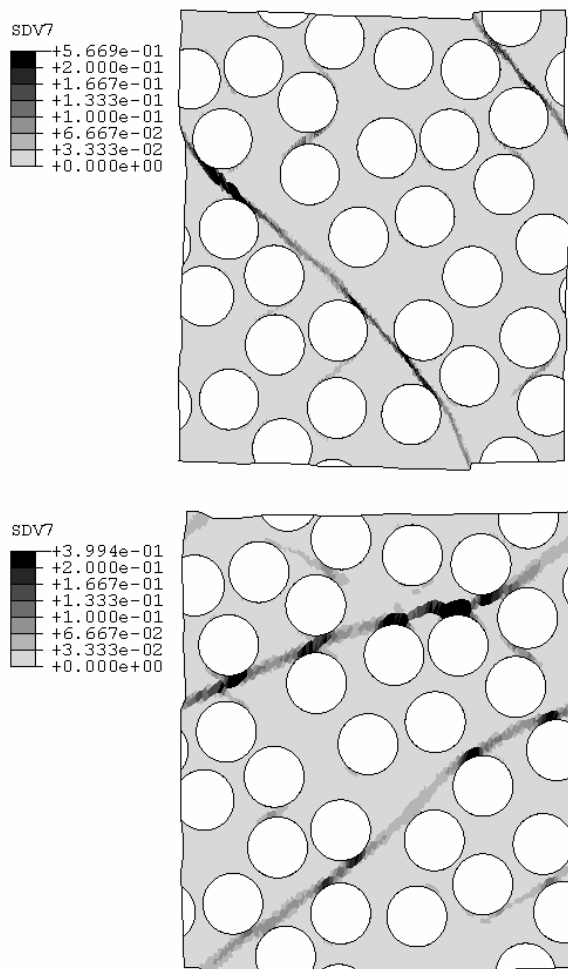


Figura 5 Distribuciones de la deformación plástica equivalente para una matriz con porosidad inicial 5% y parámetros de sensibilidad a la presión de a) $\alpha=0$ y b) $\alpha=0.69$, en un ensayo de tracción uniaxial en la dirección y.

5. CONCLUSIONES

Se ha realizado un estudio micromecánico de materiales compuestos reforzados por fibras con porosidad inicial en la matriz. Para ello se ha simulado el comportamiento mecánico de estos materiales bajo esfuerzo de tracción en la dirección transversal mediante el método de elementos finitos.

La simulación del daño que se produce en la matriz debido a la evolución de la porosidad inicial, se ha realizado mediante el modelo de plasticidad con daño desarrollado por Jeong para polímeros tenaces, implementado en una subrutina de material de Abaqus. El modelo considera que el deterioro del material se produce por el crecimiento y nucleación de poros.

El efecto de la porosidad inicial se ha estudiado mediante la realización de simulaciones con distinta fracción volumétrica de poros. Se ha observado que el material disminuye su límite elástico proporcionalmente al aumento de la fracción de poros inicial. También se ha comprobado la aceleración de la evolución del daño al incrementarse la porosidad debido al crecimiento de los huecos iniciales, provocando un rápido ablandamiento en el material.

El efecto de la sensibilidad a la presión en la degradación del material ha sido estudiado mediante la realización de simulaciones de ensayos de tracción en dirección transversal a las fibras. Las bandas de cortante, donde se concentra la deformación plástica y la porosidad, se forman en distinto ángulo produciendo un deterioro diferente en las propiedades del material a causa de la localización de la deformación.

6. REFERENCIAS

- [1] C. González y J. LLorca, *Composites Science and Technology* 67 (2007)
- [2] H-Y. Jeong and J. Pan, *Int. J. Solids Structures* Vol. 32 No. 24, pp. 3669-3691, 1995.
- [3] H-Y. Jeong. *Int. J. Solids Structures* 39 (2002) 1385-140.
- [4] A. Gurson. *Journal of Materials Technology* 9 (1977) 2-15.
- [5] V.Tvergaard y A. Needleman. *Acta Metallurgica* 32 (1984) 157-179.
- [6] Abaqus, Users' Manual, ABAQUS, Inc., 2006.
- [7] Z.L. Zhang. *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg* 121 (1995) 15-28.
- [8] M.A. Crisfield. *Non-linear Finite Element Analysis of Solids and Structures, Vol. 1: Essentials* J. Wiley & Sons, New York, 1991
- [9] B. Widom. *Journal of Chemistry Physics* 44 (1966) 3888-3894.
- [10] S. B. Biner. *Acta Materialia* 54 (2006) 139-150.

CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO A FATIGA DE MEZCLAS BITUMINOSAS EN CALIENTE FABRICADAS CON ÁRIDOS RECICLADOS

I. Perez¹, J. Gallego², M. Toledano¹, J. Taibo¹, S. F. Garrido¹

¹ Universidade da Coruña. E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos.
Campus de Elviña s/n, 15071 Coruña. E-mail: iperez@udc.es

² Universidad Politécnica de Madrid. E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos.
C/Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid.

RESUMEN

En este trabajo se estudia la resistencia a la fisuración por fatiga de mezclas bituminosas en caliente fabricadas con áridos procedentes de residuos de construcción y demolición (RCD). Las mezclas se dosificaron con un 50% de árido reciclado (AR) para ser utilizadas como capas de base o intermedia en carreteras de bajo tráfico. Los ensayos de fatiga se hicieron en flexión en tres puntos para generar tensiones de tracción que dan lugar a la formación de fisuras. Para cada una de las mezclas estudiadas se determinó las constantes de la ley de fatiga en deformación y el módulo dinámico. Con estos datos y considerando un comportamiento del medio elástico lineal se obtuvo la vida del firme. Los resultados se compararon con los datos obtenidos para mezclas fabricadas únicamente con áridos de cantera (AC). Se ha constatado que a pesar de encontrar debilidades en las mezclas con áridos reciclados, los parámetros obtenidos en este caso, son similares a los que se obtienen con las mezclas que contienen áridos naturales.

ABSTRACT

This work evaluates the resistance to cracking due to fatigue of hot asphalt mixtures made with aggregates from construction and demolition debris. The mixtures were elaborated with a 50% of recycled aggregates in order to use them as road bases and binder courses in low traffic roads. The fatigue tests were carried out under flexural test to generate tensile stresses at the bottom of the bituminous surface layer, which are manifested as microcracks (crack initiation phase). Later microcracks propagate, densify and coalesce to form macrocracks. For each mixture studied the fatigue laws constants in deformation were obtained, as well as, the dynamic modulus. By means of this information and taking into consideration an elastic lineal behaviour the service lives were estimated. These results were compared to those obtained in hot asphalt mixtures elaborated with only virgin aggregates from quarries. Although they were found some shortcomings in the mixtures elaborated with a 50% of recycled aggregates, it was confirmed that the parameters are very similar to those obtained in the case of mixtures made with only virgin aggregates.

PALABRAS CLAVE: Leyes de fatiga, vida útil, mezclas bituminosas en caliente, áridos reciclados

1. INTRODUCCIÓN.

En la construcción de carreteras se utiliza una gran cantidad de materiales que no necesitan demasiadas prestaciones para ser utilizados en la elaboración de terraplenes, explanadas y para las capas inferiores del firme. Mientras que las capas superiores de la sección han de ser más resistentes a la flexión, a la cizalla y deben ser drenantes, a medida que las capas son inferiores su misión consiste, simplemente, en transmitir los esfuerzos de compresión. Debido a ello, los requerimientos de los materiales utilizados en estas capas no son tan exigentes, y es factible el uso de materiales de desecho.

En la actualidad, la mayoría de los trabajos de investigación relativos a la viabilidad del uso de

materiales reciclados en la fabricación de carreteras, se centran en el empleo de áridos procedentes del fresado de subcapas de carreteras y de derribos de obras públicas, para servir como zahorra y materiales de relleno. Estos áridos debidamente machacados cumplen la normativa que establece el Pliego de Condiciones generales para obras de carreteras [1-2]. En cuanto a los estudios sobre el uso de áridos procedentes de los RCD para capas de firme, los avances más importantes se han producido en el empleo de los áridos para capas granulares y capas tratadas con conglomerantes hidráulicos en capas estructurales [3].

Otra de las alternativas de uso de los RCD en carreteras consiste en utilizar los áridos reciclados (AR) como componentes de mezclas bituminosas en caliente (MBC) [4-5]. Las MBC fabricadas con áridos de

cantera (AC) son empleadas en firmes flexibles para formar las capas de rodadura o intermedias, y en firmes semiflexibles se utilizan además como capas de base. En este tipo aplicación una de las principales causas de deterioro de las mezclas asfálticas se debe al agrietamiento o fisuración por fatiga. De forma general puede decirse que un firme flexible sometido a las sollicitaciones cíclicas generadas por las ruedas de los automóviles, sufre una serie de deformaciones en las capas de mezcla bituminosa que se transforman en esfuerzos de tracción. La acumulación de estas tensiones tangenciales puede dar origen a la nucleación y propagación de microfisuras que con el tiempo provocan la reducción de rigidez del pavimento. Estas fisuras de fatiga se originan en la fibra inferior de la mezcla bituminosa, donde la tensión tangencial que produce el paso repetido de vehículos puede ser lo suficientemente elevada como para superar las tensiones de cohesión entre los áridos. Como la resistencia del árido es mucho mayor que la del ligante bituminoso, esta diferencia en resistencia implica que la fisura se propagará a lo largo de las caras del árido.

Si la cohesión entre los agregados es fundamental para el inicio de microfisuras de fatiga, es necesario tener en cuenta que un cambio en el tipo de árido de la mezcla puede estar favoreciendo el deterioro del firme. En este caso, es fundamental determinar cuantitativamente la variación de vida útil debido a la incorporación de áridos reciclados (AR) en comparación con mezclas que utilizan únicamente áridos de cantera (AC).

En este trabajo se aborda el estudio de dos mezclas bituminosas en caliente (MBC), en función de la posición en la capa del firme y del contenido de árido reciclado. Según este criterio se eligieron dos de las MBC más utilizadas en las carreteras españolas. Una mezcla semidensa, S-20 para capas intermedias y otra gruesa, G-20, utilizada como capa de base. Cada una de estas mezclas se ha fabricado con dos tipos de agregados; con el 100% de árido de cantera (utilizadas como muestras de control) y con una proporción de 50% de AR + 50% de AC en cada fracción de árido. En todos los casos se utilizó filler de cantera con el fin de evitar la influencia del mástico en la durabilidad de la mezcla. Para la caracterización del comportamiento a fatiga se aplicó la norma española del laboratorio de transportes NLT-360 [6].

2. MATERIALES

La vida útil de un firme está determinada en gran medida por los materiales que lo componen. El fallo estructural del pavimento se puede producir por el uso de un árido con caras redondeadas, una granulometría fuera del huso, una arena de mala calidad, un % de ligantes altos.... Estas son razones más que suficientes que justifican la importancia de la caracterización

físico -química de los materiales que forman parte de un firme.

En este trabajo los materiales utilizados son mezclas bituminosas en caliente (MBC), que son las de mayor uso en la construcción de firmes en España. Están constituidas aproximadamente por un 90% de áridos gruesos y finos, un 5% de filler y otro 5% de ligante hidrocarbonado, de manera que las partículas quedan cubiertas por una película continua de betún.

2.1. Composición de las mezclas bituminosas

En total se han confeccionado cuatro grupos de MBC: semidensa con árido de cantera (S-C), semidensa con árido de cantera y reciclado (S-CR), gruesa con árido de cantera (G-C) y por último, gruesa con árido de cantera y reciclado (G-CR). En la tabla 1 se indica la composición granulométrica de cada mezcla en función de las fracciones de los áridos. Las mezclas S-C y S-CR están ajustadas en el huso S-20 y las mezclas G-C y G-CR en el huso G-20.

Tabla 1. Granulometría de las MBC.

MBC	Porcentaje que Pasa (% en masa) - Tamices UNE (mm)									
	Árido Grueso					Árido Fino				Filler
	25	20	12.5	8	4	2	0.5	0.25	0.125	0.063
S-C	100	95	78	63	40	30	15	12	8	5.5
S-CR	100	95	78	63	40	30	15	12	8	6.5
G-C	100	95	75	60	37.75	28.5	13	10	7	4.25
G-CR	100	95	75	60	37.75	28.5	13	10	7	4.75

Como ligante se utilizó un betún de penetración 60/70, de uso convencional en mezclas bituminosas en caliente y que cumple con las especificaciones del Pliego General. El contenido de betún (B_o) de cada mezcla se estableció mediante el ensayo Marshall [5] con objeto de buscar la dosificación óptima de las mezclas para poder ser utilizadas dentro de alguna de las categorías de tráfico recogidas en el PG-3. En la tabla 2 se presentan el porcentaje de betún óptimo, sobre el peso total de los áridos, y la categoría de tráfico para la que cumple los requisitos.

Tabla 2. Porcentaje de betún óptimo (B_o) y categorías de tráfico para los que cumplen las especificaciones.

	MBC			
	S-C	S-CR	G-C	G-CR
B_o (%)	5	5.90	4.25	4.75
Categoría de Tráfico	T3-T4	T1-T2-T3-T4	T3-T4	T4

De estos datos cabe destacar el elevado contenido de betún y de filler empleado en las mezclas con árido reciclado (S-CR y G-CR). En ambos tipos de mezclas

la proporción de filler se tuvo que elevar hasta casi el límite superior del huso, debido a que la gran cantidad de poros que presenta el árido en cuestión eleva la superficie específica del mismo y por lo tanto se necesita una cantidad mayor de betún para poder crear la misma película alrededor de los áridos, en consecuencia se necesita mayor cantidad de filler para mantener la relación filler-betún que se recomienda en el PG-3.

2.2. Caracterización de los áridos:

La composición en peso de los áridos reciclados es la siguiente: hormigón (72%), piedra (20%), cerámico (2%), y betún (6%). En la tabla 3 se reflejan las características principales de los áridos correspondientes a las granulometrías estudiadas.

Tabla 3. Características de los áridos de las MBC.

Ensayo	MBC			
	S-C	S-CR	G-C	G-CR
Coefficiente de absorción de agua (%)	0.17	4.59	0.19	4.82
Coefficiente de los ángeles(%)	19.4	25.6	22.1	24.8
Densidad relativa (g/cm ³)	2.69	2.66	2.69	2.66

La principal limitación que presenta el uso de áridos reciclados es el coeficiente de los Ángeles. Los valores obtenidos limitan el uso de las mezclas S-CR y G-CR a firmes de tráfico T4, en capas de base e intermedia. También cabe destacar que el coeficiente de absorción de agua en las mezclas que contienen AR es muy superior al obtenido en las mezclas que sólo contienen AC. Los valores de densidad relativa son similares en todos los casos.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Ensayo de fatiga a flexotracción

Consiste en un ensayo de flexión en tres puntos, sobre probetas en forma de viga prismática de dimensiones 300x50x50mm, apoyadas sobre unos soportes metálicos separados 250 mm. El equipamiento consta de una máquina servohidráulica de ensayos universales Instron 8516 conectado a una célula de carga de 5 kN. La medida de las deformaciones en la fibra inferior de la probeta se realizó colocando un extensómetro dinámico de base de media 50 mm colocado en la parte inferior de la viga. En la figura 1 se muestra la configuración del dispositivo de ensayo.

El registro de las funciones de carga, deformación y desplazamiento se realizó a través del equipo de adquisición de datos cada 500 ciclos, a partir del ciclo 200, siendo la velocidad de toma de datos de 50 kHz. La temperatura del ensayo se mantuvo constante a 20°C

Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento, aplicando una onda senoidal de la forma (1):

$$D = D_0 \text{sen}(2\pi Ft) \quad (1)$$

donde D_0 es la semiamplitud del desplazamiento, F es la frecuencia (10 Hz) y t el tiempo.

El ensayo finaliza cuando el valor de la amplitud cíclica de carga es menor o igual a la mitad de la amplitud cíclica de carga inicial. En ese momento se considera que aparecen las primeras fisuras en la viga.



Figura 1. Ensayo de flexotracción dinámica.

3.2. Ley de fatiga en deformación

Uno de los objetivos del ensayo dinámico de flexotracción es determinar la resistencia de la mezcla bituminosa al inicio de fisuras originadas por el tráfico. La resistencia al agrietamiento de la mezcla se expresa mediante la ley de fatiga en deformación, que está dada por la relación (2):

$$\varepsilon_{200} = KN^B \quad (2)$$

donde ε_{200} es la mitad de la amplitud cíclica de la función de deformación inicial, que se corresponde con la medida en el ciclo 200. N es el número de ciclos soportado hasta la aparición de las primeras fisuras, y representa la durabilidad de la viga. K y B son constantes que describen el comportamiento a fatiga del material y dependen entre otros factores de la naturaleza de los áridos.

La función deformación instantánea, ε , se determina, a partir de la función extensométrica registrada, Δ , de la distancia entre apoyos, L , y de la base de medida del extensómetro, B , a través de la expresión (3):

$$\varepsilon = \frac{\Delta}{20 + \frac{B-20}{2} \left(1 + \frac{L/2 - B/2}{L/2 - 10} \right)} \quad (3)$$

Para determinar las constantes K y B de la ley de fatiga se ensayaron cinco probetas para cada tipo de MBC. A cada probeta se le aplicó una amplitud de desplazamiento diferente comprendido entre 80 μm y 350 μm .

3.3. Módulo Dinámico

El módulo dinámico (MD) es una medida de la rigidez de la muestra en un determinado ciclo. Y se define como el cociente entre la amplitud cíclica de la función tensión (T_c) y la amplitud cíclica de la función deformación (ε_c), mediante la expresión (4).

$$MD = \frac{T_c}{\varepsilon_c} \quad (4)$$

La función tensión T , se determina a partir de la función de carga registrada (P), de las dimensiones de la probeta y distancias entre apoyos (L) según la expresión (5):

$$T = \frac{3P(L/2 - 10)}{CD^2} \quad (5)$$

Donde C y D son el ancho y espesor de la probeta respectivamente.

En este trabajo se determinó el módulo dinámico en el ciclo 200 que se corresponde con la condición de inicio del ensayo de fatiga y por tanto con la rigidez inicial de la mezcla.

4. MÉTODOS ANALÍTICOS.

Para ampliar la investigación sobre la posibilidad de utilización de las MBC con AR se determinó la vida útil de dos secciones estructurales de firme de la Instrucción 6.1-IC. Se consideraron dos opciones, la primera incorporando mezclas G-20 y S-20 con un 50% de AR (mezclas G-CR y S-CR), y la segunda opción incorporando un 100% de AC (G-C y S-C). En concreto se analizaron las secciones denominadas 211 y 3211, destinadas a carreteras de tráfico medio y bajo. Todas ellas están compuestas de 40 cm de zahorras artificiales (módulo dinámico 500 MPa), una base de mezcla G-20 cuyo espesor varía entre 8 y 18 cm, una capa intermedia con mezcla S-20, de 7 cm de espesor, y una capa de rodadura de 3 cm de espesor, fabricada

con mezcla D-12, una mezcla de granulometría densa muy empleada en carreteras de tráfico medio y bajo en España y de módulo dinámico 6000 MPa. Se adoptó como eje tipo de carga representativo del tráfico, el eje simple con ruedas gemelas de 115 kN, equitativamente repartida entre las cuatro ruedas, con una presión de contacto de 0.9 MPa, radio de huella 14.26 cm. En la tabla 4 se incluyen los detalles de las secciones consideradas.

Tabla 4. Secciones estructurales para análisis de durabilidad.

Capa	Espesor (cm)	Sección 211 IMDp = 200		Sección 3211 IMDp = 50		
		Opción 1	Opción 2	Espesor (cm)	Opción 1	Opción 2
Rodadura	3	D-12		3	D-12	
Intermedia	7	S-CR	S-C	7	S-CR	S-C
Base	18	G-CR	G-C	8	G-CR	G-C
Subbase	40	ZA-25		40	ZA-25	
Explanada	∞	EI		∞	EI	

Para este análisis se utilizó un modelo multicapa elástico lineal [7] que utiliza como variables, el módulo dinámico de la mezcla, el espesor de la capa y la rigidez del soporte (explanada y subbase). A partir de estos parámetros se calculan las deformaciones máximas a tracción de las mezclas ε_c . Estos valores se sustituyeron en las correspondientes leyes de fatiga de deformación, que representan la resistencia a la fatiga y se obtuvieron los valores de durabilidad de las mezclas.

5. RESULTADOS

Los registros de carga y número de ciclos realizados en los ensayos de flexotracción dinámica permiten poner de manifiesto la pérdida de rigidez en el material debido a las fisuras de fatiga que se generan por las tensiones de tracción en la fibra inferior de las mezclas sometidas a cargas cíclicas. En la figura 2, se representa la disminución de la amplitud de carga soportada por la mezcla S-C con el tiempo, para las condiciones de sollicitación impuestas de desplazamiento constante.

En las gráficas de las figuras 3, y 4 se representa en escala logarítmica, la mitad de la amplitud de deformación cíclica inicial, ε_{200} , frente a la durabilidad, N para las mezclas S-20 y G-20, respectivamente. En estas gráficas se han incluido para cada tipo de mezcla, las leyes de fatiga de los autores, las elaboradas por el Centro de Experimentación de Obras Públicas (Cedex) y las contempladas en la Instrucción de firmes 6.1-IC.

En la Tabla 5 se incluyen los coeficientes de ajuste de las leyes de fatiga experimentales y los módulos dinámicos.

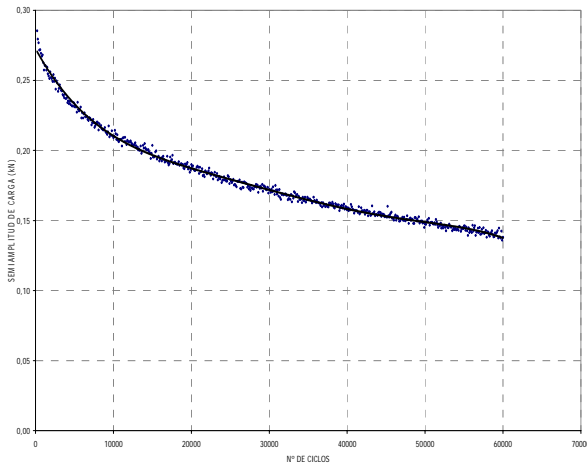


Figura 2. Evolución de la semiamplitud de carga en la mezcla S-20 con árido de cantera en el ensayo de fatiga en flexotracción.

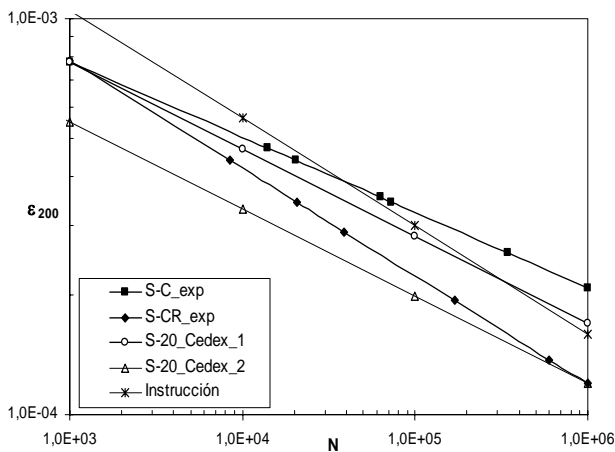


Figura 3. Leyes de fatiga para la mezcla S-20

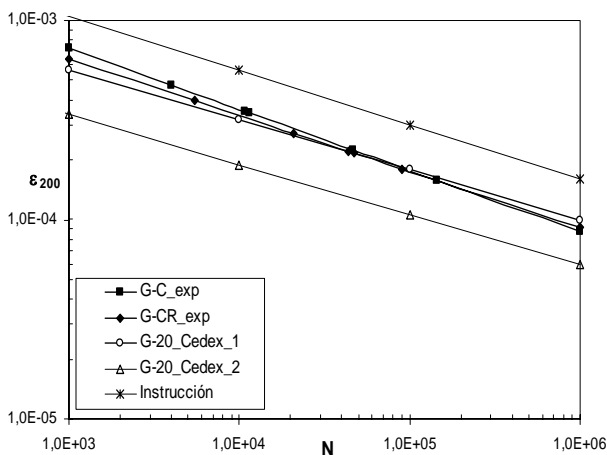


Figura 4. Leyes de fatiga para la mezcla G-20.

Tabla 5. Coeficientes de la ley de fatiga y módulo dinámico.

MBC	Ley de Fatiga en Deformación Log ε = A+ B Log N		Módulo Dinámico
	A	B	MD (MPa)
S-C	-2.54	-0.19	3866
S-CR	-2.29	-0.27	5016
G-C	-2.22	-0.30	4086
G-CR	-2.35	-0.28	4675

En relación a los coeficientes de la ley de fatiga en deformación se observa que la mezcla S-C y la mezcla S-CR presentan un comportamiento a fatiga diferente. La ley de fatiga de la mezcla S-C tiene una pendiente más suave (un 30% inferior) y está más desplazada hacia la derecha, lo que significa que para una misma deformación impuesta la durabilidad de la mezcla S-C es mayor que la mezcla S-CR, y por lo tanto se comporta mejor frente al agotamiento por fatiga. En relación a las mezclas con granulometría G-20, puede observarse que tanto la mezcla G-C y G-CR presentan un comportamiento a fatiga muy similar, dado que sus pendientes (B) se diferencian en tan sólo un 6.7% y sus ordenadas en el origen son muy próximas. La diferencia más importante se puede notar en el rango de las altas deformaciones donde las diferencias de durabilidad pueden favorecer el empleo de las mezclas con árido de cantera.

Por último cabe decir, que los parámetros de estas leyes son similares a los obtenidos por otros investigadores y están situadas dentro de unos intervalos de deformación que se pueden considerar habituales.

Los valores del módulo dinámico de las mezclas S-20 con betún 60/70 se encuentran dentro de un intervalo usual de 6000±1000 MPa. En este sentido, para la mezcla S-C el valor obtenido es ligeramente inferior al módulo usual para este tipo de mezclas. Sin embargo, la mezcla S-CR está dentro de ese intervalo. En relación con las mezclas G-20 con un betún 60/70 el intervalo de valores de los módulos es de 5500±1000 MPa. En este sentido la mezcla G-C está por debajo de ese intervalo y la mezcla G-CR está dentro del mismo. Se observa por tanto que cuando se añade AR se obtienen mezclas de mayor rigidez debido a su comportamiento más rígido. Y los valores obtenidos concuerdan con lo esperado, en el sentido de que las mezclas con AR con granulometría S-20 tienen mayor módulo que las mezclas con AR del tipo G-20.

En la tabla 6 están reflejados los resultados de la vida útil para las dos secciones de firme de diferentes espesores. Se incluyen los valores de la tensión de tracción crítica en la capa de base de mezcla bituminosa, ε_t, del número de ejes sencillos que la sección resistirá antes de su agotamiento (N_a) y el

número de ejes sencillos previstos durante una vida útil de 15 años, teniendo en cuenta una tasa de crecimiento anual del tráfico de un 2%, (N_t).

Tabla 6. Análisis de la respuesta a fatiga.

	Sección 211		Sección 3211	
	Opción 1	Opción 2	Opción 1	Opción 2
ϵ_t	0.77	0.83	1.36	1.47
Na	18.2	11.5	2.42	1.82
Nt	6.22		1.56	

De esta tabla se deduce que en todos los casos, el número de ejes admisibles (N_a) supera al número de ejes previstos (N_t). Por otro lado, cuanto mayor es el espesor de la capa de base más se incrementa la durabilidad del firme. Además, se observa una mayor durabilidad en las secciones construidas con AR que en las construidas con AC. Este resultado refleja los datos obtenidos para el módulo dinámico. Según se dedujo de la tabla 5 los valores del módulo dinámico eran inferiores en las mezclas con AC. Y por tanto, al no ser lo suficientemente rígidas, con el paso del tráfico, se deforman de manera excesiva al no absorber de forma adecuada las tensiones. En consecuencia, en la opción 2 en donde se han considerado mezclas con AC se favorece una fisuración temprana de la mezcla más superficial al tener una capa de base menos rígida que la opción 1, modelizada con mezclas con AR.

CONCLUSIONES

- Las MBC gruesas con 50% de AR tienen una resistencia a la fatiga similar a las gruesas con 100% de AC; mientras que las semidensas con 50% de AR tienen un peor comportamiento a la fatiga que las semidensas con 100% de AC.
- Tanto en las MBC con 50% de AR como con 100% de AC se obtuvieron unos valores razonables, aunque algo bajos, del módulo dinámico, si bien los de las MBC con AR fueron más elevados.
- Desde el punto de la vida útil, las MBC fabricadas con AR son más resistentes que las fabricadas con AC.
- De todo lo dicho anteriormente se deduce que es posible utilizar los RCD en la fabricación de MBC de firmes de carreteras.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Dirección general de Carreteras. Pliego de prescripciones técnicas generales para obras de carreteras y puentes PG-3. Ministerio de Fomento. Ediciones Liteam, Madrid, 2002.

[2] Reciclaje de residuos industriales. Xavier Elías Castells. Ed. Díaz de Santos, Madrid, 2000.

[3] Asociación española de normalización y certificación (AENOR). UNE- 146131:2003. Áridos para capas granulares y capas tratadas con conglomerantes hidráulicos para su uso en capas estructurales de firmes. Madrid 2003.

[4] Der-Hsien Shen, Jia-chong Du. "Evaluation of building materials recycling on HMA permanent deformation". Construction and building materials, 18, 2004, 391-197.

[5] I. Pérez, M. Toledano, J. Gallego y J. Taibo "Propiedades mecánicas de mezclas bituminosas en caliente fabricadas con áridos reciclados de residuos de construcción y demolición". Mat. de Construcción, Vol. 57, 285, 17-29, 2007.

[6] Dirección General de Carreteras. Norma NLT-350/90 "Ensayo de fatiga en flexotracción dinámica de mezclas bituminosas". Ministerio de Obras Públicas y Transportes, 2ª Edición, Madrid, 1992.

[7] Huang Y. H. Pavement Analysis and Design. Pearson Prentice Hall, 2004.

[8] García, J. "Caracterización de módulos, fatiga y otros ensayos dinámicos. Jornada sobre caracterización y control de mezclas bituminosas. p. 21. Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas (CEDEX), Madrid, 2000.

MODELO MICROMECHANICO DE LA INTERCARA ENTRE FIBRA Y MATRIZ EN MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA REFORZADOS CON FIBRA LARGA**A. Ríos¹, A. Martín-Meizoso¹**

¹ CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra), P. Manuel Lardizabal 15,
20018 San Sebastián, España
E-mail: arios@ceit.es

RESUMEN

El presente trabajo estudia la influencia de las propiedades de intercara en la aparición y desarrollo de despegue (entre la fibra y la matriz) en materiales compuestos de matriz metálica (MMC) reforzados con fibra larga. El modelo micro-mecánico empleado para este estudio paramétrico se realiza mediante elementos finitos (FEM). Las propiedades de intercara son introducidas por medio de elementos cohesivos, los cuales pueden mostrar el lugar de iniciación de la grieta y su propagación entre la fibra y la matriz, cuando el compuesto experimenta tensión transversal a temperatura ambiente y cuando se encuentra en operación a una temperatura de 550°C. Los datos requeridos para dichos elementos, como es la energía de adhesión y los esfuerzos necesarios para lograr el despegue, se han obtenido de ensayos de extracción de fibras (push-out). El análisis considera el efecto de los esfuerzos térmicos residuales presentes en el compuesto, los cuales se originan en la fabricación de estos materiales, así como la disposición (cuadrada y hexagonal) y porcentaje (30 y 40%) de fibra dentro de la matriz. Además, en el caso de una matriz (Cu) con comportamiento elastoplástico, el modelo micro-mecánico incorpora una ley potencial de fluencia lenta (creep) por medio de una subrutina de usuario.

ABSTRACT

The influence of the properties of the interface (initial damage and interfacial debonding), between the fibre and the matrix (in metal matrix composite reinforced with continuous fibre), is studied in this work. The micromechanical model employed for this analysis is elaborated through finite element method (FEM). The interface properties are incorporated by means of cohesive elements, which show the place where the debonding starts, as well as, the propagation of the fracture between the matrix and the fibre (when the composite material undergoes transverse tension at 20°C and 550°C). Data required for these cohesive elements (adhesion energy, debonding stress) have been obtained from push-out tests. The effect of the thermal residual stress in the material composite (which are generated during its manufacture), different fibre arrangements (square and hexagonal) and volume fractions of fibre are considered in this model. Also, the Cu matrix takes into account a power law creep as a user subroutine.

PALABRAS CLAVE: MMC, Intercara, Elementos cohesivos, Tracción transversal.

1. INTRODUCCIÓN

Nuevos materiales compuestos se están desarrollando para disipar el calor generado (heat sink), por ejemplo, dentro de sistemas de propulsión (thruster chambers) y en reactores nucleares (divertors). Dichos materiales, además de tener excelentes propiedades de conductividad, también deben conservar su rigidez y forma original [1,2].

Estos materiales al encontrarse a altas temperaturas, experimentan solicitaciones elásticas en la fibra y fluencia en la matriz, comportamiento característico en sistemas en donde la fibra tiene una temperatura de fusión mucho más alta que la matriz [3]. Por tanto, el material compuesto debe ser también capaz de resistir fluencia lenta y fatiga. El desempeño de los materiales compuestos reforzados con fibra depende de la adhesión en la intercara entre la fibra y la matriz. Consecuencia

de una fuerte unión en la intercara es la mejora de las propiedades mecánicas. Aunque ciertos componentes pueden diseñarse para tener la máxima resistencia mecánica en la dirección paralela a las fibras, no es posible evitar completamente las cargas transversales. Por tanto, es importante realizar un estudio paramétrico de los factores que controlan las propiedades transversales [4]. Además los materiales compuestos sujetos a ciclos térmicos generan esfuerzos térmicos, los cuales pueden relajarse por uno o más de las siguientes formas: i) deformación plástica de la matriz dúctil, ii) rotura o agrietamiento de la fibra frágil, iii) fractura de la intercara fibra-matriz [5-7].

Muchos análisis en el estudio del comportamiento transversal de materiales compuestos, han tratado a la intercara como perfectamente unida [8,9], y como unión débil [10-18]. Nimmer [11,12], Ding & Bowen [16] estudian el comportamiento de la intercara utilizando

elementos de contacto en presencia de esfuerzos residuales. Otro método empleado es el adoptado por Wisnom [14], en donde la fibra de SiC y la matriz de aluminio están unidos por pares de nodos en cada lado, los cuales se acoplan por medio de resortes rígidos. El criterio de fallo utilizado es una ecuación cuadrática. Los anteriores análisis comprenden un espesor de intercara despreciable. Otros análisis, consideran capas en la intercara de diversos espesores. L. L. Shaw & D. B. Miracle [10,18] proponen una región de intercara independiente con un espesor determinado y propiedades mecánicas y térmicas propias. Aghdam M. M. & Falahatgar [18] emplean dos tipos de intercara: fibra-recubrimiento y recubrimiento-matriz. Finalmente, existe un método para el análisis del comportamiento de fractura y fallo de la intercara, denominado modelo de zona cohesiva (CZM), el cual consiste en introducir una superficie infinitamente delgada separada por resortes [19, 20]. Zhang et al. [17], emplearon zonas cohesivas con ley de tracción-desplazamiento. Los diversos modelos propuestos para la zona cohesiva pueden ser lineales, exponenciales o trapecoidales.

Para el estudio del comportamiento del compuesto en la dirección transversal a las fibras, se ha empleado el modelo de elementos cohesivos. Dicho análisis paramétrico emplea la modelación micromecánica con el que se estudia los efectos de iniciación de fallo en la intercara. El estudio considera la resistencia de unión en la intercara, esfuerzos residuales, porcentaje de contenido de fibra así como la disposición de las fibras.

2. MODELO DE ELEMENTOS FINITOS

2.1 Modelo Micromecánico en Elementos Finitos y Condiciones de Contorno

En la modelización del compuesto se ha considerado una celda unitaria basado en el modelo “generalized plain strain”, ya que en el presente análisis, se estudian las propiedades transversales. Además, la longitud de la fibra es mucho más grande que el diámetro de la fibra [7]. Este tipo de modelo representa la situación de la sección transversal en un compuesto largo y continuo, por lo que las variaciones de esfuerzos y deformaciones entre los planos paralelos a la fibra son considerados nulos [14]. El modelo bidimensional, con disposición cuadrada de fibras, se compone de 1680 elementos (CPEG4T). Las condiciones de contorno para una disposición cuadrada se muestran en la figura 1. Las condiciones de contorno utilizadas para una disposición cuadrada son tales que los nodos del lado izquierdo de la celda unitaria tienen movimiento restringido en la dirección “x”, y los nodos de la parte inferior tienen movimiento restringido en la dirección “y”. Todos los nodos de la parte superior de la celda unitaria tienen el mismo desplazamiento en la dirección “y”. Así mismo, los nodos del lado derecho tienen igual desplazamiento en la dirección “x” [7,8,10,12,14,16,18]. Para el cálculo del modelo se ha utilizado el programa comercial de Elementos Finitos de ABAQUS® [21].

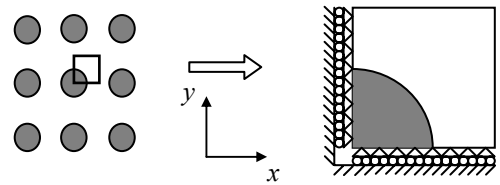


Figura 1. Esquema de Celda Unitaria de fibra con disposición cuadrada y condiciones de contorno.

3. MODELO DE INTERCARA

Las ecuaciones constitutivas para la superficie de intercara son desarrolladas de forma fenomenológica, es decir: satisfacen relaciones empíricas obtenidas de resultados experimentales [22]. En el estudio micromecánico se emplea un modelo de zona cohesiva que sigue una ley bilinear, siendo el modelo más utilizado por su simplicidad [22,23]. La ley cohesiva se muestra en la figura 2. El espesor del elemento cohesivo considerado es despreciable. Los elementos cohesivos (COH2D4) son introducidos entre la fibra y la matriz para conocer el proceso de desunión en la intercara.

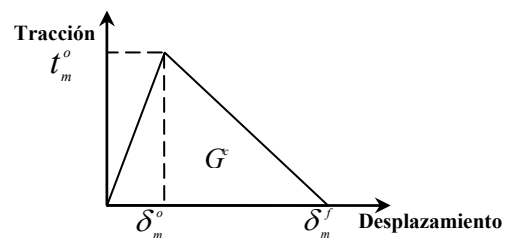


Figura 2. Modelo de ley cohesiva.

La principal ventaja de utilizar elementos cohesivos, es la capacidad para predecir tanto el inicio como la propagación de daño, sin previo conocimiento de la localización de la grieta ni la dirección de propagación. La relación de tracción-desplazamiento está basada en una simple ley bilineal y unidireccional, la cual está relacionada directamente con la mecánica de la fractura en régimen elástico. El área del triángulo, limitada por la curva tracción-desplazamiento, es igual a la energía crítica que se libera. De esta manera, la grieta se propaga cuando la energía liberada es más grande o igual al valor crítico [24]. La ley cohesiva empleada no considera el daño en compresión pura. El proceso de daño o degradación empieza cuando los esfuerzos de tracción satisfacen el criterio de daño establecido. El criterio utilizado es el de esfuerzo nominal cuadrático:

$$\left\{ \frac{\langle t_n \rangle}{t_n^o} \right\}^2 + \left\{ \frac{t_s}{t_s^o} \right\}^2 = 1 \quad (1)$$

donde: t_n =Componente normal del vector de esfuerzo nominal de tracción, t_s =Componente cortante del vector de esfuerzo nominal de tracción, $\langle t_n \rangle = \frac{1}{2}(t_n + \|t_n\|)$.

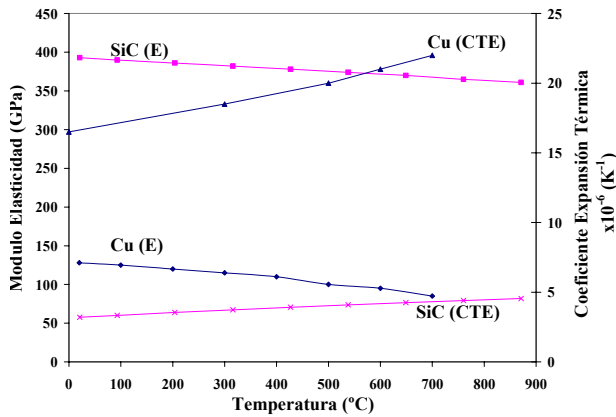


Figura 3. Modulo de Young y CTE.

El criterio de ley potencial es el más ampliamente utilizado para predecir la propagación de la delaminación bajo una carga en modo mixto [23]. La evolución de daño está basada en la energía disipada como resultado del proceso de daño, también llamado energía de fractura. La energía de fractura es igual al área bajo la curva tracción-desplazamiento. Este criterio establece que la condición de fallo en modo mixto está gobernada por la interacción potencial de las energías requeridas para causar la falla en forma individual:

$$\left\{ \frac{G_n}{G_n^c} \right\}^\alpha + \left\{ \frac{G_s}{G_s^c} \right\}^\alpha = 1 \quad (2)$$

donde: G_n =energía de adhesión normal, G_t =energía de adhesión tangencial, G_n^c =energía de adhesión crítica normal, G_s^c =energía de adhesión crítica tangencial.

Debido a los escasos datos experimentales, se utilizan los mismos valores de inicio de daño tanto para la tensión transversal como para la tensión tangencial. La resistencia máxima (t_m) y el desplazamiento crítico a lo largo de la dirección normal (δ_m) definen el comportamiento de fractura en la intercara. Las propiedades requeridas para definir el comportamiento de la intercara son: la rigidez del elemento (K), la tenacidad a la fractura (G_n^c , G_s^c), resistencia a la tensión normal (t_n), y la resistencia a tensión cortante (t_s).

4. PROPIEDAD DE LOS MATERIALES

El sistema estudiado corresponde a un material compuesto de matriz de cobre reforzado con fibra larga de carburo de silicio. El diámetro de la fibra SCS-6 es de 140 μm . Las propiedades del cobre y del SiC utilizados se indican en las gráficas 3 y 4. El coeficiente de Poisson empleado es de 0.3 y 0.25 para el Cobre y el SiC respectivamente. Tanto la fibra como la matriz son consideradas isotrópicas y homogéneas con propiedades dependientes de la temperatura. Además, se ha incorporado una subrutina de fluencia en la matriz, ya que la mayoría de los metales experimentan fluencia a temperaturas superiores de la mitad de la temperatura

absoluta de fusión ($T > 0.5T_m$), [25]. La ley potencial que describe el comportamiento de fluencia (creep) de la matriz de cobre sigue la expresión:

$$\dot{\varepsilon} = A \sigma^n \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (3)$$

donde: $\dot{\varepsilon}$ =Creep strain rate, σ =Esfuerzo (N/m^2), Q =Energía de activación, R =Constante de gas, T =Temperatura absoluta (K), n =Exponente, A =Constante

Los valores de energía de adhesión entre la fibra y la matriz se calcularon a partir de ensayos de empuje de fibra (push-out). La ecuación utilizada es la siguiente [26]:

$$G_i = \frac{B_2 R_f}{E_f} \left[\frac{(\tau_d - \tau_s) t}{R_f} \right]^2 \quad (4)$$

donde: G_i =resistencia de intercara (J/m^2), τ_d =resistencia a la desunión por esfuerzo cortante (MPa), τ_s =esfuerzo cortante en la interfase (fibra-matriz) (MPa), t =espesor de la muestra (m), B_2 =constante no-dimensional, R_f =radio de la fibra (m), E_f =modulo de Young de la fibra (MPa).

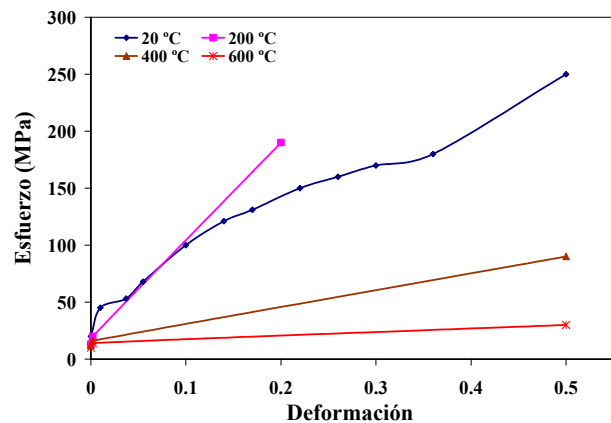


Figura 4. Plasticidad del cobre.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Esfuerzos Térmicos Residuales

Durante el proceso de fabricación, los materiales compuestos desarrollan esfuerzos residuales previos a la carga externa cuando experimentan enfriamiento desde la temperatura de manufactura (libre de tensiones residuales) hasta la temperatura ambiente. La causa se debe a la diferencia en el coeficiente de expansión térmico entre la matriz y el refuerzo. El presente modelo considera un enfriamiento de 900°C a 20°C. La carga térmica aplicada supone una distribución uniforme de la temperatura en todo el material compuesto. La figura 5 muestra la distribución de los esfuerzos radiales compresivos desarrollados en la intercara entre la fibra

y la matriz a 20°C. El máximo esfuerzo radial compresivo (distribución cuadrada de fibras) entre la fibra y la matriz es de 21.6 MPa en 0° y 90°, y el esfuerzo radial compresivo mínimo es de 20.8 MPa a 45°. Para el material compuesto con distribución de fibra hexagonal, el esfuerzo residual es de 21.7 MPa en 0° y 60°, y de 22.69 MPa. en 30° y 90°. Cuando el material compuesto de matriz de cobre reforzado con fibra de SiC se calienta hasta la temperatura de operación, 550°C, las tensiones tractivas que se generan entre la fibra y la matriz son pequeñas. En el caso de un material compuesto con disposición hexagonal de fibra, el máximo esfuerzo de tensión es de 7.88 MPa en 30° y 90°. Y el esfuerzo radial tractivo máximo, para un material compuesto con disposición cuadrada de fibra, es de 7.45 MPa, el cual se localiza en 0° y 90°, ambas disposiciones de fibra contienen 30% de SiC.

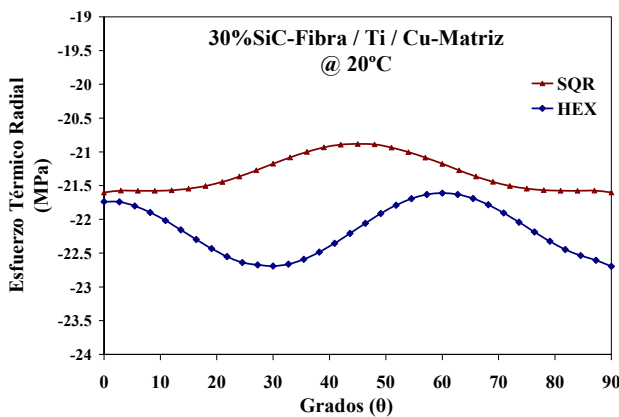


Figura 5. Distribución tensiones térmicas radiales.

5.2 Comportamiento con carga mecánica transversal

La carga mecánica transversal se aplica a la celda unitaria por medio de una carga concentrada sobre un nodo, al cual todos los nodos de ese lado de la celda unitaria están ligados por medio de una relación linear. El esfuerzo total (σ_c) y la correspondiente deformación total (ϵ_c) en la dirección transversal en el compuesto, son obtenidos promediando el esfuerzo y deformación en la celda unitaria:

$$\sigma_c = \frac{1}{N_c V_c} \left[\sum_k^{N_c} \sigma_{ck} V_{ck} \right] \tag{5}$$

$$\epsilon_c = \frac{1}{N_c V_c} \left[\sum_k^{N_c} \epsilon_{ck} V_{ck} \right] \tag{6}$$

donde: V_c =volumen total de la celda unitaria, σ_{ck} =esfuerzo promedio en la dirección de la tensión del k -ésimo elemento en la celda unitaria, ϵ_{ck} =deformación promedio del k -ésimo elemento en la celda unitaria y N_c =total de elementos de la celda unitaria.

A 20°C, la separación de la fibra y la matriz inicia en 0°, con una disposición de fibra cuadrada. El inicio de la separación en la intercara para una distribución hexagonal comprende desde 0° hasta 27°. En cuanto la grieta se forma, la distribución de la tensión es lo

suficientemente critica para asegurar su propagación, de forma que, la intercara continua separándose sin aumentar la carga transversal [14]. Por otra parte, la aplicación de una capa de titanio alrededor de la fibra, mejora la adhesión en la intercara, incrementando de 10 MPa a 50 MPa en promedio la resistencia del material compuesto a la tracción transversal, antes de cumplirse el criterio de daño establecido para la intercara.

5.3 Efecto de la fracción en volumen de fibra y su disposición dentro de la matriz

Como puede observarse en la figura 6, antes de presentarse la completa separación de la intercara, entre la fibra y la matriz, la elongación transversal total del material compuesto disminuye cuando el contenido de fibra en la matriz aumenta de 30% a 40%. La figura 7 muestra una comparación entre dos tipos de disposición de fibra, con una fracción en volumen de 30% de SiC: cuadrada (SQR) y hexagonal (HEX). El nivel de esfuerzo requerido para causar daño en la intercara, aplicando tensión transversal a 20°C, es de 64.75 MPa y 62.97 MPa para una disposición de fibra cuadrada y hexagonal, respectivamente. El material compuesto, con disposición cuadrada, experimenta mayor elongación antes de producirse el daño en la intercara.

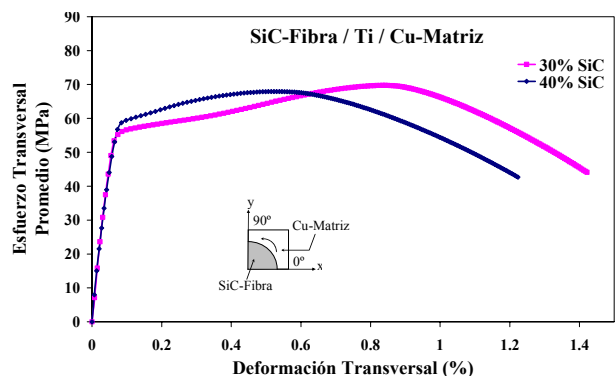


Figura 6. Curva esfuerzo-deformación transversal promedio: 30 y 40% de fibras a 20°C.

5.4 Efecto de la Temperatura en el comportamiento bajo carga transversal

El esfuerzo requerido (20°C), para producir separación entre la fibra y la matriz con disposición de fibra cuadrada y hexagonal, es de 44.1 MPa y 41.18 MPa, respectivamente. Cuando el material compuesto con disposición cuadrada de fibra experimenta un aumento de temperatura de 20°C a 550°C, la tensión necesaria para causar daño irreversible disminuye de 64.75 MPa a 52.32 MPa, pero, la deformación del material compuesto a 550°C es mucho más grande, antes de que exista separación entre la fibra y la matriz. La figura 8 muestra la gráfica esfuerzo-deformación a 20°C y 550°C. Por otra parte, el comportamiento de material compuesto a 550°C, con 30% y 40% de fibra (disposición cuadrada), se muestra en la figura 9. Se observa, también en este caso, que la mayor elongación del material se presenta con 30% de SiC. Además, como

se observa en la figura 10, el material compuesto con disposición de fibra hexagonal, presenta mayor deformación antes de la separación entre la fibra y la matriz. Por otra parte, la separación de la intercara, del material compuesto con distribución de fibra cuadrada, se produce en 18° y 9° para 30% y 40% de SiC respectivamente. El material compuesto con disposición de fibras hexagonal, comprende una zona de separación en la intercara más amplia, que abarca desde 0° hasta 16°. En la figura 11 se muestra el mallado de la celda unitaria (también se muestra la separación en la intercara entre la fibra y la matriz).

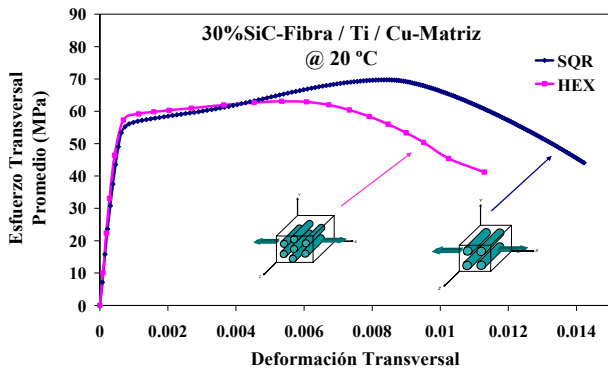


Figura 7. Efecto de la disposición de fibra en el material compuesto a temperatura ambiente.

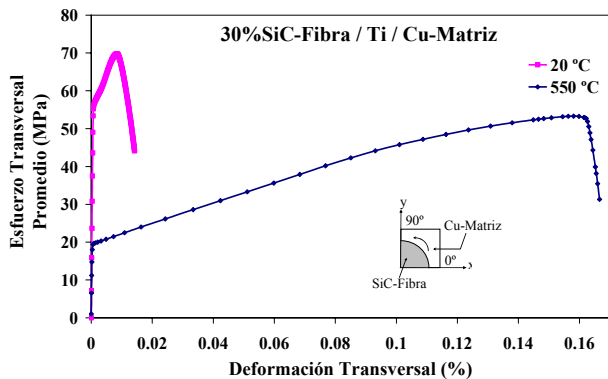


Figura 8. Gráfica esfuerzo-deformación: 30%SiC/Cu.

6. CONCLUSIONES

La ubicación de la tensión radial puede ser utilizada para identificar el lugar en donde se inicia el daño. Un factor interesante se refiere a la ubicación de los esfuerzos de tensión radiales máximos. Para el caso de una disposición de fibra cuadrada, los esfuerzos residuales compresivos disminuyen a medida que el porcentaje de fibra de SiC aumenta de 30 a 40% a 20°C. En el caso del material compuesto con disposición cuadrada, la separación de la fibra se ubica en 0°, y para el material compuesto con disposición hexagonal, comprende desde 0° hasta 27°, ambos casos con 30% de fibra de SiC (20°C). Cuando se incrementa la temperatura de 20°C a 550°C, la zona de separación de intercara, con disposición de fibra (SiC) hexagonal, disminuye, siendo de 0° a 16°. Los esfuerzos radiales

desarrollados a 550°C son insuficientes para causar daño irreversible en la intercara, por lo que por si mismos no puedan desarrollar fractura en la intercara. Posteriormente, al experimentar tensión transversal, la separación de la intercara se localiza a 9° y 18° en el material compuesto con 40% y 30% de SiC respectivamente, con disposición de fibra cuadrada. El inicio de separación del material con disposición hexagonal, comprende desde 0° hasta 16°, tanto al 30% como 40% de SiC, también a 550°C.

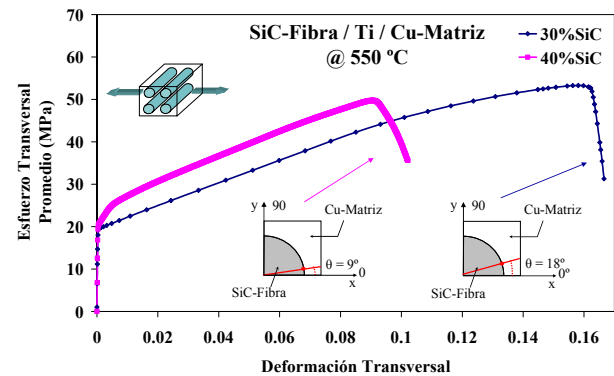


Figura 9. Esfuerzo-deformación del material compuesto reforzado con 30% y 40% de fibra.

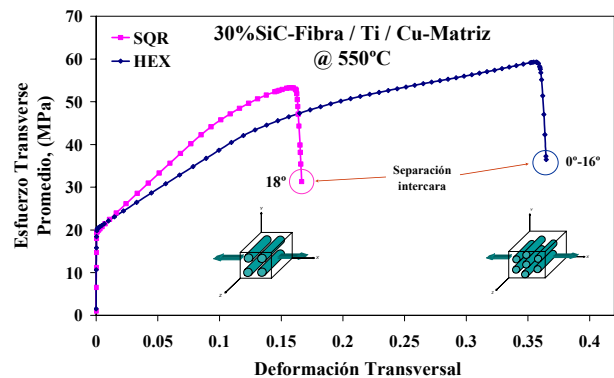


Figura 10. Respuesta a la tracción transversal a 550°C.

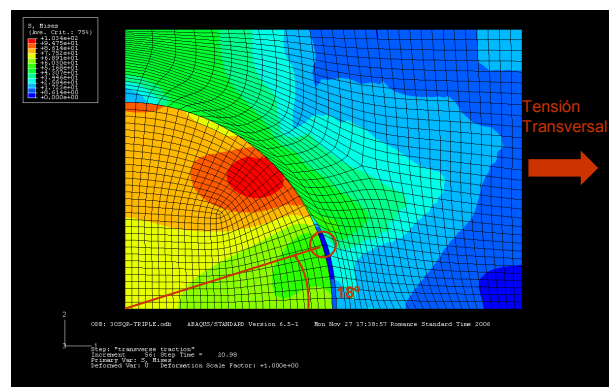


Figura 11. Distribución de esfuerzos von-Mises.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Comisión Europea por la financiación al Proyecto Integrado FP6 "ExtreMat" (Contract No. 500243-2), bajo el cual se ha

desarrollado el presente trabajo. Uno de los autores (AR) quiere agradecer a la Asociación de Amigos de la Universidad de Navarra por la beca recibida.

REFERENCIAS

- [1] Fietzick, H., *Specification of user requirements on Heat Sink Materials for Luncher Propulsion*. Internal communication. EXTREMAT Project, 2005.
- [2] Ma, Z.Y. and S.C. Tjong, *High temperature creep behavior of in-situ TiB₂ particulate reinforced copper-based composite*. Materials Science and Engineering A, 2000. **284**(1-2): p. 70-76.
- [3] McLean, M., *Creep deformation of metal--matrix composites*. Composites Science and Technology, 1985. **23**(1): p. 37-52.
- [4] Marshall, D.B., et al., *Transverse strengths and failure mechanisms in Ti₃Al matrix composites*. Acta Metallurgica et Materialia, 1994. **42**(8): p. 2657-2673.
- [5] Chawla, K.K., *Thermal fatigue damage in Borsic Al(6061) composites*. Journal of Materials Science Letter, 1976. **11**: p. 1567-1569.
- [6] Yoda, S., et al., *Thermal cycling-induced deformation of fibrous composites with particular reference to the tungsten-copper system*. Metallurgical Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science), 1978. **9A**(9): p. 1229-1236.
- [7] Akser, E.O. and K.-L. Choy, *Finite element analysis of the stress distribution in a thermally and transversely loaded Ti-6Al-4V/SiC fibre composite*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2001. **32**(2): p. 243-251.
- [8] Wilkinson, A.J., *Interfacial stresses in a continuous fibre metal matrix composite*. Scripta Metallurgica et Materialia, 1992. **26**(3): p. 387-392.
- [9] Zywickz, E. and D.M. Parks, *Thermo-viscoplastic residual stresses in metal matrix composites*. Composites Science and Technology, 1988. **33**(4): p. 295-315.
- [10] Shaw, L.L. and D.B. Miracle, *Effects of an interfacial region on the transverse behavior of metal-matrix composites--A finite element analysis*. Acta Materialia, 1996. **44**(5): p. 2043-2055.
- [11] Nimmer, R.P., et al., *Micromechanical modeling of fiber/matrix interface effects in transversely loaded SiC/Ti-6-4 metal matrix composites*. Journal of Composites Technology & Research, 1991. **13**(1): p. 3-13.
- [12] Nimmer, R.P., *Fiber-matrix interface effects in the presence of thermally induced residual stresses*. Journal of Composites Technology & Research, 1990. **12**(2): p. 65-75.
- [13] Li, D.S. and M.R. Wisnom, *Factors controlling the transverse tensile properties of unidirectional SiC/Ti-6Al-4V*. Composites Engineering, 1995. **5**(3): p. 235-255.
- [14] Wisnom, M.R., *Factors affecting the transverse tensile strength of unidirectional continuous silicon carbide fibre reinforced 6061 aluminium*. Journal of Composite Materials, 1990. **24**(7): p. 707-726.
- [15] Li, D.S. and M.R. Wisnom, *Micromechanical modelling of SCS-6 fibre-reinforced Ti-6Al-4V under transverse tension-effect of fibre coating*. Journal of Composite Materials, 1996. **30**(5): p. 561-588.
- [16] Ding, W. and P. Bowen, *Micromechanical modeling of unidirectional continuous sigma fiber-reinforced Ti-6Al-4V subjected to transverse tensile loading*. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2002. **33**(9): p. 3045-3054.
- [17] Zhang, H., K.T. Ramesh, and E.S.C. Chin, *Effects of interfacial debonding on the rate-dependent response of metal matrix composites*. Acta Materialia, 2005. **53**(17): p. 4687-4700.
- [18] Aghdam, M.M. and S.R. Falahatgar, *Micromechanical modeling of interface damage of metal matrix composites subjected to transverse loading*. Composite Structures. Twelfth International Conference on Composite Structures, 2004. **66**(1-4): p. 415-420.
- [19] Balasivanandha Prabu, S., L. Karunamoorthy, and G.S. Kandasami, *A finite element analysis study of micromechanical interfacial characteristics of metal matrix composites*. Journal of Materials Processing Technology. Proceedings of the International Conference in Advances in Materials and Processing Technologies, 2004. **153-154**: p. 992-997.
- [20] Chandra, N. and C.R. Ananth, *Analysis of interfacial behavior in MMCs and IMCs by the use of thin-slice push-out tests*. Composites Science and Technology, 1995. **54**(1): p. 87-100.
- [21] ABAQUS, *Versión 6.5-1. Hibbit, Karlsson and Sorensen Inc*. 2004.
- [22] Turon, A., et al., *A damage model for the simulation of delamination in advanced composites under variable-mode loading*. Mechanics of Materials, 2006. **38**(11): p. 1072-1089.
- [23] Camanho, P.P., C.G. Davila, and M.F. de Moura, *Numerical Simulation of Mixed-Mode Progressive Delamination in Composite Materials*. 10.1177/0021998303034505. Journal of Composite Materials, 2003. **37**(16): p. 1415-1438.
- [24] Alfano, G. and M.A. Crisfield, *Finite element interface models for the delamination analysis of laminated composites: Mechanical and computational issues*. International Journal for Numerical Methods in Engineering, 2001. **50**(7): p. 1701-1736.
- [25] Wilshire, B., *Observations, Theories, and Predictions of High-Temperature Creep Behavior*. Metallurgical & Materials Transactions A, 2002. **33**: p. 241-248.
- [26] Osborne, D., N. Chandra, and H. Ghonem, *Interphase behavior of titanium matrix composites at elevated temperature*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2001. **32**(3-4): p. 545-553.

ESTUDIO NUMÉRICO DE LA INFLUENCIA DE LA UNIÓN FIBRA-MATRIZ EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL GRC

A. Enfedaque, V. Sánchez Gálvez

Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.
aenfedaque@mater.upm.es
vsanchez@mater.upm.es

RESUMEN

El uso de morteros reforzados con fibras de vidrio se ha visto limitado a usos no estructurales debido a la fragilización del material con el paso del tiempo. Para mejorar el material e impulsar su utilización con fines estructurales se deben conocer los comportamientos mecánicos y micromecánicos de fractura en este material. Se analizará el comportamiento del material sometido a tracción uniaxial, con un esquema de fibras largas alineadas en la dirección de la carga, mediante simulaciones numéricas. Con este esquema simplificado se ha conseguido obtener un comportamiento análogo al del material real cuando se utilizan leyes de ablandamiento de tipo exponencial para la simulación del proceso de fisuración en la matriz de cemento, se ha comprobado el valor de la energía de fractura de la intercara fibra-matriz tanto del material joven como envejecido y se ha probado la limitada influencia de la resistencia máxima a tracción de la intercara fibra-matriz en el comportamiento del material.

ABSTRACT

The use of glass fibre reinforced cement has been limited to non structural uses due to the material's fragilization as time goes. To improve the material properties and trying to use it in structures, macromechanical and micromechanical fracture behaviours must be well known. To achieve this we propose to analyse its behaviour by means of numerical simulation of models with long fibres aligned in load direction. With this model real material behaviour using exponential softening laws in the fracture process in cement has been achieved, it has been checked the validity of fracture energy values in the interface fibre-matrix not only for young material but also for aged material and it has been proved the limited influence of fibre-matrix's tensile strength in the behaviour of this material

PALABRAS CLAVE: GRC, intercara, fractura.

1. INTRODUCCIÓN

El GRC (glass fibre reinforced cement) es un material de construcción que está formado por la unión de dos materiales con propiedades muy diferentes: mortero de cemento y fibras de vidrio cortas proyectadas, de forma aleatoria en dos dimensiones, junto con el mortero [1]. Las propiedades mecánicas del mortero de cemento se caracterizan por su alta resistencia a compresión y su baja resistencia a tracción así como su baja ductilidad [2]. En el caso de las fibras de vidrio su mayor virtud es su alto módulo de elasticidad junto a su gran resistencia a tracción. Así pues mediante la configuración de un material compuesto surgido de la unión de ambos se tiene un material resistente a compresión, propiedad que da el mortero de cemento, y con una resistencia a tracción y ductilidad mucho más alta de lo que tenía el mortero solo, lo que se debe a las propiedades de las fibras cortas introducidas.

El empleo de este material en edificación y obra civil se ha restringido a su aplicación como elemento no portante (cerramiento de fachadas, encofrado perdido,

revestimiento de túneles, barreras acústicas etc.) ya que la evolución de sus propiedades resistentes con el paso del tiempo incluye una grave pérdida de ductilidad, acompañada por una pérdida de resistencia a tracción. Estos problemas se han empezado a solucionar mediante la adición de productos químicos a la pasta de cemento y debido a esto se ha comenzado a considerar la posibilidad de utilización de este material como elemento portante estructural [3,4,5].

Por las razones y características del material anteriormente descritas surge el interés de un estudio más profundo del comportamiento mecánico del material, tanto de sus propiedades estáticas como de sus propiedades dinámicas.

Debido a la gran complejidad que entraña la simulación de un material compuesto con fibras cortas dispuestas de manera aleatoria, se va a estudiar la posible aplicación de modelos de fibras largas alineadas como simplificación del problema real.

En el campo de los materiales compuestos, un problema clásico es el estudio de materiales reforzados con fibras largas y alineadas en la dirección de carga. Sin embargo

la aplicación que han tenido estas técnicas en la mayoría de los casos se han restringido a los compuestos de matrices poliméricas reforzados con fibras, tanto metálicas como de materiales cerámicos, de mejores propiedades mecánicas. El estudio del comportamiento de compuestos de matrices cementicias entraña una mayor dificultad debido a la variación de las propiedades de la matriz.

2. GENERACION DE LOS MODELOS

El material que se utiliza en construcción se fabrica en forma de paneles de dimensiones variables de un espesor aproximado de 10 mm. En general se trata de un material compuesto en el que el mortero de cemento se encuentra con una fracción volumétrica del 95%, a la que se suele incorporar algún aditivo, y por tanto el volumen de fibra de vidrio que se añade será del orden del 5%. Según la literatura [6] esta fracción volumétrica es también la que da mayores resistencias y mejores propiedades mecánicas.

La geometría de los modelos será rectangular ya que esta es la que se emplea más comúnmente en la industria y la más adecuada para los ensayos de tracción simple. Se realizará el estudio de modelos en dos dimensiones en el que las fibras se encuentran alineadas en la dirección de la carga y están dispuestas a distancias iguales y de modelos en los que las fibras se han dispuesto aleatoriamente.

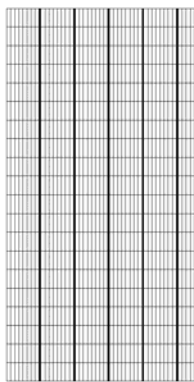


Figura 1. Modelo con 5 fibras distribuidas a distancias iguales.

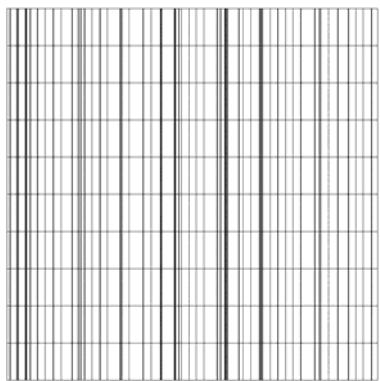


Figura 2. Modelo con 40 fibras distribuidas aleatoriamente.

3. ELEMENTOS DE INTERCARA

Para la simulación de los enlaces que se producen entre las fibras y la matriz de cemento se introducen elementos de intercara entre los distintos materiales. Esto también se realiza en el extremo inferior del modelo de manera que los elementos de intercara que se introducen tienen como función representar el proceso de fisuración de la matriz de mortero de cemento o bien de la rotura frágil de las fibras.

Los elementos de intercara usados son una modificación de elementos en 3D [7]. Se ha realizado una adaptación de los mismos a dos dimensiones.

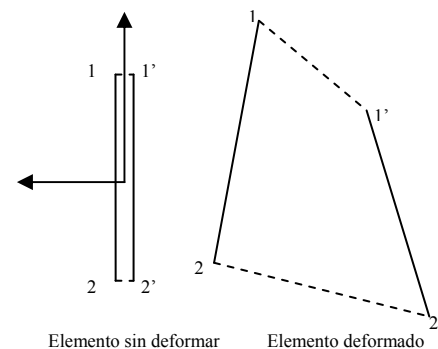


Figura 3. Esquema elemento intercara.

El comportamiento de estos elementos está caracterizado por sufrir daño en el caso que se produzcan aperturas en la dirección normal del elemento en sentido de la tracción o bien por apertura tangencial. Se tiene en cuenta un parámetro de daño que es el módulo de las aperturas (normal en sentido de la tracción y tangencial) que sufre el elemento. En el caso de que el elemento esté comprimido este se comportará con una gran rigidez que evitará que se deforme de forma apreciable y por tanto el elemento transmitirá las tensiones íntegras de un lado a otro de la intercara. En el caso de que el elemento alcance la resistencia máxima a tracción se iniciará la descarga del mismo según diferentes leyes de ablandamiento que han sido programadas como una modificación del elemento anteriormente citado.

4. LEYES DE ABLANDAMIENTO

Las leyes de ablandamiento con las que se simula la fisuración del mortero de cemento son cuatro: triangular, bilineal, ley CHR y ley ELT. La ley de ablandamiento triangular es la forma más sencilla que puede tener una ley de ablandamiento. La ley bilineal es una mejora de la ley de ablandamiento triangular que se adapta, a pesar de su sencillez, con bastante fiabilidad al comportamiento real. La ley CHR es una función de tipo exponencial. La ecuación que expresa matemáticamente la curva viene reflejada a continuación.

$$\sigma = (1 + 0.199 \cdot w^3) \cdot e^{1.35 \cdot w} \cdot 0.00533 \cdot w \quad (1)$$

La curva ELT (extra long tail) [8] se caracteriza por tener una rama de descarga muy larga y por tanto la influencia de las intercaras se prolonga más durante las simulaciones. La ecuación que refleja la forma de esta curva de ablandamiento es:

$$\sigma = 0.075 - 0.00652 \cdot w + 0.9250 \cdot e^{-1.614 \cdot w} \quad (2)$$

El aspecto que tienen estas curvas de ablandamiento se puede ver en la figura 4

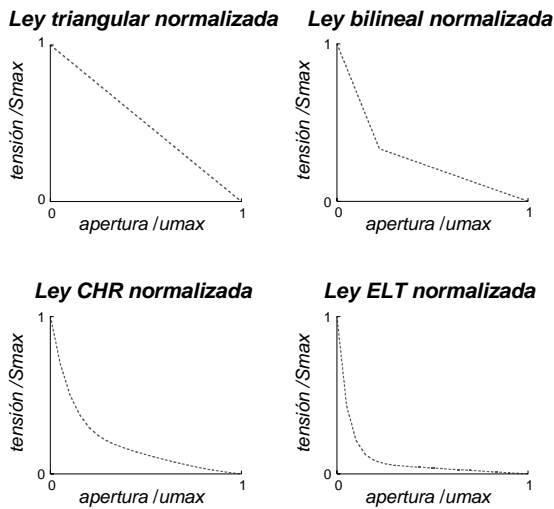


Figura 4. Curvas de ablandamiento.

Al variar las leyes de ablandamiento propuestas, no cambia la energía de fractura total del elemento sino que modificamos las tasas de disipación de energía en el interior del elemento para una energía de fractura dada, por lo tanto haremos que el elemento tenga un comportamiento más frágil o más dúctil.

Los datos disponibles de los enlaces que se forman entre las fibras y la matriz son escasos y de difícil predicción por lo que se limitó el uso de las leyes de ablandamiento al caso de la ley de ablandamiento triangular.

5. CONDICIONES DE CONTORNO

El modelo con disposición uniforme de las fibras tiene dos ejes de simetría, eje horizontal y eje vertical, estos coinciden con el lado inferior del modelo y con el lado derecho del mismo respectivamente. El eje de simetría horizontal tendrá coaccionado su movimiento en el sentido vertical. El eje de simetría vertical tendrá impedido el movimiento en sentido horizontal lo cual queda reflejado en el modelo con la imposición de desplazamiento horizontal cero para los nodos de la matriz que estén en contacto con dicho eje.

En el modelo con fibras distribuidas de manera aleatoria se han fijado como apoyos los nodos de la cara inferior de los elementos de intercara, los cuales están situados

en el eje de simetría, coaccionándolos para impedir el movimiento vertical de los mismos.

En ambos modelos se ha fijado como condición adicional, necesaria para simular un ensayo a tracción que todos los nodos del lado superior del modelo tengan el mismo desplazamiento vertical.

En el lado superior del modelo se impondrá un desplazamiento vertical que simulará el movimiento del extremo de la probeta durante el ensayo de tracción.

6. PROPIEDADES INTRODUCIDAS EN EL MODELO

Los materiales tanto de la matriz como de las fibras se han supuesto elásticos y lineales. Así pues los únicos parámetros que necesitamos introducir en el modelo son el módulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson.

Las propiedades de los materiales constituyentes del GRC relevantes para este trabajo se resumen en la tabla 1 [6]:

Tabla 1. Propiedades de los materiales

	Fibra de vidrio AR	Mortero de cemento Pórtland
Módulo de elasticidad (GPa)	75.5	20
Resistencia a tracción (MPa)	1600	2
Coefficiente Poisson	0.2	0.3

En el caso de las propiedades que se han de dar a los elementos que simulan las intercaras, los datos que necesitamos son la energía de fractura y la resistencia máxima a tracción. En el caso de la simulación de la fisuración del mortero de cemento se tomó como energía de fractura 10 J/m² y como resistencia máxima a tracción, la que posee el mortero, 2 MPa. En el caso de las propiedades de la intercara fibra-matriz, asignar unos valores no es sencillo puesto que con el paso del tiempo los productos de la hidratación del cemento se van introduciendo dentro de los haces de filamentos que forman las fibras [6]. Teniendo en cuenta esto se partió de una resistencia máxima a tracción de 1 MPa [9]. Dado que los productos de la hidratación son de naturaleza cementícea se ha tomado una energía de fractura de 10 J/m².

7. RESULTADOS DE LAS SIMULACIONES EN FUNCIÓN DE LA LEY DE ABLANDAMIENTO EMPLEADA EN LA FISURACIÓN DE LA MATRIZ

Los resultados que se han obtenido en los modelos que tienen una disposición de fibras uniforme se pueden ver en la figura 5.

El comportamiento de los modelos en la zona en la que se produce la fisuración de la matriz está gobernado por las características de los elementos de intercara. Estos elementos son totalmente rígidos hasta que alcanzan su tensión máxima; a partir de entonces se descargan según la ley de ablandamiento correspondiente.

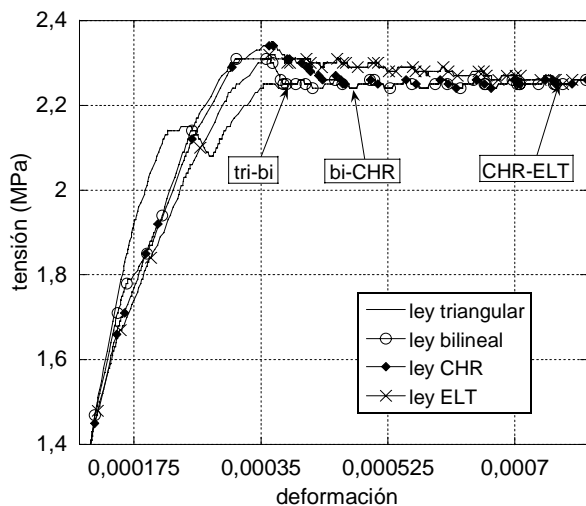


Figura 5. Comparación de comportamiento en modelos con fibras dispuestas a espacios iguales en función de la ley de ablandamiento empleada.

Las diferencias aparecen cuando la matriz se fisura puesto que es en esta zona en la que tiene influencia la pendiente de la curva de ablandamiento así como el valor de u_{max} . Se puede apreciar en la grafica tensión-deformación como a mayor u_{max} de la ley de ablandamiento, mayor zona de influencia de la fisuración de la matriz en el comportamiento del material. Así la influencia de las leyes de tipo exponencial como son la CHR y la ELT llega casi hasta la zona de comportamiento que está gobernada por la fracción volumétrica de fibras. Se destacan en la figura los puntos a partir de los cuales el comportamiento de los modelos es independiente de las leyes de ablandamiento adoptadas.

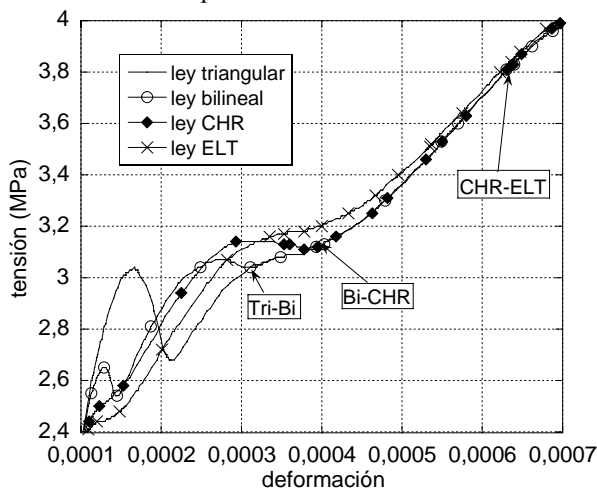


Figura 6. Comparación de comportamiento en modelos con fibras dispuestas aleatoriamente en función de la ley de ablandamiento empleada

El comportamiento de los modelos realizados con fibras dispuestas aleatoriamente se puede ver en la figura 6

Los resultados obtenidos son análogos a los que se consiguieron con los modelos con fibras distribuidas a distancias uniformes.

La influencia en ambos casos está limitada por el valor de u_{max} de los elementos de intercara (y por lo tanto por el tipo de ley usada) y no está influenciado por el tipo de modelo que utilizemos ya sea un modelo de fibras largas alineadas dispuestas de forma aleatoria o bien un modelo de fibras largas dispuestas a distancia constante. Se puede apreciar esto con claridad comparando los valores de la deformación para los cuales las leyes de ablandamiento dejan de tener influencia.

Hay que destacar que los resultados obtenidos en las simulaciones en las cuales se han utilizado fibras dispuestas aleatoriamente y leyes de ablandamiento de tipo exponencial dan resultados mucho más cercanos al comportamiento real del material que cuando se emplean fibras dispuestas a espacios iguales o leyes de ablandamiento no exponenciales.

8. COMPARACIÓN DE COMPORTAMIENTO DE MODELOS CON DISPOSICIÓN ALEATORIA DE FIBRAS E IGUAL NÚMERO DE FIBRAS

Para dar validez a los resultados que se obtienen en las simulaciones con este modelo simplificado, se ha de conocer como cambia el comportamiento del material compuesto según sea la disposición de las fibras dentro de la matriz. Compararemos el comportamiento de modelos con igual número de fibras sin variar la ley de ablandamiento que gobierna el comportamiento de los elementos de intercara de la matriz. En las simulaciones usaremos las leyes de ablandamiento de tipo exponencial, CHR y ELT, puesto que como se ha indicado en el epígrafe anterior son estas las que dan al modelo un comportamiento más cercano al del material real.

En el caso de las simulaciones con dos fibras los resultados obtenidos se ven en la figura 7.

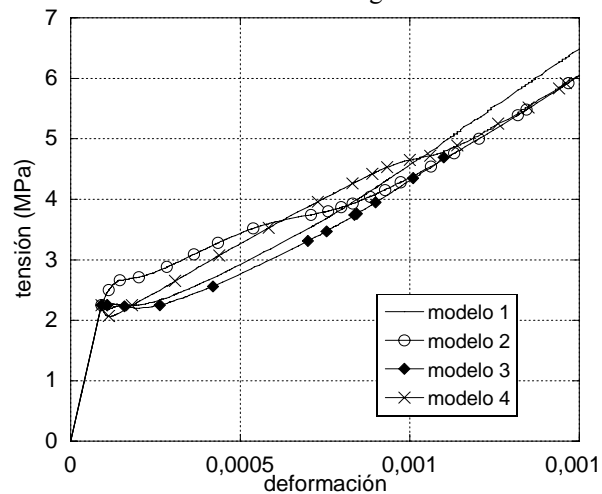


Figura 7. Comparación comportamiento de modelos con el mismo número de fibras

Las diferencias que se aprecian entre los distintos modelos, son pequeñas y se producen en los tramos en los que tienen influencia los elementos de intercara de la matriz ya que una vez que se ha producido la rotura total de estos el comportamiento queda gobernado por la fracción volumétrica de fibras. Esto implica que las diferencias que existen entre los distintos modelos se basan en las diferencias que surgen a causa de la distribución más o menos homogénea de las fibras en el modelo. Podemos afirmar entonces que la distribución de fibras más homogénea es la del modelo 2 mientras que en el resto de los casos las distribuciones son similares; lo que no significa que se encuentren en las mismas posiciones pero sí que los tramos de matriz que se encuentran sin reforzar tendrán longitudes análogas. Esto se puede apreciar en la figuras 8 y 9 donde se muestran las disposiciones de las fibras en los modelos.

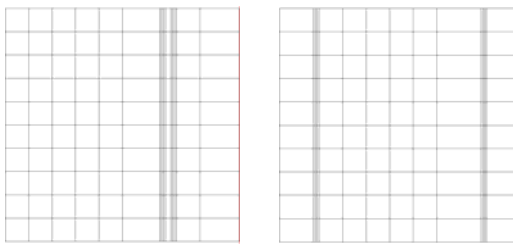


Figura 8. Modelos 1 y 2.

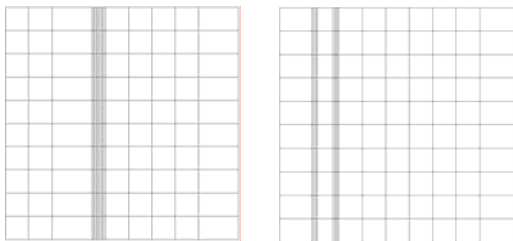


Figura 9. Modelos 3 y 4.

9. ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DEL MATERIAL EN FUNCIÓN DE LA ENERGÍA DE FRACTURA DE LA INTERCARA FIBRA-MATRIZ

La energía de fractura de la intercara fibra-matriz se supuso igual a la que tienen en general los compuestos de cemento o sea, 10 J/m^2 . Debido a las características que tienen los enlaces fibras-matriz (dificultad de determinar el área de contacto, fragilidad del enlace químico fibra-matriz, carácter alcalino de la matriz, evolución de las características del enlace con el tiempo, etc.) este dato no puede darse por cierto sin realizar las comprobaciones pertinentes. Así pues se realizó un estudio del comportamiento de los modelos de fibras largas alineadas, dispuestas aleatoriamente, en los que se varió la energía de fractura de las intercara, manteniendo el valor de la resistencia máxima a tracción. Las variaciones de la energía estarán dentro de un intervalo que tendrá como máximo la energía de fractura del resto de la matriz de cemento y como mínimo el 25% de la misma. Teniendo en cuenta esto

las simulaciones se realizarán con las energías de fractura que se muestran en la tabla 2:

Tabla 2. Variación de la energía de fractura de la intercara fibra-matriz.

Γ_{\max}	10 J/m^2
$75\% \Gamma_{\max}$	7.5 J/m^2
$50\% \Gamma_{\max}$	5.0 J/m^2
$25\% \Gamma_{\max}$	2.5 J/m^2

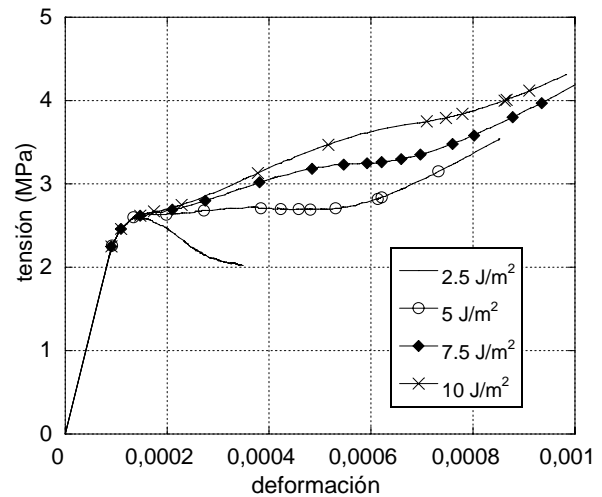


Figura 10. Comparación de comportamiento para un modelo G no constante.

En la figura 10 se puede ver cómo al reducir la energía de fractura de los elementos de intercara fibra-matriz hasta 2.5 J/m^2 el material una vez fisurado no es capaz de repartir la carga que soportaba la matriz antes de su fisuración y colapsa. En los demás casos las tensiones que tenía la matriz sí son transmitidas a las fibras a través de los enlaces fibra-matriz pero la zona de transición que une la rama de la curva elástica con la que está gobernada por el contenido volumétrico de fibras es sensiblemente más tendida según se reduce la energía de fractura. Por lo tanto se consigue reproducir el comportamiento del material envejecido caracterizado por la fragilización y por una acusada pérdida de ductilidad.

10. ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LA RESISTENCIA MÁXIMA A TRACCIÓN DE LA INTERCARA FIBRA-MATRIZ

Los resultados que obtuvieron en estudios experimentales sobre la resistencia máxima a tracción de los enlaces fibra-matriz [9,10] no son concluyentes en modo alguno. Esto se debe a la dificultad que entraña la realización de un ensayo de arrancamiento de una fibra no monolítica, formada por alrededor de unos 200 filamentos, que se encuentra embebida en el interior de la matriz de mortero de cemento. Puesto que tampoco existe una norma que regule este tipo de ensayos, en el caso de la fibra de vidrio, lo más prudente es comprobar

que los datos elegidos para las simulaciones dan resultados que se aproximen a la realidad.

Así pues se realizaron una serie de simulaciones en las que se emplearon modelos con fibras dispuestas aleatoriamente y en donde la resistencia máxima de la intercara varía manteniendo constante la energía de fractura de la intercara fibra-matriz. Los valores de las resistencias máximas a tracción de la intercara se pueden ver en la tabla 3.

Tabla 3. Variación de la tensión máxima de la intercara fibra-matriz.

S_{Purnell}	1 MPa
120% S_{Purnell}	1.2 MPa
80% S_{Purnell}	0.8 MPa

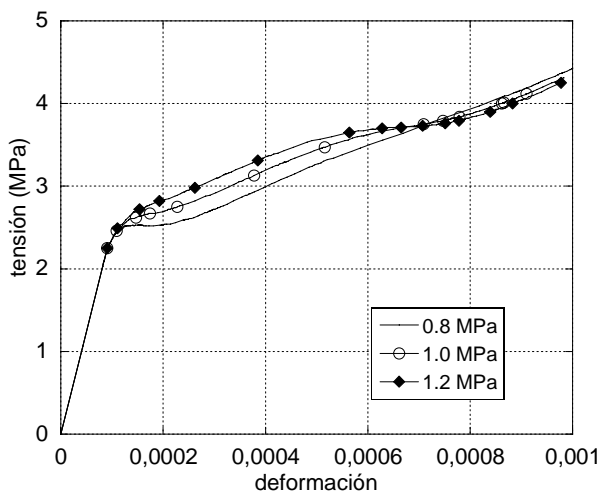


Figura 11. Comparación de comportamiento cambiando S_{max} con G constante;

En la figura 11 se ven los diferentes comportamientos que tienen los modelos y se aprecia como a mayor resistencia a tracción a mayor tensión se produce la transición entre la rama elástica y a la rama de transición; sin embargo puesto que la energía de fractura en estos casos es constante el variar la S_{max} provoca que el u_{max} varíe también; así a menor S_{max} , u_{max} será mayor y por lo tanto la rama de transición de la gráfica tensión-deformación será más larga. De cualquier forma las variaciones de comportamiento que se aprecian entre los distintos modelos son sutiles si se comparan con el efecto que tienen los cambios de energía de fractura en el comportamiento del modelo.

11. CONCLUSIONES

Mediante los modelos con fibras largas alineadas se pueden realizar cálculos que se aproximen al comportamiento real a tracción de un material de las características del GRC.

Se ha evidenciado la idoneidad de utilizar con leyes de ablandamiento de tipo exponencial para la simulación del proceso de fisuración en la matriz de cemento.

Se ha comprobado el valor de la energía de fractura de la intercara fibra-matriz y se tiene una herramienta para simular el comportamiento del material envejecido.

Se comprueba que la influencia en el comportamiento del modelo de la resistencia máxima a tracción de la intercara fibra-matriz no es demasiado acusada

12. REFERENCIAS

- [1] Sánchez Paradela L. y Sánchez-Gálvez V. *Los cementos reforzados con fibras de vidrio*, Hormigón y Acero, V.173, 4º trimestre 1989, pp.113-126.
- [2] Sánchez Paradela L. y Sánchez-Gálvez V. "Comportamiento a tracción de cementos reforzados con fibras de vidrio", Informes de la construcción, V.43, número 413, Mayo-Junio 1991 pp.77-89
- [3] Cian, D. y Della Bella, B., *Structural applications of GRC for Precast floors*, GRC Congress 2001.
- [4] Cian, D. y Della Bella. *GRC Precast elements for extralight self-supporting floors in offices and residential buildings*. Artículo número 12. Proc. del 12º congreso de la GRCA. Octubre 2003. Barcelona, España
- [5] Della Bella, M. y Cian, D. *Extra Light GRC sandwich elements for roofing in industrial buildings* Artículo número 8. Proc. del 12º congreso de la GRCA. Octubre 2003. Barcelona, España
- [6] Majumdar, A.J. y Laws, V. *Glass fibre reinforced cement*, BSP Professional Books, Oxford, 1991.
- [7] Segurado, J. y Llorca, J. "A new three dimensional interface finite element to simulate fracture in composites", International journal of solids and structures, 2004.
- [8] Planas, J. y Elices M. "Shrinkage eigenstresses and structural size-effect", Fracture mechanics of concrete structures, Z.P.Bazant, ed., Elsevier Applied science, 1992
- [9] Purnell, P. et al. *Accelerated ageing characteristics of glass fibre reinforced cement made with new cementitious matrices*, Composites 1999.
- [10] Bartos, P.J.M. *Assessment of interfacial microstructure and bond properties in aged GRC using a novel microindentation method*, Cement and concrete research 1997.

CONTACT BEHAVIOUR UNDER MONOTONIC AND CYCLIC LOADS OF WC-Co/TiN SYSTEMS**E. Tarrés, F. Montalan, Y. Gaillard and L. Llanes***

Department of Material Science and Metallurgical Engineering, E.T.S.E.I.B., Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona, Spain.

*E-mail: luis.miguel.llanes@upc.edu

RESUMEN

En aplicaciones como la conformación en frío, donde los metales duros recubiertos con películas de naturaleza cerámica son ampliamente empleados, la existencia de un contacto mecánico repetitivo induce tensiones Hertzianas y origina el fallo por fatiga. En este trabajo, se investiga un recubrimiento de TiN depositado por PVD sobre dos calidades diferentes de metal duro para evaluar su respuesta al contacto y comportamiento a fatiga. El estudio monotónico se realiza utilizando indentadores esféricos de carburo cementado con diferentes radios de curvatura y se centra en la determinación de las curvas tensión - deformación de indentación y la carga crítica para la aparición de daño. Este análisis mecánico se complementa con una inspección detallada del daño generado en profundidad y superficie. Los resultados obtenidos muestran que 1) la película cerámica retrasa el inicio de la cedencia plástica, 2) la deformación plástica global está controlada, sin embargo, por la deformación del sustrato y 3) grietas circulares nucleadas en la película de TiN para cargas elevadas durante el régimen plástico. Además, la aparición de las mismas es sensible a la fatiga por contacto.

ABSTRACT

In applications like cold forming, where ceramic - coated hardmetals are implemented, repetitive mechanical contact induces Hertzian pressures and causes fatigue failure. In this work, a TiN coating deposited by PVD onto two different hardmetal grades is investigated to evaluate its contact response and fatigue behaviour. The monotonic study is performed using spherical cemented carbide indenters of different curvature radii and it is focused on determining the indentation stress - strain curves and the critical load for damage appearance. This mechanical analysis is complemented with a thorough inspection of the damage generated in depth and at the surface. The results obtained show that 1) the ceramic film induces a delay of the plastic yielding onset, 2) the whole plastic deformation is, however, controlled by substrate deformation and 3) circular cracks are nucleated in the TiN films at high loads during the plastic regime. Furthermore, their emergence is sensitive to contact fatigue.

KEYWORDS: Spherical Contact Fatigue, TiN Coatings, Hardmetals.**1. INTRODUCTION**

Hardmetals belong to a class of composite materials, in which hard particles, tungsten carbide (WC), are bound together by a soft and ductile metal binder, cobalt (Co). The particular resulting microstructure yields an extraordinary combination of mechanical properties, allowing the use of these materials in a wide range of applications (mining, rock drilling, structural components). Within this context, the role of hardmetals in metal cutting and forming tools is remarkable, the corresponding components being here subjected to a complex state of loading (impact, mechanical contact, wear, etc.) that determines their lifetime [1,2].

Hence, the need to extend the lifetime of parts and/or, for example, minimize the use of lubricants in order to reduce the time, maintenance and manufacture costs has led to coat some base materials, among them hardmetals, with different thin films or coatings. In these cases, the effective mechanical response of the components depends not only on the intrinsic properties of both

substrate and coating, but also on the nature and strength of the interface.

In service, the contact between coated ceramic or hardmetal based parts and curved surfaces represents an important means of loading. In this regard, it is well known that the Hertzian test (spherical indentation) allows one to identify different loading damage modes as quasiplasticity in the substrate and coating as well as brittle fracture (ring, cone and/or radial cracks) in the latter, depending on their respective stiffness, the film thickness - curvature radius of the indenter ratio and the applied load [3-5].

Some substrate - coating systems have been previously investigated using impact tests [6-8], which generate a stress field similar to the one from Hertzian tests. In such tests, a dynamic load is applied to a hard ball that impacts repetitively the coating surface with the purpose of reproducing the conditions encountered by cutting or cold forming tools in service and determining quantitatively the contact fatigue behaviour of the sets.

Nonetheless, these studies have been mainly focused on examining several coatings deposited onto one base material, without considering the diverse responses that may result from different substrates. In addition to this, the results are usually presented in terms of applied load, instead of applied stress, vs. number of cycles and consequently, a direct comparison of sets is not possible.

Following the above ideas, the aim of the present work is to study the different damage modes induced by spherical contact in two systems hardmetal – TiN coating. In doing so, particular attention is paid 1) to assess the substrate influence in the whole system behaviour, 2) to establish the critical damage appearance criterion in terms of applied stress, and 3) to evaluate the contact fatigue influence over this damage emergence.

2. EXPERIMENTAL DETAILS

Two commercial grades of hardmetal, WC-Co (table 1), coated with TiN (table 2) by PVD were studied. Prior to the industrial deposition, prismatic samples of cemented carbide were ground and polished.

Table 1. Microstructural parameters (weight percentage of metal binder, Co, and grain size of the ceramic phase, WC) and mechanical properties of the two hardmetal grades used in this study [9]

	10F	18C
% wt Co	10.0	18.0
d_{WC} (mm)	0.50	1.66
HV20 (GPa)	14.5	9.6
K_{Ic} (MPavm)	9.2	14.7
E (GPa)	541	465
s_r (MPa)	2742	2629

Table 2. Coating thickness and hardness [10], the latter determined by nanoindentation

	TiN (10F)	TiN (18C)
t (mm)	3.7	3.9
H (GPa)	29.5	30.4

2.1. Monotonic Spherical Indentation

Tests focused on obtaining the indentation stress - strain curves and the critical load for damage appearance of these systems were carried out in air, applying monotonic loads, P , between 10 and 4000 N in a universal testing machine INSTRON Model 8511. Spherical indenters of WC-Ni with 0.5, 1.25 and 2.5 mm curvature radius were used. From the imprints, the residual radius, a , was measured for each indentation by optical microscopy.

In order to observe the subsurface indentation damage, the following procedure [11] was applied:

1. A ground and polished substrate was cut lengthwise and the resulting pieces were PVD coated on the polished surface.
2. The two parts were put into a mould of bakelite, with the coated sides facing each other, and the ensuing surface, perpendicular to the substrate – coating / coating – substrate interfaces, was ground and polished.
3. The above mould was then broken mechanically and, once more, the two halves were put into a mould of bakelite, with the newly polished surfaces bonding face-to-face.
4. The coated surface was indented (1.25 mm curvature radius indenter) symmetrically across the surface trace on the interface, applying 500, 625, 1000, 1250 and 1500 N.
5. Finally, the bakelite was broken mechanically again and indentation surfaces and cross sections were examined using optical and scanning electron microscopy (SEM).

2.2. Spherical Contact Fatigue

With the aim of evaluating the influence of contact fatigue on damage emergence, cyclic contact tests in the coated specimens were performed in the aforementioned INSTRON using a sphere of 1.25 mm curvature radius and varying the number of cycles, N , between 10^3 and 10^6 . The stress ratio, R , and frequency were 0.1 and 10 Hz (12 Hz for 10^6 cycles), respectively. Regarding the applied loads, P , they were lower than the critical load for damage appearance identified in monotonic tests.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Indentation Stress - Strain Curves

Hertzian tests allow one to obtain the indentation stress - strain response of the coated systems [12]. From the sphere curvature radius, r , indentation load, P , and residual radius, a , measurements, the indentation stress, p_0 , and indentation strain, a/r , can be evaluated:

$$p_0 = P/pa^2 \quad (1)$$

Figure 1 shows the indentation stress - strain results for 18C and its corresponding coated system. The elastic curve is calculated from the following expression [13]:

$$p_0 = (4E'/3p)(a/r) \quad (2)$$

where $E' = E/(1-\nu^2)$ is the reduced elastic modulus, with E and ν the elastic modulus and Poisson's ratio respectively of the substrate.

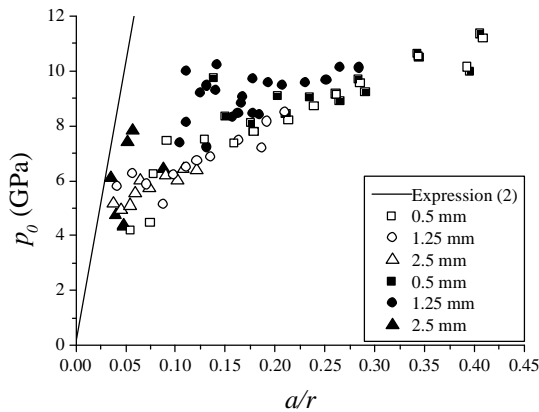


Figure 1. Indentation stress - strain curves with spherical indenters of different curvature radii for 18C (open symbols) and 18 + TiN (closed symbols).

In this figure, one can appreciate that the curve related to the substrate – coating set is above the one associated to the base material, in other words, for a certain indentation stress, the substrate exhibits a larger deformation than the coated system. This confirms that the coating protects the substrate, giving rise to a delay of the plastic yielding onset.

When comparing the curves for the two systems (figure 2), the experimental data reveal that the set 10F + TiN presents higher values of indentation stress for a same strain than the system 18C + TiN, which is in completely agreement with the higher hardness shown by the substrate 10F (table 1). It seems to indicate that the whole yielding of the different coated systems is controlled by the plastic deformation of the substrate. This last observation is also in accordance with the film thickness, 4 μm approx., and dimension of the indentation sphere, several mm, ratio.

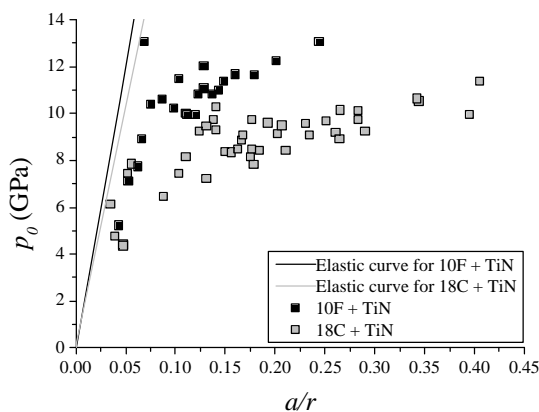


Figure 2. Indentation stress - strain curves of the systems investigated.

Finally, the yield pressure, p_y , for each coated system was estimated from the intersection of the corresponding elastic curve and the power best-fit of the experimental data (figure 3). The results, shown in table 3, exhibit that, as in the case of entire curves, the

set 10F + TiN presents a higher yield pressure than the 18C + TiN.

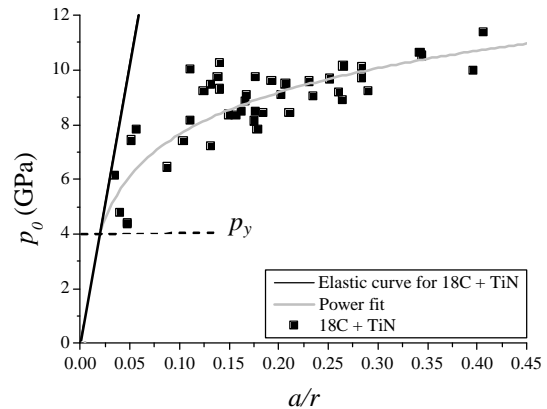


Figure 3. Evaluation of p_y for the set 18C + TiN.

Table 3. Estimated yield pressure for the systems studied

	10F + TiN	18C + TiN
p_y (GPa)	5.2	4.0

3.2. Monotonic Spherical Contact Damage

From optical observation, the damage generated by spherical contact is characterised by the appearance of circular cracks (figure 4) at the surface of the coating. The critical load, P_c , for the emergence of these cracks and the monotonic limit, defined as the maximum indentation stress applied before coating fracture, were determined for both systems (table 4). Since it could be expected from the indentation stress - strain response (figure 2), these results verify that the set 18C + TiN requires a lower indentation stress for coating fracture than the system 10F + TiN.

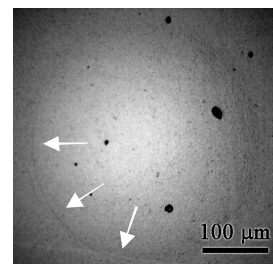


Figure 4. Circular crack in the surface of the composite 10F + TiN generated with a sphere of 1.25 mm curvature radius applying 1000 N.

Table 4. Critical load for the appearance of circular cracks in the coating (1.25 mm curvature radius indenter) and monotonic limit of each system

	10F + TiN	18C + TiN
P_c (N)	900	900
Monotonic Limit (GPa)	10.8	9.4

If values of table 3 and table 4 are compared, one can notice that, in both systems, it is necessary to apply a stress higher than the yield pressure to achieve the critical damage. Consequently, it may be stated that plastic yielding in the coated sets exists prior to the emergence of circular cracks in their respective films.

3.3. Subsurface Indentation Damage

The optical inspections of imprint cross sections in the bonded-interface specimens reveal a significant plastic damage in the substrate under the indentation contact area. In figure 5, it is also possible to notice that the size of this damaged zone diminishes with the substrate hardness. Regarding the coating, this seems to follow the substrate deformation without varying its thickness. However, it cracks (circular cracks) for high loads due to a likely columnar intergranular cracking [14].

More accurate inspections in SEM (figure 6) show that the circular cracks, perpendicular to the coating surface, pass through the interface and get into the substrate for high loads. Once there, the cracks go around the ceramic particles, WC, following the metallic binder, Co. Moreover, due to the coarse WC grains in the substrate 18C (table 1), the cracks in this coated system present a noticeable deflection just before going through the interface (figure 6b). Meanwhile, such crack deflection in the composite 10F + TiN is less significant because the fine grain-sized structure of its corresponding base material.

3.4. Spherical Contact Fatigue Response

The results of spherical contact fatigue tests are presented in figure 7. They show that the critical damage emergence is sensitive to contact fatigue, i. e., circular cracks in the coating appear after a certain number of cycles for loads lower than the critical one identified in monotonic tests (table 4). Moreover, in the set 18C + TiN, there is also an evident coating decohesion for a relative high number of cycles. In figure 8 it is possible to appreciate this last contact damage mode.

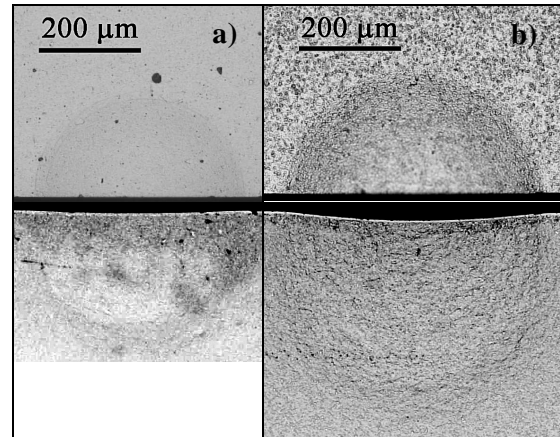


Figure 5. Spherical indentation (1.25 mm curvature radius indenter and 1500 N) damage in a) 10F + TiN and b) 18C + TiN. Upper and lower optical micrographs correspond to half-surface and cross section views respectively from bonded-interface specimens.

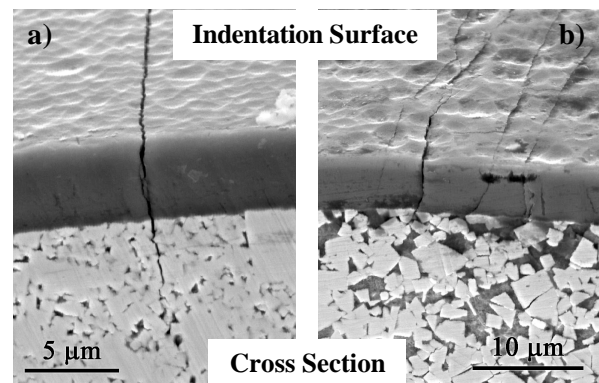


Figure 6. SEM micrographs showing circular cracks from spherical contact (1.25 mm curvature radius indenter) in a) 10F + TiN (1500 N) and b) 18C + TiN (1250 N).

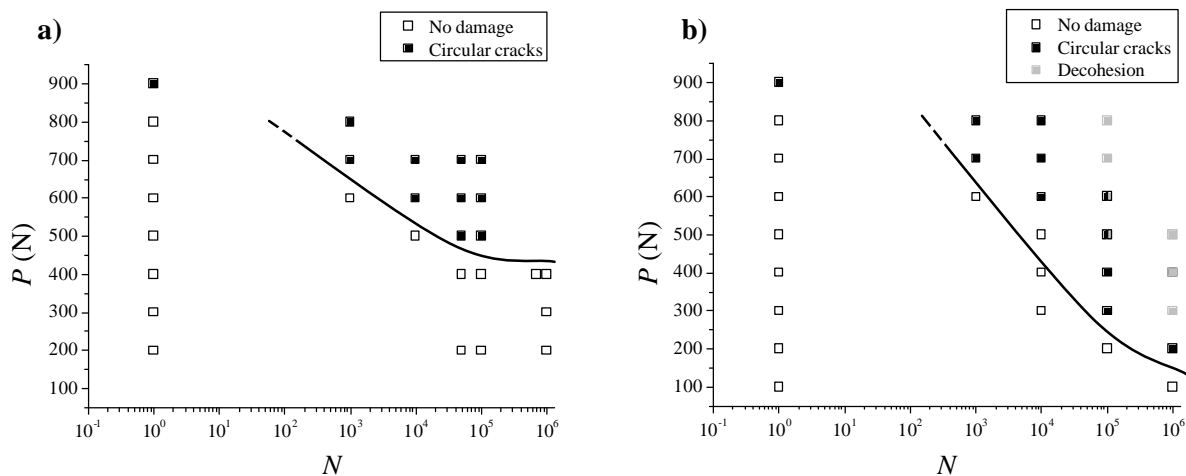


Figure 7. Damage appearance under spherical contact fatigue in a) 10F + TiN and b) 18C + TiN.

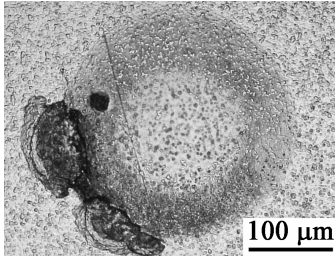


Figure 8. Coating decohesion in 18C + TiN for 400 N after 10⁶ cycles.

From figure 7 and the measured contact fatigue residual radii, a , the indentation stress, p_0 , vs. number of cycles, N , plots can be obtained for both systems as well as their respective fatigue limits (table 5). The results corresponding to the composite 10F + TiN are presented in figure 9, where it is also possible to appreciate the monotonic limit.

Table 5. Fatigue critical load for the appearance of circular cracks in the coating and fatigue limit of the systems investigated

	10F + TiN	18C + TiN
Fatigue P_c (N)	500	200
Fatigue limit (GPa)	8.2	5.3

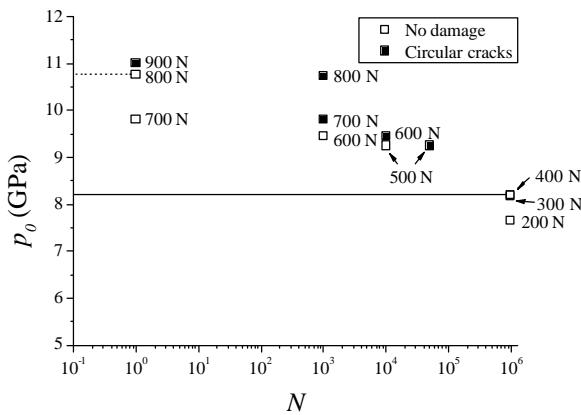


Figure 9. Indentation stress vs. number of cycles showing the monotonic limit (dot line) and the fatigue limit (solid line) for 10F + TiN.

The fatigue limit values estimated from p_0 vs. N plots show that the maximum indentation stress without cracking for the system 10F + TiN is higher than the one related to 18C + TiN.

However, when comparing the fatigue limit values of the two coated systems, it is necessary to remember that the set 10F + TiN also exhibits a higher monotonic limit. Therefore, the parameter that describes better the contact fatigue behaviour of both composites is the fatigue sensitivity, defined as the ratio fatigue limit – monotonic limit, instead of the fatigue limit itself. In this sense, the

closer to unit the ratio is, the less sensitive to contact fatigue the material is.

According to table 6, the system 18C + TiN is more sensitive to contact fatigue than the set 10F + TiN. This result is in completely agreement with a previous work [9] where it is demonstrated that the tougher grades of hardmetals exhibit higher fatigue sensitivity. Consequently, it also seems to indicate that substrate plays a key role in the whole contact response of the system.

Finally, this trend in contact fatigue sensitivity could be related to the coating decohesion observed only in the composite 18C + TiN.

Table 6. Fatigue sensitivity of the coated sets studied

	10F + TiN	18C + TiN
Fatigue sensitivity	0.8	0.6

4. CONCLUSIONS

In this study, the response to spherical indentation and contact fatigue of two systems hardmetal – TiN coating is investigated and the ensuing conclusions are obtained:

1. The film gives rise to a delay of the plastic yielding onset, protecting the substrate in one way. Nevertheless, the whole set deformation is controlled by the plastic deformation of the base material. In this sense, the coating follows the substrate deformation, without varying its thickness.
2. For stresses higher than the system yield pressure, the film presents circular cracks, perpendicular to the surface, that can pass through the interface and get into the substrate.
3. The emergence of these cracks is sensitive to contact fatigue. Moreover, the composite 18C + TiN also exhibits coating decohesion for a relative high number of cycles.
4. The fatigue sensitivity is the most appropriate parameter to describe the fatigue behaviour. According to this one, the system made with the tougher grade of hardmetal, 18C, is more sensitive to contact fatigue than the set 10F + TiN. This higher fatigue sensitivity could be related to the film decohesion observed.
5. Last but not least, the study shows that both coating and substrate play an important role in the whole contact response of the coated system. Furthermore, working in terms of applied stress instead of applied load can be helpful in order to compare different systems.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank DURIT-Ibérica S.L. and Oerlikon Balzers-Elay Coating S.A. for hardmetal and TiN coatings supplied respectively and Dr José María Manero for experimental assistance during the SEM investigations. Additionally, Y.G. and E.T. are also grateful to Ministerio de Ciencia y Tecnología, Generalitat de Catalunya and European Social Fund for the conceded grants.

[14] Ma, L. W., Cairney, J. M., Hoffman, M. J. and Munroe, P. R., *Appl. Surf. Sci.*, **237**, 631-35, 2004.

REFERENCES

- [1] *Tool Materials, ASM Specialty Handbook*, ed. J. R. Davis, ASM International, Materials Park, OH, USA, 1995.
- [2] Upadhyaya, G. S., *Cemented Tungsten Carbides: Production, Properties and Testing*, Noyes Publications, New Jersey, USA, 1998.
- [3] Lee, K. S., Lee, S. K. and Lawn, B. R., *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**, 2394-404, 1998.
- [4] Jung, Y. -G., Wuttiphan, S., Peterson, I. M. and Lawn, B. R., *J. Dent. Res.*, **78**, 887-97, 1999.
- [5] Miranda, P., Pajares, A., Guiberteau, F., Deng, Y. and Lawn, B. R., *Acta Mater.*, **51**, 4347-56, 2003.
- [6] Knotek, O., Bosserhoff, B., Schrey, A., Leyendecker, T., Lemmer, O. and Esser, S., *Surf. Coat. Technol.*, **54-55**, 102-07, 1992.
- [7] Bantle, R. and Matthews, A., *Surf. Coat. Technol.*, **74-75**, 857-68, 1995.
- [8] Lugscheider, E., Knotek, O., Wolff, C. and Bärwulf, S., *Surf. Coat. Technol.*, **116-19**, 141-46, 1999.
- [9] Torres, Y., "Comportamiento a fractura y fatiga de carburos cementados WC-Co", PhD Thesis, Universitat Politècnica de Catalunya, Spain, 2002.
- [10] Tarrés, E., Nordenström, H., Jiménez-Piqué, E., Anglada, M. and Llanes, L., *Proceedings of the IX Congreso Nacional de Materiales*, col. Congresos N° 53, vol. 1, Servicio de Publicacións da Universidade de Vigo, 369-72, 2006.
- [11] Guiberteau, F., Pature, N. P. and Lawn, B. R., *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**, 1825-31, 1994.
- [12] Lawn, B. R., *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**, 1977-94, 1998.
- [13] Johnson, K. L., *Contact Mechanics*, Cambridge Univ. Press, London, 1985.

COMPORTAMIENTO DE LAS GRIETAS DE INTERFASE EN MATERIALES COMPUESTOS FIBROSOS ANTE CARGA CÍCLICA DE TRACCIÓN-TRACCIÓN Y TRACCIÓN-COMPRESIÓN

E. Correa¹, E. K. Gamstedt², F. París¹ y V. Mantič¹

¹ Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales, Mecánica de Medios Continuos, Teoría de Estructuras e Ingeniería del Terreno, Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España.

E-mail: correa@esi.us.es, paris@esi.us.es, mantic@esi.us.es

² KTH Solid Mechanics, Royal Institute of Technology, Osquars backe 1, SE-100 44 Estocolmo, Suecia.
E-mail: kristofer@half.kth.se

RESUMEN

El origen del daño ante carga cíclica en materiales compuestos suele encontrarse en las láminas off-axis, en forma de grietas transversales. Este mecanismo de rotura está dominado por la aparición y crecimiento de despegues entre la matriz y las fibras (grietas de interfase), cuya posterior coalescencia da lugar al fallo transversal. En este trabajo se evalúa el crecimiento de los despegues ante la aplicación de ciclos de carga transversal de tracción-tracción (T-T) y tracción-compresión (T-C), ya que existen referencias al hecho de que la presencia de ciclos de compresión puede afectar a la resistencia a fatiga del laminado. Experimentalmente, mediante probetas de fibra única, se observa que los ciclos T-C resultan más perjudiciales que los ciclos T-T, pudiendo medir la extensión del daño. Numéricamente, mediante un modelo de elementos de contorno, se estudia el diferente efecto de las partes de tracción y compresión de los ciclos, aportando resultados que ayudan a explicar la evidencia experimental.

ABSTRACT

The initiation of damage under cyclic loading in composite materials generally appears as transverse cracks in off-axis plies. The mechanism of damage is dominated by the appearance of debonds between the fibres and the matrix (interface cracks). The transverse cracks forms when debonds coalesce. Based on the references that accounts for the effect of the presence of compression in the laminate strength under cyclic loading, the growth of the interface cracks is studied in this work under transverse tension-tension (T-T) and tension-compression (T-C) cyclic loading. Experimentally, a more detrimental effect of the T-C cycles than the T-T cycles is observed and quantified for single fibre specimens. The numerical study of the effect of the tensile and compressive part of the loading cycle by means of a boundary elements model contributes to the explanation of the experimental evidence.

PALABRAS CLAVE: Micromecánica, despegue fibra-matriz, fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

Debido a la heterogeneidad de los materiales compuestos a diferentes escalas, una amplia variedad de mecanismos interactúan contribuyendo al fallo ante carga cíclica. Si se conociese mejor el origen de estos mecanismos podrían adoptarse medidas que permitieran alargar la vida del material.

El primer tipo de daño observable ante carga cíclica en laminados de material compuesto suele ser la aparición de grietas transversales en láminas donde las fibras están orientadas oblicuamente frente a la dirección de la mayor deformación principal. Las observaciones microscópicas realizadas [1] muestran que dichas grietas transversales están originadas, tanto en el caso de carga cíclica como en el de carga estática, por la coalescencia de los despegues que se generan en la interfase fibra-matriz, Figura 1.

Paralelamente a las observaciones experimentales se han desarrollado diversos estudios numéricos [2, 3] con el fin de clarificar el caso particular de grietas transversales ante carga estática en materiales compuestos unidireccionales, llevando a la conclusión de que este micromecanismo de fallo puede ser explicado por la aparición de grietas en las interfases entre fibra y matriz que, después de crecer hasta una cierta extensión, cambian su dirección de propagación orientándose hacia la matriz y continuando su crecimiento a través de ella. Es entonces cuando estas grietas se unen, lo que provoca finalmente el macro fallo del material compuesto en la dirección perpendicular a la carga aplicada.

En lo que al fallo ante carga cíclica se refiere, se ha probado que en los materiales compuestos la carga cíclica tracción-compresión (T-C) resulta más dañina

que la carga cíclica tracción-tracción (T-T) [4-8]. La explicación física de este hecho todavía no ha sido aclarada completamente a nivel de lámina; a nivel de fibra los mecanismos de daño están aún menos claros.

Este trabajo se centra en la propagación de grietas de interfase con el fin de estudiar, por medio de un modelo de fibra única, el crecimiento micromecánico de una grieta de interfase (despegue) en presencia de carga cíclica T-T y T-C. El principal objetivo es analizar, a nivel micromecánico, el origen del efecto más perjudicial de los ciclos T-C frente a los ciclos T-T. Este estudio consta de una parte experimental (Sección 2) y otra numérica (Sección 3). Finalmente se presentan varias ideas para realizar generalizaciones de crecimiento en fatiga (Sección 4).

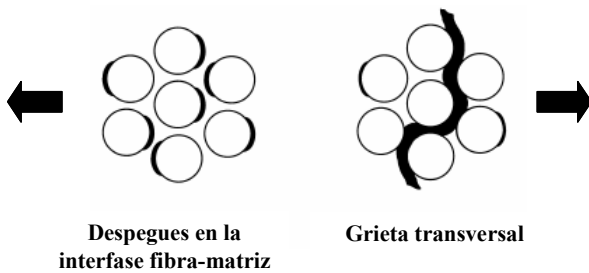


Figura 1. Origen de las grietas transversales.

2. ESTUDIO EXPERIMENTAL

Se fabricaron probetas de una sola fibra para ser ensayadas ante carga cíclica T-T y T-C y así poder examinar el crecimiento de un despegue ante dichas situaciones de carga. A continuación se resume el proceso de fabricación y ensayo [1].

2.1. Procedimiento

La matriz empleada es vynil-ester epoxy (VE) Norpol Cor Ve 8515 de Jotun Polymer SA, con un contenido en estireno del 32-36%. La fibra es de vidrio (2400 Tex fibre yarn) de Owens Corning del tipo R25H. El diámetro medio de la fibra es 23 μm.

Las probetas de una sola fibra, Figura 2, se fabricaron de una forma similar a la descrita en [9] y se ensayaron en una máquina horizontal de tracción en miniatura (Minimat) de Rheometric Scientific Ltd, colocada sobre la mesa horizontal de un microscopio. Los despegues fueron observados en cada probeta mediante microscopía óptica de transmisión durante los diferentes ciclos de carga del ensayo. Después de cada ciclo de carga, los despegues fibra-matriz eran fotografiados y grabados en vídeo y, al finalizar los ensayos, el tamaño del despegue y la geometría eran cuantificados mediante un programa de análisis de imagen.

2.2. Resultados experimentales

Se ensayaron cuatro probetas con el fin de estudiar el efecto de la carga cíclica T-T y T-C sobre el crecimiento del despegue. Dos de las probetas fueron sometidas a 10 ciclos T-T ($R=0$ y $\sigma_{max} = 50$ MPa) seguidos de 3 ciclos de carga T-C ($R=-1$ y $\sigma_{max} = 50$ MPa), mientras que las otras dos recibieron 20 ciclos T-T ($R=0$ y $\sigma_{max} = 50$ MPa) seguidos de 2 ciclos T-C ($R=-1$ y $\sigma_{max} = 50$ MPa), siendo

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$$

Como ya se explicó anteriormente, haciendo uso de microscopía óptica se pudo obtener una imagen de la situación del daño al final de cada ciclo de carga (Figura 3) y medir el crecimiento del despegue (zonas oscuras en los laterales de la fibra) sobre cada una de dichas imágenes. Los resultados de este proceso para todas las probetas ensayadas se recogen en la Figura 4, donde los ángulos de despegue medidos, θ_d (ver Figura 5 para definición) son representados frente al número de ciclos de carga aplicados.

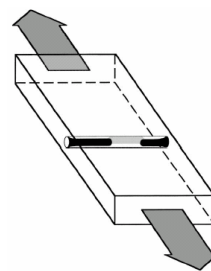


Figura 2. Esquema de la probeta ensayada.

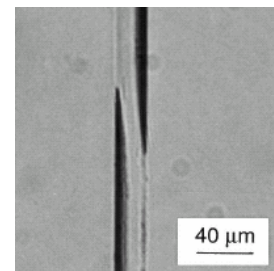


Figura 3. Despegues vistos a través del microscopio.

Los resultados dibujados en la Figura 4 muestran que el primer ciclo de carga T-T produce, para todas las probetas ensayadas, un ángulo de despegue θ_d correspondiente a un valor entre 60° y 70°. Los ciclos T-T posteriores sólo producen un crecimiento mínimo frente al ya alcanzado, de tal forma que el tamaño del despegue mantiene un nivel prácticamente constante en los siguientes ciclos.

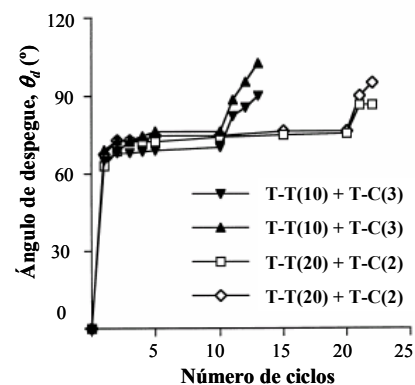


Figura 4. Evolución del tamaño del despegue.

En lo que a los ciclos T-C se refiere puede observarse, Figura 4, que la parte compresiva de dichos ciclos produce un notable crecimiento de los despegues ya existentes. En la sección siguiente se aporta una explicación de este hecho, basada en la Mecánica de Fractura de Grietas de Interfase y obtenida a partir de un modelo numérico del problema resuelto mediante el método de los elementos de contorno (MEC) [10].

3. ESTUDIO NUMÉRICO

3.1. Modelo de elementos de contorno

El modelo empleado, Figura 5, representa el caso de una grieta que progresa a lo largo de la interfase centrada en el eje 2 y creciendo simétricamente respecto a él ante la acción de una carga transversal [11]. El modelo permite el desarrollo de contacto entre las superficies despegadas de la interfase entre la fibra y la matriz. Las propiedades elásticas de los materiales (empleados en la parte experimental) se incluyen en la Figura 5.

Para caracterizar el problema desde el punto de vista de la Mecánica de Fractura de Grietas de Interfase, se usa el índice de liberación de energía, G [12]. Los valores de G obtenidos se presentan en forma adimensional [13] dividiendo los valores dimensionales por

$$G_0 = \left(\frac{1 + \kappa^m}{8\mu^m} \right) \sigma_0^2 a \pi .$$

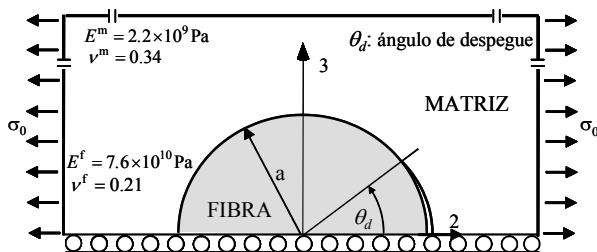


Figura 5. Modelo geométrico de fibra única.

3.2. Resultados numéricos

El primer paso en el estudio micromecánico de la generación del daño en los casos de carga cíclica T-T y T-C es la detección del origen del fallo. En base a los resultados del análisis del estado tensional de la interfase no dañada ante tracción transversal [14], puede suponerse un primer despegue θ_d aproximado de 5° de extensión y originado por la tensión radial.

Dado que las situaciones consideradas (carga cíclica T-T y T-C) involucran en ambos casos una primera fase de tracción, se estudia en primer lugar la evolución de G ante carga transversal de tracción del despegue inicial considerado, $\theta_d = 5^\circ$, a medida que crece a lo

largo de la interfase. Los resultados de este análisis, Figura 6, muestran una evolución en modo mixto hasta $\theta_d = 60^\circ - 70^\circ$, intervalo en el que G alcanza su máximo y se detecta la aparición de una zona de contacto cerca del fondo de grieta de tamaño físicamente relevante. En ese punto el crecimiento cambia a modo II puro.

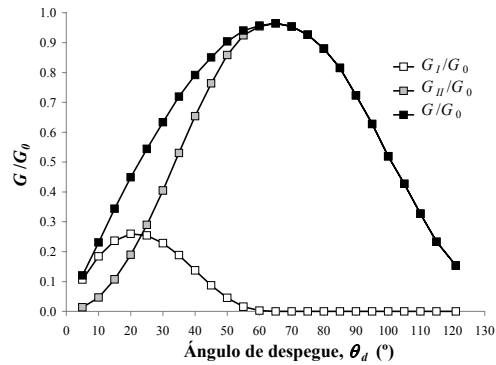


Figura 6. G frente a θ_d . Caso de tracción.

La zona de contacto detectada en el fondo de grieta para $\theta_d = 60^\circ$ crece a medida que lo hace la grieta de interfase [15]. En la Figura 7 se presenta un esquema ilustrando este hecho. Se consideran tres situaciones distintas: $\theta_d = 45^\circ$, cuando aún el código empleado no detecta contacto, $\theta_d = 60^\circ$, despegue para el que la amplitud de la zona de contacto detectada es de 0.25° y $\theta_d = 90^\circ$, con una extensión del contacto que alcanza los 12° .

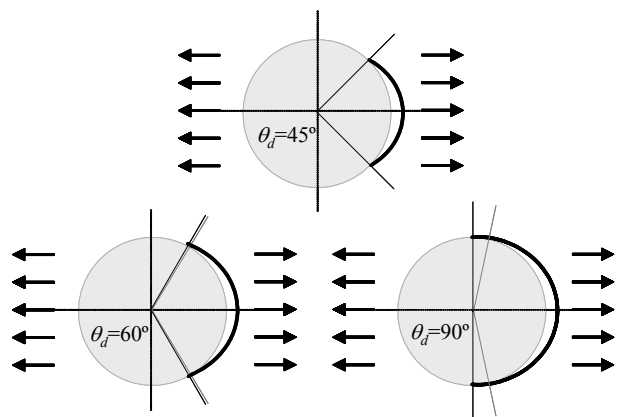


Figura 7. Morfología. Caso de tracción.

Para poder analizar la progresión del daño en modo mixto es necesario [16], tener una estimación del valor crítico de G , G_c , que depende de la evolución de la participación de los modos de fractura (mixicidad) y, consecuentemente en este caso, de la posición del fondo de grieta. En este estudio la evolución de G_c considerada está basada en la propuesta numérica de Hutchinson y Suo [17],

$$G_c(\psi_G) = G_{Ic}(1 + \tan^2(1 - \lambda)\psi_G) \quad (1)$$

donde G_{Ic} es la tenacidad a fractura en modo I de la interfase (asociada al mínimo valor de $G_c(\psi_G)$), ψ_G es el ángulo de fase local obtenido a partir de $\tan^2 \psi_G = G_{II} / G_I$, y λ , el parámetro de sensibilidad a los modos que refleja tanto la plasticidad en el fondo de grieta como la rugosidad de la interfase. Para este análisis se han elegido dos valores diferentes de λ (en el rango de los valores típicamente aceptables), $\lambda = 0.2$ y $\lambda = 0.25$.

La elección del valor apropiado de G_{Ic} para este problema, en ausencia de datos experimentales directos, está basada en la conclusión más importante de este trabajo, es decir: la parte compresiva de los ciclos T-C produce, después de la aplicación de tracción que genera un despegue cercano a $\theta_d = 70^\circ$, un crecimiento adicional del despegue. Por lo tanto, el valor de G_{Ic} que hace $G(\theta_d = 70^\circ) = G_c(\theta_d = 70^\circ)$ para el caso de compresión (para cada λ considerado), es el elegido para la determinación de la evolución de G_c en ambas partes de los ciclos: tracción y compresión.

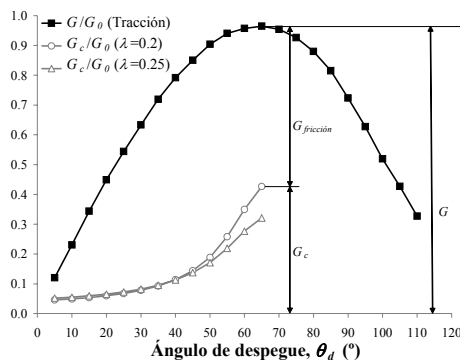


Figura 8. G y G_c frente a θ_d . Caso de tracción.

La comparación entre los valores para el caso de tracción de G y G_c (expresión (1)) frente a la posición del despegue θ_d se presentan en la Figura 8. Se observa que G es mayor que G_c en el rango de despegues considerados (hasta $\theta_d = 70^\circ$) para ambos valores de λ elegidos, por lo tanto, es esperable que se produzca un primer crecimiento inestable bajo la parte de tracción del ciclo. Esta predicción numérica de crecimiento inestable es absolutamente coherente con el comportamiento observado en los ensayos.

Se aprecia en la Figura 8 que la evolución de G_c ha sido truncada en $\theta_d = 65^\circ$. Esta decisión está basada en la ya comentada aparición de zona de contacto cercana al fondo de grieta de tamaño físicamente relevante. La

consecuencia de este hecho es el desarrollo de un término disipativo, $G_{fricción}$, generado a partir de la fricción presente en el contacto, que reduce la cantidad de energía disponible para que continúe el crecimiento de la grieta. Puede considerarse que el término disipativo, $G_{fricción}$, se suma a la tenacidad fractura, G_c , para componer una tenacidad a fractura “aparente”, $G_c^{aparente}$. La nueva condición de crecimiento de la grieta queda así expresada por:

$$G = G_c + G_{fricción} = G_c^{aparente} \quad (2)$$

Asumiendo que $G_{fricción}$ alcanza valores del mismo orden que la energía liberada por la propagación de la grieta [18, 19], la pendiente de $G_c^{aparente}$ aumenta rápidamente en cuanto el término disipativo aparece, lo que ocurre para $\theta_d = 60^\circ$. Los términos involucrados en la expresión (2) para el caso $\theta_d = 65^\circ$ se incluyen esquemáticamente en la Figura 8 ilustrando este razonamiento.

En base a lo anterior es lógico suponer que la propagación de la grieta ante tracción no es capaz de continuar de forma inestable mucho más allá de $\theta_d = 60^\circ$ (hasta 70° - 75°). Puede concluirse pues que el primer ciclo T-T, o la parte de tracción del primer ciclo T-C, producirá despegues que se propagarán hasta el entorno de $\theta_d = 70^\circ$. No hay apoyo numérico para que estas grietas sigan creciendo significativamente en ciclos posteriores de tracción (de igual valor de la carga aplicada). Estas conclusiones coinciden perfectamente con la información derivada de la evidencia experimental, Figura 4.

Considerando ahora la parte compresiva de los ciclos T-C, se procede a estudiar la evolución de una grieta de interfase ante compresión, utilizando el mismo modelo empleado en el caso de tracción, Figura 5. En la Figura 9 se representa la evolución de G del despegue inicial, $\theta_d = 5^\circ$, frente a su tamaño. Se observa un crecimiento inicial en modo II que cambia a modo mixto alrededor $\theta_d = 60^\circ$, coincidiendo de forma aproximada con el máximo valor de G . Para despegues mayores, $\theta_d = 120^\circ$, después de un máximo en modo I, el crecimiento cambia de nuevo a modo II.

Analizando la morfología de la grieta de compresión desde su tamaño inicial se observa la presencia en sus extremos de sendas “burbujas” [20], mientras que una zona de contacto se desarrolla en el centro de la grieta a medida que el daño crece. Esta “burbuja”, originada por la carga global aplicada que tiende a producir deslizamiento contrario a la dirección de deslizamiento local permitida [16], crece con la grieta, a continuación cambia su forma suavizando su pendiente en el entorno del vértice de la grieta y, finalmente, se cierra en

$\theta_d = 120^\circ$. Varios instantes de dicha evolución se presentan esquemáticamente en la Figura 10: $\theta_d = 40^\circ$ (extensión de la “burbuja” 1°), $\theta_d = 60^\circ$ (extensión de la “burbuja” 10°), $\theta_d = 75^\circ$ (extensión de la “burbuja” de 25°) y $\theta_d = 90^\circ$ (extensión de la “burbuja” de 40°). La comparación entre los casos de tracción y compresión (Figuras 7 y 10, respectivamente) muestra la muy diferente morfología generada en ambos casos para la grieta de interfase en $\theta_d = 60^\circ - 70^\circ$ (ángulo de conexión entre las partes de tracción y compresión del ciclo)

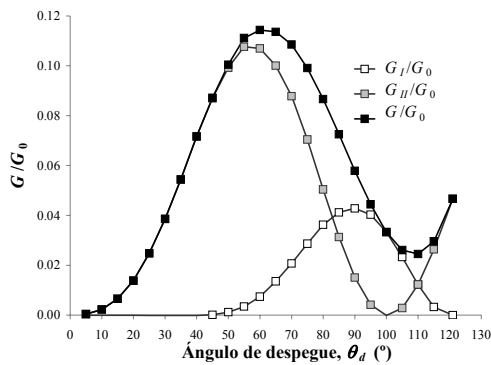


Figura 9. G frente a θ_d . Caso de compresión.

Para analizar numéricamente la capacidad de la parte compresiva de los ciclos T-C de aumentar el daño ya existente (originado por los ciclos previos T-T) y la parte de tracción de los ciclos T-C), es necesario comparar los valores de G con G_c (expresión (1)), obtenidos para el caso de compresión, en el rango de despegues de interés. De nuevo, como ocurría para el caso de tracción, G_c depende de la mixicidad a fractura en cada ángulo de despegue de la zona de interés, que comienza alrededor de $\theta_d = 60^\circ - 70^\circ$.

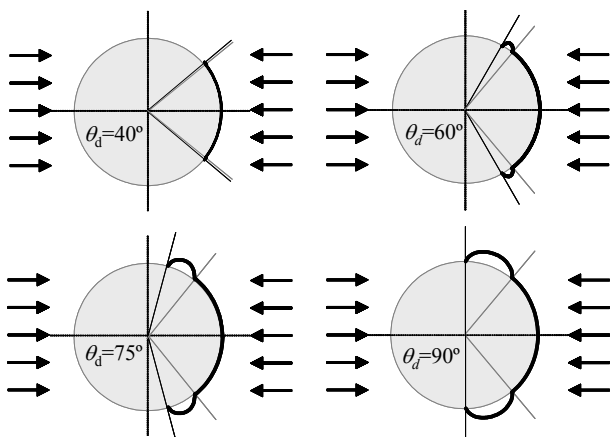


Figura 10. Morfología. Caso de compresión.

La comparación entre los valores de G y G_c (caso de compresión) se muestran en la Figura 11. De esta figura puede deducirse que, para un despegue inicial de

$\theta_d = 70^\circ$, la parte compresiva de un ciclo T-C provocará crecimiento inestable hasta una posición superior a $\theta_d = 90^\circ$. En cualquier caso se asume que la grieta no será capaz de crecer más allá de $\theta_d = 120^\circ$, debido a la zona de contacto que empieza a desarrollarse en esa posición del fondo de grieta y las consecuencias, anteriormente mencionadas, que la existencia de fricción en la zona de contacto tiene sobre las curvas G y G_c .

Las anteriores conclusiones están de acuerdo con los resultados experimentales (Figura 4) que muestran la capacidad del primer ciclo de compresión para hacer que la grieta crezca desde una posición estable después de los ciclos de tracción hasta el despegue final alrededor de $\theta_d = 90^\circ$.

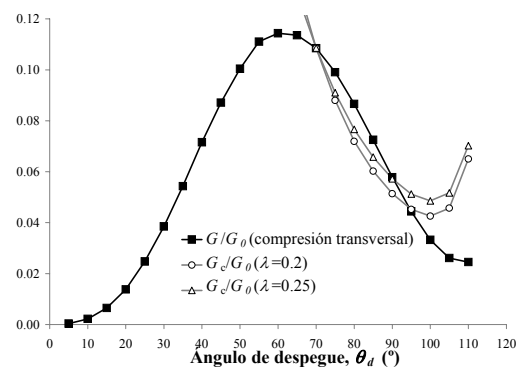


Figura 11. G y G_c frente a θ_d . Caso de compresión.

De acuerdo a las observaciones experimentales parece que la aplicación de ciclos posteriores de carga T-C produce incrementos en la longitud de los despegues (hasta un valor límite de $\theta_d = 110^\circ$). La explicación de este hecho podría estar relacionada con una posible propagación de la grieta, en el ensayo experimental, en diferentes puntos de la parte compresiva del ciclo de carga para cada ciclo T-C. Además, la presencia de fricción y los efectos dinámicos de la fatiga a bajo número de ciclos pueden también contribuir al crecimiento escalonado del despegue. En cualquier caso y, de nuevo, como se explicó anteriormente, el límite de crecimiento de la grieta de interfase está situado en el entorno de $\theta_d = 120^\circ$.

4. CONCLUSIONES

Se han identificado los mecanismos de daño a nivel micromecánico asociados al peor comportamiento ante carga cíclica T-C, de los laminados de material compuesto que contienen láminas transversales, en comparación con su respuesta ante la carga cíclica T-T. Experimentalmente, fabricando y ensayando probetas de una sola fibra, se ha cuantificado el daño producido por los ciclos T-C, aplicados sobre probetas que habían

sido previamente sometidas a ciclos T-T que las situaban en una configuración de daño estable.

Se ha desarrollado un modelo de elementos de contorno de una sola fibra, empleándose parámetros de la mecánica de la fractura de grietas de interfase para analizar el origen y la propagación del daño en la interfase fibra-matriz. Los resultados obtenidos coinciden con la evidencia experimental y aportan explicaciones micromecánicas para el diferente comportamiento ante ciclos T-T frente a los ciclos T-C.

Los resultados obtenidos permiten concluir que un ciclo T-T provoca crecimiento inestable de un despegue inicial centrado en 0° hasta $\theta_d = 60^\circ-70^\circ$. La existencia de una zona de contacto en el fondo de grieta físicamente relevante origina el cambio a crecimiento estable y, en consecuencia, la aplicación subsiguiente de T-T iguales al primero no produce ningún incremento de daño considerable. La parte compresiva de los ciclos T-C abre la zona de contacto en el fondo de grieta desarrollada en la etapa anterior. En estas circunstancias es posible que la grieta en $\theta_d = 60^\circ-70^\circ$ crezca inestablemente hasta una posición límite de $\theta_d = 120^\circ$, donde aparece de nuevo zona de contacto en el fondo de la misma.

Los estudios experimentales y numéricos mostrados podrían ser utilizados para cuantificar leyes de crecimiento a nivel micromecánico para fatiga a alto número de ciclos. Un enfoque de este tipo tiene la capacidad de poder predecir el inicio de la rotura transversal.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al Dr. Sjögren por su ayuda durante el desarrollo de los ensayos experimentales.

REFERENCIAS

[1] Gamstedt, E.K. y Sjögren, B.A., "Micromechanisms in tension-compression fatigue of composite laminates containing transverse plies", *Comp Sci Tech*, 59(2), pag. 167-178, 1999.

[2] París, F., Correa, E., Cañas J., "Micromechanical view of failure of the matrix in fibrous composite materials", *Comp Sci Tech*, 63(7), pag. 1041-1052, 2003.

[3] París F., Correa, E., Mantič, V., "Study of kinking in transversal interface cracks between fibre and matrix", *J Appl Mech*, (en impresión).

[4] Ryder, J.T., Walker, E.K., "Effect of compression on fatigue properties of a quasi-isotropic graphite/epoxy system", *Fatigue of Filamentary Composite Materials*, K. L. Reifsnider y K. N. Lauraitis eds, STP 636, American Society for

Testing and Materials, Philadelphia, pag. 3-26, 1977.

[5] Gathercole, N., Reiter, H., Adam, T., Harris, B., "Life prediction for fatigue of T800/5245 carbon-fibre composites: I. Constant-amplitude loading", *Int J Fatigue*, 16(8), pag. 523-532, 1994.

[6] Nyman, T., "Composite fatigue design methodology: a simplified approach", *Compos Struct*, 35(2), pag. 183-194, 1996.

[7] Rotem, A., Nelson, H.G., "Failure of a laminated composite under tension—compression fatigue loading", *Comp Sci Tech*, 36(1), pag. 45-62, 1989.

[8] El Kadi, H., Ellyin, F., "Effect of stress ratio on the fatigue of unidirectional glass fibre/epoxy composite laminae", *Composites*, 25(10), pag. 917-924, 1994.

[9] Zhang, H., Ericson, M.L., Varna, J., Berglund, L.A., "Transverse single-fibre test for interfacial debonding in composites: I. Experimental observations", *Comp. Part A*, 28(4), pag. 309-315, 1997.

[10] París, F., Cañas, J., *Boundary Element Method. Fundamentals and Applications*, Oxford University Press, 1997.

[11] París, F., del Caño, J.C., Varna, J., "The fiber-matrix interface crack-A numerical analysis using Boundary Elements", *Int J Fract*, 82(1), pag. 11-29, 1996.

[12] Irwin, G.R., "Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate", *J Appl Mech*, 24, pag. 361-364, 1957.

[13] Toya, M., "A crack along the interface of a circular inclusion embedded in an infinite solid. *J Mech Phys Solids*", 22, pag. 325-348, 1974.

[14] Goodier, J.N., "Concentration of stress around spherical and cylindrical inclusions and flaws", *Appl Mech*, 55(7), pag. 39-44, 1933.

[15] Correa, E., Mantič, V., París, F., "BEM modelling of micromechanical interface cracks in composite materials", R. Gallego y M.H. Aliabadi eds., *Advances in Boundary Element Techniques IV*, Granada, pag. 125-130, 2003.

[16] Mantič, V., Blázquez, A., Correa, E. and París, F., "Analysis of interface cracks with contact in composites by 2D BEM", *Fracture and Damage of Composites*, M. Guagliano y M.H. Aliabadi eds., WIT Press, 189-248, 2006.

[17] Hutchinson, J.W., Suo, Z., "Mixed mode cracking in layered materials", *Advances in Applied Mechanics*, J.W. Hutchinson y T.Y. Wu, eds., Academic Press, Nueva York, 29, pag. 63-191, 1992.

[18] Sun, C.T. y Qian, W., "A treatment of interfacial cracks in the presence of friction", *Int J Fract*, 94, pag. 371-382, 1998.

[19] Stringfellow, R.G. y Freund, L.B., "The effect of interfacial friction on the buckle-driven spontaneous delamination of a compressed thin film", *Int J Solids Struct*, 30, pag. 1379-1395, 1993.

[20] Comninou, M., "The interface crack in a shear field", *J App Mech*, 45, pag. 287-290, 1978.

DEFORMACIÓN PLÁSTICA DEL MATERIAL COMPUESTO A6061/Al₂O₃p.**A.Forn, E. Rupérez, E. Martín y J.A. Picas**

Centro de Diseño de Aleaciones Ligeras y Tratamientos de Superficie (CDAL), Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Escuela Politécnica Superior de Ingenieros de Vilanova i la Geltrú, Universidad Politécnica de Catalunya. Avda. Victor Balaguer s/n, 08800 Vilanova i la Geltrú, España.
E-mail: elisa.ruperez@upc.edu

RESUMEN

Los resultados obtenidos por conformación en caliente ponen de manifiesto que la aleación reforzada A6061/Al₂O₃/26p, obtenida por *stir casting*, es más sensible a la temperatura y velocidad de deformación que la matriz sin reforzar. Mediante ensayos de tracción a temperaturas entre 25 y 500 °C y velocidades de deformación entre 2 y 500 mm/min se evalúa el comportamiento del material sometido a deformación plástica en caliente y se establecen las condiciones óptimas de conformado. A partir de los análisis realizados por microscopía electrónica de barrido se proponen mecanismos de daño en las diferentes condiciones ensayadas.

ABSTRACT

The hot working results show that the A6061/Al₂O₃/26p reinforced alloy is more strain rate sensitive than the corresponding matrix alloy. This work describes the tensile mechanical behaviour at different temperatures and strain rates of the composite material produced by stir casting, with the aim of assessing the mechanical behaviour during hot flow and establishing the optimal hot working conditions. Tensile tests were performed at temperatures between 25 and 500 °C and strain rates between 2 and 500 mm/min. The main fracture mechanisms for the different conditions tested are also proposed according to analyses performed with a scanning electron microscope.

PALABRAS CLAVE: Aleaciones de aluminio reforzadas, deformación plástica, mecanismos de fractura.

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de aluminio reforzadas con partículas, obtenidas mediante colada, pueden conformarse mediante procesos de extrusión, forja o laminado [1], procesos que contribuyen a una reducción de la porosidad y a una homogeneización en cuanto a la distribución de las partículas de refuerzo [2]. El número de aglomerados de partículas de refuerzo, defecto característico de los AMC's reforzados con partículas y obtenidos mediante *stir casting*, se reduce con un proceso de extrusión pero nunca es eliminado en su totalidad [3]. Sin embargo, un proceso de extrusión o de forja no optimizado puede empeorar las propiedades mecánicas del material. Algunos autores han desarrollado modelos para medir cuantitativamente la porosidad y la decohesión existente [2]. Estos métodos permiten evaluar el efecto de un proceso de conformación en la adherencia matriz-refuerzo y, por consiguiente, en las propiedades del material compuesto.

Estudios sobre la conformación por deformación plástica de aleaciones de aluminio reforzadas con partículas cerámicas indican que estos materiales

son más sensibles que las aleaciones de aluminio a las variables del proceso, especialmente a la temperatura y a la velocidad de deformación. La presencia de partículas duras en una matriz blanda provoca la localización preferente del flujo plástico en la interfase matriz-refuerzo, generando una gran cantidad de dislocaciones en dichas zonas. Por lo tanto, es necesario seleccionar unas condiciones de conformado óptimas para obtener componentes de calidad aceptable.

Como consecuencia de la baja ductilidad que presentan, el conformado de los AMC's se realiza en caliente ya que la tensión de fluencia disminuye con la temperatura, minimizando el agrietamiento o ruptura de las partículas y/o la decohesión entre la matriz y el refuerzo.

En el presente trabajo se analizan los mecanismos de endurecimiento por deformación plástica y de daño en el material A6061/Al₂O₃/26p, cuando es ensayado a tracción a diferentes temperaturas y velocidades de deformación. A partir de las leyes de Ramberg-Osgood y Ludwik-Hollomon se han obtenido los valores del exponente de endurecimiento por deformación, *n*.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

Los materiales objeto de este estudio han sido la aleación de aluminio A6061 reforzada con un 26% en volumen de partículas de Al_2O_3 (A6061/ Al_2O_3 /26p) y la correspondiente aleación monolítica A6061. Ambos materiales han sido obtenidos mediante el proceso Duralcan y posteriormente extruidos a una temperatura de 450°C. La composición química de la aleación A6061 se indica en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química (%) de la aleación A6061.

Mg	Si	Cu	Fe	Cr
0,98	0,56	0,23	0,16	0,12
Ti	Mn	Zn	Ni	Al
0,007	0,001	0,003	0,001	bal

El material compuesto se caracteriza macroscópicamente por una distribución homogénea de partículas de Al_2O_3 en la matriz de aluminio. Los principales defectos microestructurales son los aglomerados de partículas de refuerzo y “spaguetis” (zonas de matriz sin partículas). El tamaño medio de las partículas es de 13,6 μm y tienen un factor de forma, definido como ancho/largo, de 0,58.

Durante el proceso de fabricación del material reforzado y fruto de la reacción entre la matriz y las partículas de refuerzo, se produce la formación de espinela (MgAl_2O_4) alrededor de las partículas de (figura 1) [4].

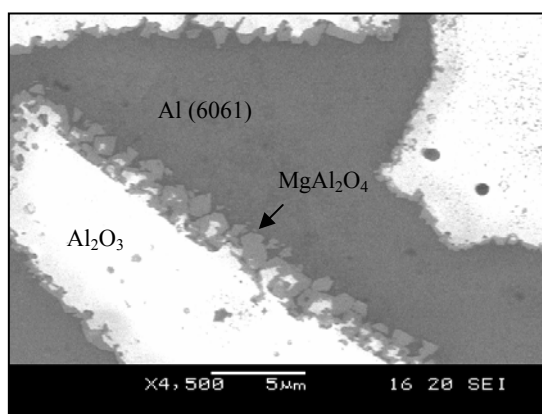


Figura 1. Partícula de óxido de aluminio del material A6061/ Al_2O_3 p rodeada de MgAl_2O_4 .

2.2 Ensayos mecánicos

Se han realizado ensayos de tracción, según la norma EN 10002-1, en una máquina Instron, modelo 5583, de 150 kN de capacidad, con ajuste de

velocidad de desplazamiento de mordazas variable (0,002 mm/min-500 mm/min) y provista de extensometría de alta resolución hasta 1200 $^{\circ}\text{C}$, con distancia inicial de 20 mm. Los ensayos se llevaron a cabo por control de desplazamiento. De los lingotes extruidos se han mecanizado probetas de cabeza roscada y de métrica 6 ($L_0=20$ mm, y $D_0=4$ mm) en la dirección longitudinal, siguiendo la norma EADS IGC 04.21.111.

Los materiales objeto de estudio han sido ensayados desde temperatura ambiente hasta 500 $^{\circ}\text{C}$ y a velocidades de deformación entre 2 y 500 mm/min. Las probetas ensayadas en caliente fueron precalentadas a la temperatura de ensayo durante 15 min.

El análisis del grado de endurecimiento se ha realizado a partir de los valores del exponente de endurecimiento por deformación y flujo plástico, calculados según norma ASTM E646.

2.3 Fractografía

Para conocer el efecto de la temperatura y velocidad de deformación en los mecanismos de fractura, se ha utilizado un microscopio electrónico de barrido, JEOL JSM-5600. También se ha analizado el efecto de dichas variables en los mecanismos de deformación plástica.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1 Ensayos de tracción

Las propiedades mecánicas de los materiales estudiados se muestran en las tablas 2 y 3. En todos los casos, la resistencia que ofrece el material frente a la deformación plástica disminuye con la temperatura de deformación. El comportamiento de los materiales ensayados a temperatura ambiente apenas se ve modificado con la velocidad de deformación, en un rango de velocidades de 2 a 500 mm/min [5]. Por el contrario, cuando los materiales son calentados a temperaturas entre 400 y 500 $^{\circ}\text{C}$, el límite elástico y la resistencia a tracción aumentan al incrementar la velocidad de deformación. En el material compuesto, un aumento de la velocidad de deformación de 2 a 500 mm/min, a temperaturas de 450 y 500 $^{\circ}\text{C}$, produce un incremento del límite elástico y de la resistencia a tracción.

Cabe destacar la pérdida de ductilidad del material A6061/ Al_2O_3 p ensayado a T_{amb} y a 500 $^{\circ}\text{C}$ cuando se aumenta la velocidad de deformación a 500 mm/min. Para este material la máxima ductilidad se obtiene a una temperatura de deformación de 450 $^{\circ}\text{C}$, en un rango de velocidades de deformación entre 2 y 500 mm/min, disminuyendo a 500 $^{\circ}\text{C}$ a valores cercanos a los encontrados a temperatura ambiente.

La incorporación de partículas de refuerzo a la aleación de aluminio A6061 provoca una disminución del límite elástico y resistencia a tracción en los ensayos realizados a temperatura ambiente.

Tabla 2. Propiedades mecánicas de la aleación A6061.

T / °C	V _{deform.} / mm/min	$\sigma_{0,2}$ / MPa	σ_R / MPa	A / %
25	2	151±3	189±3	12,4±0,5
	250	168±22	189±0,1	11,8±0,2
	500	148±5	189±2	12,4±1,6
400	2	28,8±4,3	29,9±4,6	13,9±4,9
	250	62,6±1,6	65,4±1,4	24,5±2,1
	500	59,4±3,4	70,3±6,8	20,7±3,3

Tabla 3. Propiedades mecánicas del material A6061/Al₂O₃p.

T / °C	V _{deform.} / mm/min	$\sigma_{0,2}$ / MPa	σ_R / MPa	A / %
25	2	111±4	170 ±1	8,0±0,5
	250	109±2	174±3	8,7±1,0
	500	107±2	176±1	6,9±0,2
400	2	32,7±0,6	33,7±0,5	11,8±0,5
450	2	20,5±4,3	21,6±4,0	11,0±1,8
	500	41,9±3,4	49,0±6,9	13,9±0,8
500	2	9,4±0,5	9,9±0,7	8,0±0,9
	500	22,6±0,5	26,6±0,6	6,1±1,0

En las figuras 2 y 3 se muestran las curvas ingenieriles tensión-deformación de los materiales A6061 y A6061/Al₂O₃p respectivamente, a diferentes temperaturas y velocidades de deformación.

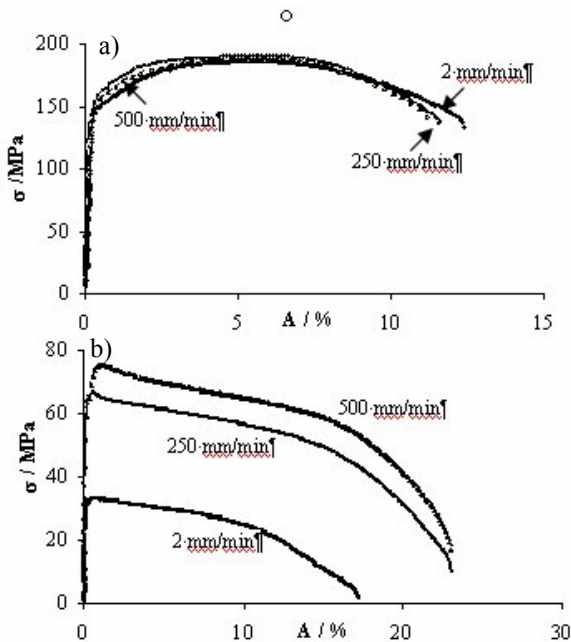


Figura 2. Curvas ingenieriles tensión-deformación material A6061 a: a) T_{amb.} y b) 400 °C.

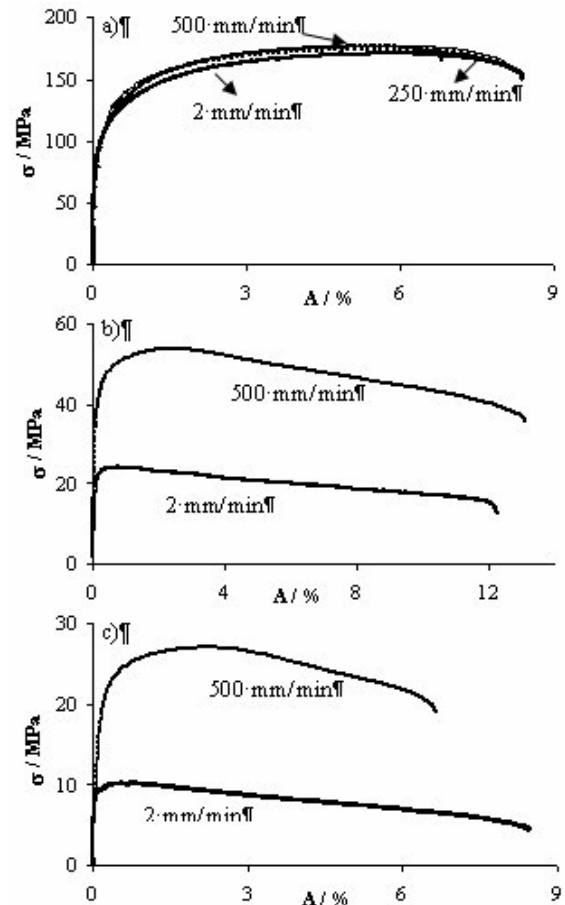


Figura 3. Curvas ingenieriles tensión-deformación del material A6061/Al₂O₃p a: a) T_{amb.}, b) 450 °C y b) 500 °C.

Las curvas de tracción a temperaturas entre 400 y 500°C se caracterizan porque los valores del límite elástico y de la resistencia a tracción son muy similares y están muy próximos entre sí, de tal manera que el inicio de la estricción se produce a deformaciones muy pequeñas, entre 0,5 y 1,2% para la aleación A6061 y entre 0,7 y 2,4 % en el caso del material A6061/Al₂O₃p.

A temperaturas elevadas también se observa un ablandamiento del material a medida que progresa la deformación plástica. Dicho ablandamiento se atribuye principalmente a dos mecanismos: la restauración dinámica y la recristalización [6]. La restauración dinámica viene acompañada de una pérdida de resistencia y un ligero aumento de la ductilidad. La recuperación dinámica es característica de metales con alta energía de defectos de apilamiento como es el caso del aluminio. La recristalización dinámica está relacionada con una disminución de la resistencia y un aumento significativo de la ductilidad.

En la aleación de aluminio A6061, los átomos de soluto favorecen la restauración y en algunos casos

la recristalización dinámica ya que dificultan el movimiento de las dislocaciones, aumentando la energía de deformación almacenada. En el material A6061/Al₂O₃p, el proceso de recristalización aún se ve más favorecido debido a la presencia de partículas de refuerzo.

3.2 Análisis fractográfico.

Un análisis fractográfico de las probetas de tracción del material A6061/Al₂O₃p pone de manifiesto que el compuesto MgAl₂O₄, que rodea las partículas Al₂O₃, condiciona los mecanismos de daño del material durante su deformación plástica. Trabajos publicados indican que en el material A6061/Al₂O₃p coexisten tres mecanismos de rotura: la fractura dúctil de la matriz, la fractura frágil de las partículas de Al₂O₃ y la decohesión matriz-refuerzo [7].

El inicio de la fractura está relacionado con las tensiones locales a las que están sometidas las partículas y la interfase matriz-refuerzo. Si la transferencia de carga desde la matriz al refuerzo es elevada y existe buena adherencia entre ambas fases, se produce la rotura de las partículas. En el caso que la adherencia matriz-refuerzo sea baja, la fractura se iniciará por la decohesión entre ambas fases. En ambos casos, la fractura final se desarrolla mediante la nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades.

En el material A6061/Al₂O₃/26p, a temperatura ambiente la relajación de tensiones por deformación está limitada por la baja ductilidad de la matriz, de tal manera que el nivel de tensiones transmitido desde la matriz a las partículas es suficiente para que se produzca la fractura del refuerzo. También se observa decohesión entre la matriz y el refuerzo como consecuencia de la mala adherencia que existe entre ambas fases (figura 4a).

En la superficie de fractura de la probeta ensayada a 450 °C se observa una matriz muy dúctil, caracterizada por la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos, ya que la matriz es capaz de absorber las tensiones mediante deformación plástica (figura 4b). También se produce la rotura de algunas partículas de refuerzo.

A una temperatura de 500 °C apenas se observan partículas de refuerzo rotas, hay pérdida de ductilidad de la matriz y el mecanismo predominante de daño es la decohesión matriz-refuerzo. A temperaturas elevadas, las tensiones que actúan en la matriz no llegan a transmitirse a las partículas de refuerzo, ya que antes se produce la decohesión matriz-refuerzo por la mala adherencia que existe. La dependencia de la temperatura con las propiedades en la interfase matriz-refuerzo es difícil de determinar, aunque algunos autores sugieren que

la resistencia de la interfase matriz/Al₂O₃ disminuye al aumentar la temperatura [8] [9].

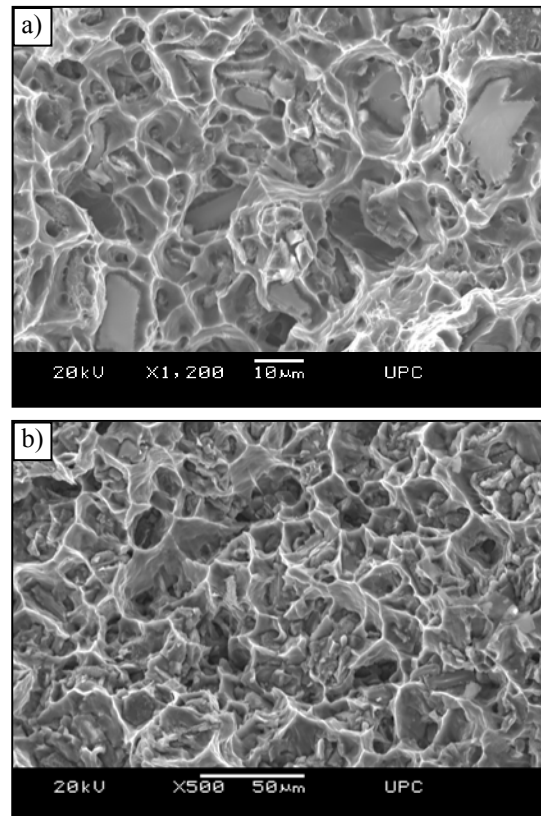


Figura 4. Fractografías, mediante SEM, del material A6061/Al₂O₃p de probetas ensayadas a tracción a 200 mm/min: a) T_{amb} . y b) 450 °C.

3.3 Endurecimiento por deformación

El método de análisis utilizado en este estudio para el tratamiento de datos tensión-deformación supone que el material sigue la ley de Ludwik-Hollomon, en el que el grado de endurecimiento por deformación de un material viene dado por el exponente, n , según la ecuación (1):

$$\sigma = K \varepsilon^n \quad (1)$$

siendo σ la tensión real, K una constante del material y ε la deformación plástica real. El exponente de endurecimiento también mide la deformación uniforme máxima antes de que se produzca la estricción localizada y representa la deformación máxima en aplicaciones ingenieriles.

El exponente de endurecimiento también está relacionado con la velocidad de endurecimiento por deformación, o flujo plástico, según la ecuación:

$$n = \frac{\varepsilon}{\sigma} \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (2)$$

El tratamiento de los datos de tensión-deformación de los ensayos de tracción muestra que las aleaciones de aluminio no tienen una relación de endurecimiento constante, sino que evoluciona a medida que el material se deforma.

En la tabla 4 y 5 se indican los valores de n de la ley de Ludwik-Hollomon para los materiales A6061 y A6061/Al₂O₃p respectivamente.

Tabla 4. Valores del exponente de endurecimiento por deformación de la aleación A6061.

T / °C	V _{deform.} / mm/min	n
T _{amb.}	2	0,48
	250	0,40
	500	0,40
400	2	0,17
	250	0,16
	500	0,30

Tabla 5. Valores del exponente de endurecimiento por deformación del material A6061/Al₂O₃/26p.

T / °C	V _{deform.} / mm/min	n
T _{amb.}	2	0,45
	250	0,46
	500	0,44
450	2	0,13
	500	0,26
500	2	0,10
	500	0,27

A temperatura ambiente la capacidad de endurecimiento de la aleación de aluminio y del material compuesto es prácticamente la misma, para cualquier velocidad de deformación. A temperaturas elevadas, los valores del exponente de endurecimiento n disminuyen tanto para la aleación A6061 como para el material compuesto A6061/Al₂O₃p. A dichas temperaturas, se producen fenómenos de relajación de tensiones, mediante mecanismos como la aniquilación de dislocaciones o activación del movimiento de las mismas por trepado, que favorecen los procesos de restauración y recristalización dinámica y contribuyen a un ablandamiento del material [6]. Cuanto mayor es la velocidad de deformación mayor es también el endurecimiento por deformación.

El análisis de la velocidad de endurecimiento (flujo plástico) a medida que el material se deforma plásticamente y de manera uniforme se ha realizado a partir de las curvas $d\sigma/d\varepsilon - \varepsilon$ (figuras 5 y 6).

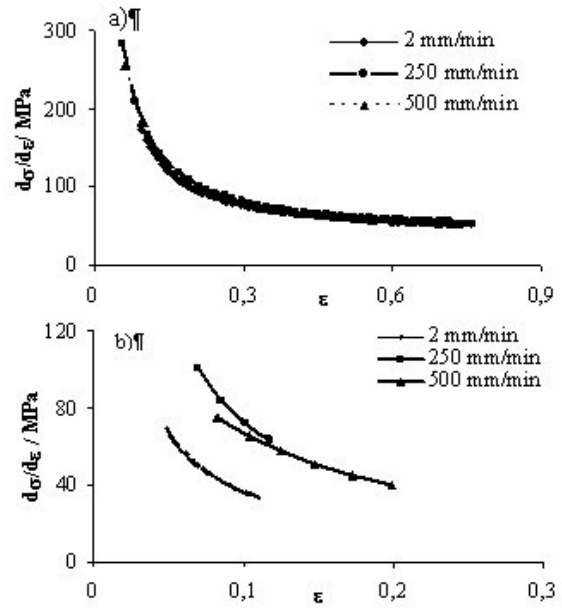


Figura.5. Velocidad de endurecimiento por deformación del material A6061 a: a) T_{amb} y b) 400°C.

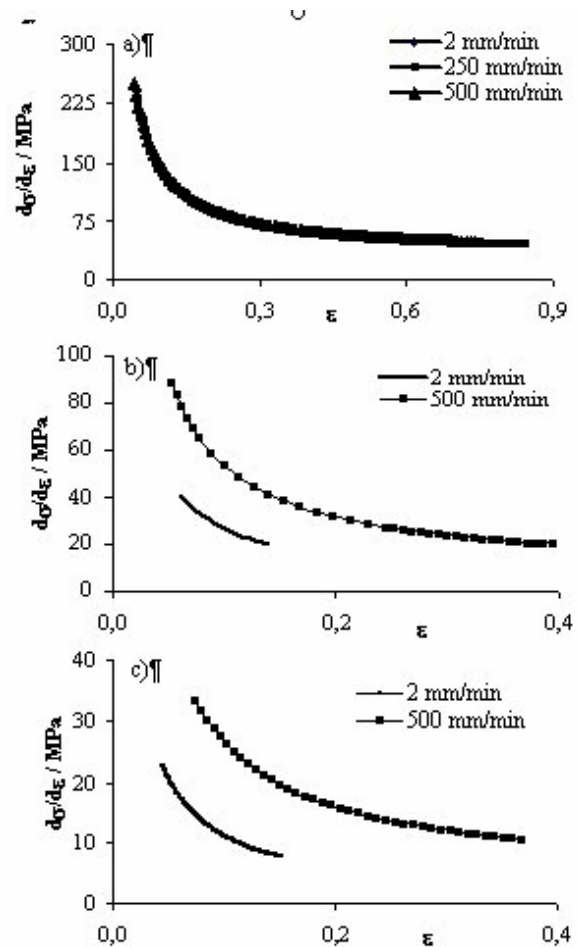


Figura.6. Velocidad de endurecimiento por deformación del material A6061/Al₂O₃p a: a) T_{amb}, b) 450°C y c) 500°C.

A temperatura ambiente, la velocidad de endurecimiento de la aleación de aluminio y del material compuesto disminuye a medida que se deforma plásticamente el material hasta llegar a una deformación para la que el flujo plástico permanece constante (figura 5a y 6a). La velocidad de endurecimiento aumenta con la velocidad de deformación porque no hay tiempo suficiente para relajar las tensiones introducidas durante la deformación.

El flujo plástico se ve favorecido al aumentar la temperatura de deformación pero apenas se altera por la presencia de partículas de Al_2O_3 , disminuyendo ligeramente la velocidad de deformación [10].

4. CONCLUSIONES

1. La máxima ductilidad se obtiene a temperaturas de deformación comprendidas entre 400 y 450 °C, disminuyendo a temperaturas superiores. La fractura del material se produce preferentemente por la nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades en la matriz. En estas condiciones, el daño producido por la rotura de partículas y la decohesión matriz-refuerzo es mínimo.

2. La incorporación de partículas de Al_2O_3 en la aleación A6061 no provoca un aumento significativo de la tensión necesaria para deformar plásticamente el material.

3. El comportamiento del material A6061 y A6061/ Al_2O_3 p durante un proceso de deformación en caliente, entre 400 y 500 °C, se caracteriza por un endurecimiento inicial a deformaciones bajas con un posterior ablandamiento del material, como consecuencia de la recristalización dinámica.

4. La velocidad de endurecimiento disminuye con la temperatura de deformación. Sin embargo, las partículas de refuerzo no tienen un efecto apreciable en este proceso ya que depende básicamente de las propiedades de la matriz..

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al ministerio de Ciencia y Tecnología la ayuda recibida a través del proyecto CICYT: MAT2004-06716-C02-01.

REFERENCIAS

[1] McQueen H.J., Evangelista E., *Materials for lean weight vehicles*, Inst. Materials, pág. 323-332, 1997.

[2] Bindumadhavan P.N., Wah Heng Keng, Prabhakar O., "Assessment of particle-matrix debonding in particulate metal matrix composites using ultrasonic velocity measurements", *Materials Science and Engineering A.*, **323**, pág. 42-51, 2002.

[3] Lloyd D.J., Lagace H., McLeod A., Morris P.L., "Microstructural aspects of aluminium-silicon carbide particulate composites produced by a casting method", *Materials Science and Engineering A*, **107**, pág. 73-80, 1989.

[4] Forn A., Baile M^a.T., Rupérez E., "Spinel effect on the mechanical properties of metal matrix composite AA6061/(Al_2O_3)p", *Journal and Materials Processing Technology*, **6812**, pág. 1-4, 2003.

[5] Li Y., Ramesh K.T., Chin E.S.C., "Comparison of the plastic deformation and failure of A359/SiC and 6061-T6/ Al_2O_3 metal matrix composites under dynamic tension", *Materials Science and Engineering A*, **371**, pág. 359-370, 2004.

[6] Cavaliere P., Evangelista E., "Isothermal forging of metal matrix composites: Recrystallization behaviour by means of deformation efficiency", *Composites Science and Technology*, **66** (2), pág. 357-362, 2005.

[7] Forn A., Baile M., Rupérez E., "Comportamiento a fractura de las aleaciones 6061MMC extruidas y forjadas", *Anales de Mecánica de la Fractura*, **19A**, pág. 269-274, 2002.

[8] Ziv I., Weinberg F., Poole W.J., "The shear strength of alumina/aluminium alloy interfaces", *Scripta Materialia*, **40** (11), pág. 1243-1248, 1999.

[9] Ganguly P., Poole W.J., Lloyd D.J., "Deformation and fracture characteristics of AA6061- Al_2O_3 particle reinforced metal matrix composites at elevated temperatures", *Scripta Materialia*, **44**, pág. 1099-1105, 2001.

[10] Martín E., Forn A., Nogué R., "Strain hardening behaviour and temperature effect on Al-2124/SiCp", *Journal and Materials Processing Technology*, **143-144**, pág 1-4, 2003.

COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE LA PA 6.6 RECICLADA REFORZADA CON FIBRA DE VIDRIO**J. A. Casado, I. A. Carrascal, J. A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana y A. García**

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales. Universidad de Cantabria
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
Avda. Los Castros s/n, 39005-Santander, España.
jose.casado@unican.es

RESUMEN

El ferrocarril utiliza en sus infraestructuras de vía materiales poliméricos para inyectar elementos aislantes y resistentes que incorporan las modernas sujeciones de carril para alta velocidad. Gran parte de estas piezas son desechadas, por producción defectuosa o por rotura en servicio. La recuperación del material polimérico para su posterior reutilización supondría un gran ahorro tanto medio ambiental como económico. En este último aspecto, se puede estimar en unos 8000 euros por kilómetro el ahorro que supondría la recuperación y reutilización total del material constituyente de las placas acodadas de sujeción. El reciclado mecánico tiene grandes ventajas frente a otros tipos de reciclado. Es un proceso sencillo y económico que tan sólo requiere una trituración del material y un posterior moldeado, sin necesidad de tratarlo químicamente. No obstante, cualquier tipo de reciclado va acompañado de una pérdida de calidad del material con una degradación de sus propiedades que pudiera limitar su vida útil. En este trabajo se muestran los primeros resultados de la caracterización en fatiga de las placas acodadas inyectadas con material reciclado y la pérdida de prestaciones sufridas en relación a las placas conformadas con material puro. Este estudio se engloba dentro de otro que pretende establecer un modelo de comportamiento mecánico para las placas en función del grado de reciclabilidad, para conocer su respuesta bajo las condiciones de fatiga y fluencia a que son sometidas en su funcionamiento en vía.

ABSTRACT

The railroad uses in the infrastructure composite materials of polymeric nature to inject insulating and mechanically resistant elements that incorporate the modern rail fastenings for high speed trains. Part of these pieces is rejected, for a defective production or for their break in service. The recovery of the material for its later reutilization would suppose a great saving so much average environmental as economically. In the latter aspect, it is possible to estimate in approximately 8000 Euros per kilometre the saving that would suppose the recovery and total reutilization of the constituent material of the fastening plates. The mechanical recycling has big advantages opposite to other types of recycling. It is a simple and economic process that just needs a crushing of the material and the moulded later one, without need to treat it chemically. Nevertheless, not all sound advantages, since any type of recycling is accompanied of a quality loss of the material with a degradation of its properties that could limit its useful life. In this work the first results of the fatigue characterization of fastening plates injected with recycled material and the loss of properties suffered in relation to those injected with pure material are shown. This study is part of another that pretend to establish a mechanical behaviour model for the insulating parts depending on the recycling degree, to know the response under the fatigue and creep conditions that are submitted in their functioning regime.

PALABRAS CLAVE: Poliamida reforzada, reciclaje, fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

Las infraestructuras ferroviarias utilizan en sus sistemas de fijación placas poliméricas. Parte de las piezas conformadas para tal fin son desechadas, por la producción de piezas defectuosas, por rotura de la placa en servicio, etc. La recuperación del material para su posterior reutilización supondría un gran ahorro tanto económico como medio ambiental. Se puede calcular de manera aproximada el ahorro que supondría la recuperación de las placas acodadas de sujeción para la reutilización de las mismas. Teniendo en cuenta que en

un kilómetro se colocan 1667 traviesas, que cada traviesa lleva cuatro placas de sujeción (dos interiores y dos exteriores), que cada placa cuesta aproximadamente 0,60 euros y que son dos vías las que componen cada tramo (una de ida y otra de vuelta), resulta que, si fuera posible recuperar el 100% de las placas, el ahorro ascendería a 8000 euros por kilómetro.

El reciclado mecánico tiene grandes ventajas frente a otros tipos de reciclado. Es un proceso sencillo y económico que tan sólo requiere una trituración del material y un posterior moldeado, sin necesidad de

tratarlo químicamente, ni someterlo a degradaciones innecesarias.

Sin embargo, cualquier reciclado va acompañado de una pérdida de calidad del material y, por lo tanto, una degradación de las propiedades del material que pudiera limitar su vida útil o aplicabilidad bajo condiciones de sollicitación determinadas. Por ello, es necesario realizar una caracterización que verifique que las piezas fabricadas con el material reciclado son aptas para su uso industrial.

2. MATERIAL OBJETO DE ENSAYO

Los ensayos se realizan con placas acodadas aislantes A2/-5 para sujeción VM de alta velocidad (Figura 1) inyectadas con PA 6.6 reforzada con fibra de vidrio corta y con diferentes composiciones dependiendo del número de reciclados al que haya sido sometida.



Figura 1. Placas acodadas aislantes A2/-5

La Figura 2 muestra esquemáticamente la composición de cada tipo de piezas y cómo han sido obtenidas.

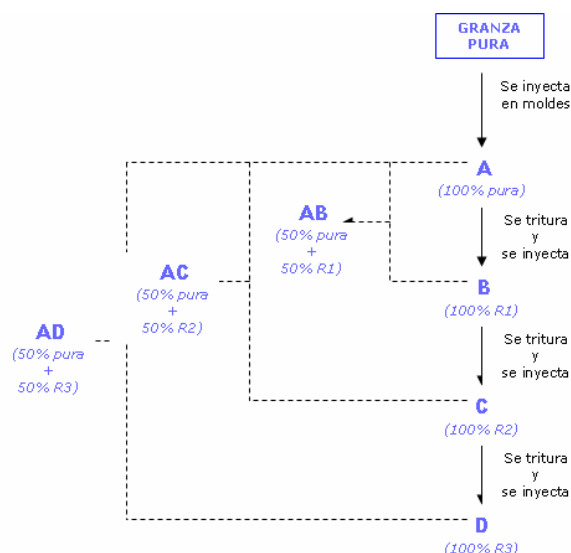


Figura 2. Composición de las diferentes placas

A partir de granza de material puro, tras un proceso de conformado por inyección, se obtienen las piezas denominadas A. Estas son las piezas originales con un 100% de material puro. Las piezas B se obtienen a partir

de la trituración e inyección de las A. Por tanto, son piezas que se han conseguido tras un reciclado (R1). Las piezas C se obtienen a partir de las B, se las realiza dos reciclados (R2). Lo mismo ocurre con las "D" que se han reciclado tres veces (R3). Las piezas AB, AC y AD se consiguen combinando un 50% de material puro (A) con un 50% de un material reciclado una (B), dos (C) y tres veces (D), respectivamente.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Para caracterizar las propiedades físicas, por un lado, se evaluó el número de viscosidad del componente en función del grado de reciclado considerado, siguiendo las prescripciones de la norma UNE-EN ISO 307 [1]. Por otro lado, la influencia del reciclado en las propiedades térmicas de la PA 6.6 reforzada reciclada se analizó empleando técnicas de calorimetría diferencial de barrido (DSC).

La caracterización mecánica se realizó desde el punto de vista estático y dinámico conforme a las indicaciones de la especificación técnica de ADIF, antes RENFE, E.T. 03.360.578.3 [2]. Se empleó el dispositivo indicado en la Figura 3 capaz de reproducir los esfuerzos laterales que la placa recibe en su posición real de trabajo. En el utillaje se coloca la pieza con su correspondiente tornillo, clip y arandela, de tal modo que el simulador del patín contacte con la pieza a lo largo de toda la sección recta de la placa soporte. Para la realización de los ensayos mecánicos el útil simulador de esfuerzos se acopla a una máquina servohidráulica universal de ensayo, marca INSTRON de 250 kN de capacidad. El apriete se realiza por medio de una llave con medidor de par hasta alcanzar los 120 N·m.

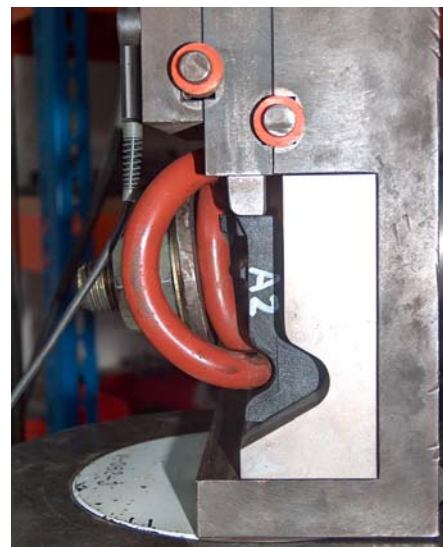


Figura 3. Útil para ensayos mecánicos

Para la realización de los ensayos estáticos bajo carga lateral, previamente, las piezas fueron secadas en estufa

a 100°C durante siete días. El ensayo consistió en aplicar una carga hasta rotura a una velocidad de 1 kN/s.

La caracterización dinámica se efectuó desde dos puntos de vista, alta velocidad de deformación o impacto y fatiga. Para la realización del impacto bajo carga lateral, al igual que en el caso estático, la pieza se ensaya seca. Las condiciones de sujeción de la pieza son exactamente las mismas que para el caso del ensayo estático. Una vez colocado en la máquina de ensayo, el dispositivo se carga hasta 5 kN de compresión, momento en el que se efectúa un desplazamiento instantáneo del aplicador de carga de 6mm o una velocidad de aplicación de carga mínima de 1500 kN/s.

El ensayo de fatiga se realizó sobre piezas en estado de recepción, es decir, con una humedad del 1.5% en peso. Para la caracterización dinámica en fatiga, se realizaron ensayos de fatiga acelerados LOCATI [3-4]. Se efectuó con el mismo útil y las mismas condiciones de sujeción que en los dos ensayos anteriores.

El ensayo Locati consiste en aplicar una fuerza máxima escalonada y creciente a partir de un valor inferior al límite de fatiga, durante un número constante de ciclos a una frecuencia determinada. En este estudio se aplicaron bloques de ondas senoidales de 20.000 ciclos a 5 Hz. La carga mínima se mantuvo constante en todos los ensayos en 5 kN. La carga máxima se incrementó en 1 kN para cada escalón de carga desde el inicial de 40 kN. La Tabla 1 muestra los parámetros empleados en este ensayo, indicando en cada escalón de carga, la fuerza máxima, mínima media y amplitud.

Tabla 1. Parámetros del ensayo Locati

Esc.	Intervalo Ciclo·(10 ³)	F _{max} (kN)	F _{min} (kN)
1	0-20	40	5
2	20-40	41	5
3	40-60	42	5
4	60-80	43	5
5	80-100	44	5
6	100-120	45	5
7	120-140	46	5
8	140-160	47	5
9	160-180	48	5
10	180-200	49	5
11	200-220	50	5
12	220-240	51	5
13	240-260	52	5
14	260-280	53	5
15	280-300	54	5
16	300-320	55	5

Con este ensayo se estima, con una única prueba, el límite de endurancia del componente en estudio y permite comparar los diferentes parámetros dinámicos determinados en cada ensayo realizado.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los valores obtenidos en el ensayo de viscosidad se representan en la Figura 4.

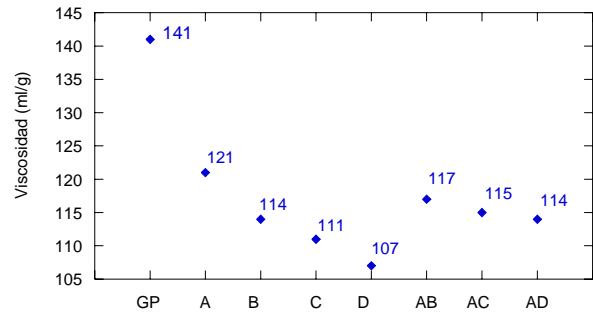


Figura 4. Resultados del ensayo de viscosidad

Se observa una disminución progresiva de la viscosidad dependiendo del número de reciclados. Existe una notable diferencia entre el número de viscosidad de la granza pura (GP) y la muestra de material puro (A), lo que puede significar que el proceso de inyección aumente la fluidez como consecuencia de la rotura de cadenas poliméricas. Si la viscosidad disminuye, el material se torna más blando. Esto hace que las piezas sean menos resistentes y disminuya su vida útil. Por ello es primordial conocer la viscosidad del material.

La disminución del número de viscosidad tras realizar tres reciclados es significativa (11,57%). Se puede observar que la viscosidad de las muestras combinadas (AB, AC y AD) coincide prácticamente con el valor medio de los dos componentes que poseen al 50%. Así se comprueba que el valor de AB (117 ml/g) coincide con la media de los valores de A y B (117,5ml/g). Lo mismo ocurre con AC (115ml/g) y la media entre A y C (116ml/g). También se verifica con AD (114ml/g) y el valor medio entre A y D (114ml/g).

Los ensayos estáticos de resistencia bajo carga lateral se representan en la Figura 5. Se prescinde de los resultados obtenidos con reciclados intermedios, ya que las diferencias entre ellos son mínimas.

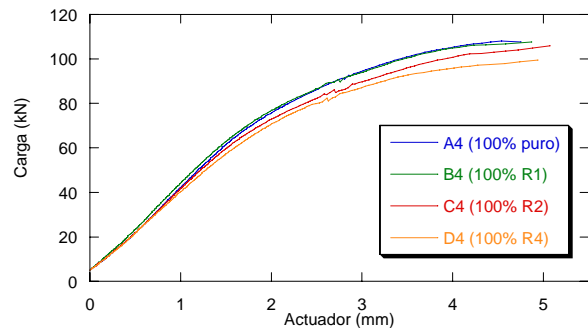


Figura 5. Ensayo estático de resistencia lateral

Aparentemente no se observan grandes diferencias entre el comportamiento a carga estática de las diferentes piezas. Se advierte que la curva de la pieza de material

puro A se encuentra ligeramente por encima de las curvas del resto de piezas. La resistencia a compresión de la pieza original y la reciclada en primer orden son muy similares, disminuyendo la resistencia con reciclados posteriores.

Sustituyendo el desplazamiento del actuador de la máquina de ensayos por la medida del desplazamiento del patín del carril, registrada a través de un comparador LVDT, los resultados obtenidos son similares, como se muestra en el gráfico de la Figura 6.

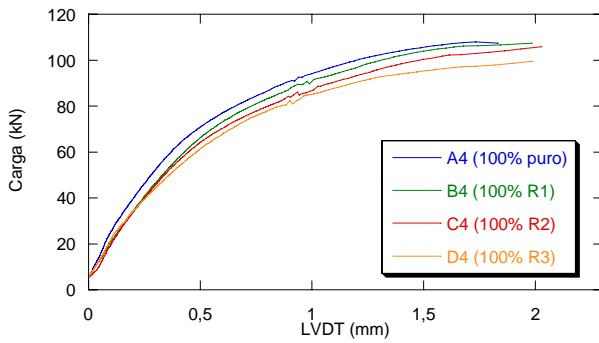


Figura 6. Ensayo de estático (LVDT)

Las mejores características son las de la pieza correspondiente al grado de reciclado del tipo A, cuya curva se mantiene por encima del resto, mostrándose la deformación de la placa en rotura como un parámetro bastante aleatorio e independiente del grado de reciclado.

En el gráfico de la Figura 7 se presenta, para las diferentes piezas ensayadas, el comportamiento al ser sometidas a un impacto súbito prescindiendo, como en el caso anterior, de las placas inyectadas con mezclas de reciclados.

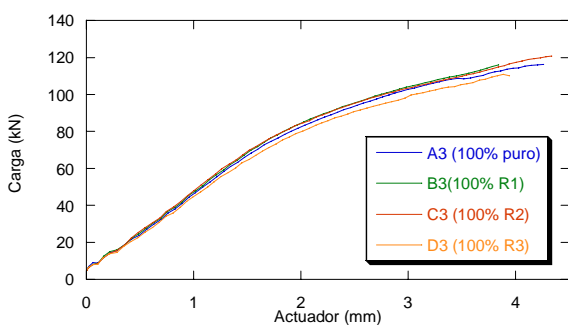


Figura 7. Ensayo de impacto bajo carga lateral

Los resultados de esta prueba no son tan concluyentes como en el caso estático. No es posible definir una tendencia de comportamiento de las piezas sometidas a este ensayo, ya que los resultados no guardan ninguna correlación atribuible a los diferentes reciclados.

No obstante, se observan unas prestaciones mecánicas descendentes con el grado de reciclaje, con la excepción

del material reciclado dos veces que se sale de la tendencia general.

Tras la realización del ensayo de fatiga acelerado LOCATI sobre las placas recicladas se obtienen los resultados representados en el gráfico de la Figura 8 donde se muestra la envolvente de las curvas de acortamiento, por efecto de las cargas dinámicas de compresión aplicadas sobre las placas objeto de ensayo, ΔL , en función de número de ciclos de carga aplicado sobre las mismas.

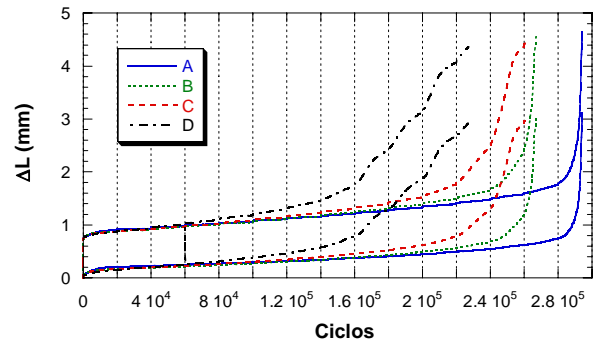


Figura 8. Ensayo LOCATI

Se observa que la deformación crece lentamente a medida que aumenta el número de ciclos y la carga aplicada en cada escalón. Sin embargo, se advierte que a partir de un nivel de carga determinado la curva de deformación comienza a crecer de forma inestable. A este nivel se le llama escalón crítico.

Para definir este escalón o nivel crítico se empleó el método de la derivada de la deformación máxima respecto al número de ciclos [5]. El escalón crítico se sitúa en el nivel donde la derivada de la deformación máxima no llega a alcanzar el valor nulo, como se aprecia en la representación gráfica de la Figura 9.

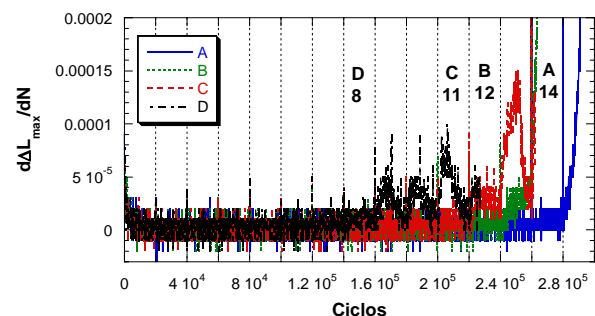


Figura 9. Determinación del escalón crítico

Teniendo en cuenta que el límite de fatiga se puede definir en un ensayo LOCATI como el escalón inmediatamente inferior al crítico [6], en la Figura 10 se representa la variabilidad de dicho parámetro en función del grado de reciclado.

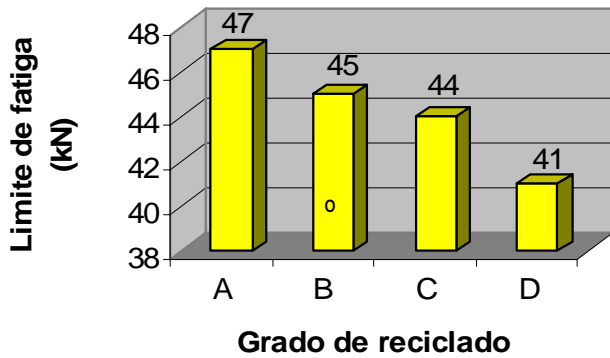


Figura 10. Evolución del límite de fatiga

Se puede apreciar que las placas del tipo D (R3), inyectadas con material reciclado en tres ocasiones, presentan una disminución de la resistencia a la fatiga en torno al 13%, con respecto de la placa patrón del tipo A, inyectada con material puro.

Para definir este nivel se puede emplear también, como método alternativo, el parámetro de rigidez que se define como la relación entre la variación de la carga y la variación de la deformación, según la expresión:

$$\text{Rigidez} = \frac{\Delta F}{\Delta L} \quad [\text{kN/mm}] \quad (1)$$

Si se representa el parámetro de rigidez frente al número de ciclos se obtiene la gráfica de la Figura 11 para las muestras correspondientes a los distintos reciclados considerados.

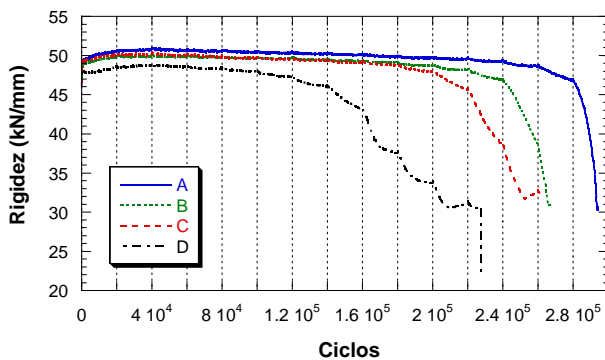


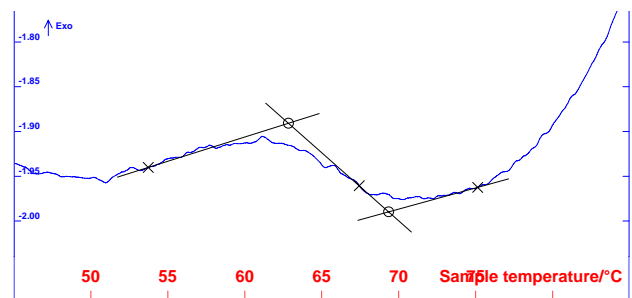
Figura 11. Evolución del parámetro rigidez en el ensayo LOCATI

De esta manera, en este gráfico también se puede observar que a partir de un cierto nivel, nivel crítico, se produce un descenso inestable de la rigidez.

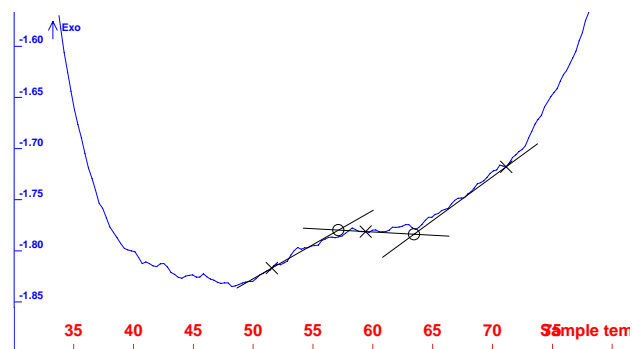
Estos resultados se correlacionan con los obtenidos en los análisis térmicos por medio de la técnica DSC, estableciéndose una temperatura de transición vítrea, T_g , 7 °C inferior en el caso del reciclado de tercer orden con

respecto a la placa original. Este hecho se puede apreciar en los gráficos de la Figura 12, en los que se muestra para las placas analizadas del tipo A y D (condiciones comparativas extremas hasta el momento verificadas), los valores de las temperaturas de transición vítrea, T_g , correspondientes.

Durante el proceso de la fatiga la temperatura del componente de naturaleza termoplástica se incrementa paulatinamente y, en el instante que se alcanza la T_g , el polímero se torna blando y deformable. En estas condiciones, el refuerzo de fibra de vidrio pierde su eficiencia, siendo el propio polímero, exclusivamente, quien a través de mecanismos de transferencia de carga por fisuras cohesivas o “crazes” soporta los esfuerzos dinámicos aplicados [7]. A partir de este instante se aceleran los mecanismos que conducen a la inestabilidad final y rotura del componente. Por lo tanto, si la temperatura de transición vítrea del componente disminuye, el fallo por fatiga, se producirá antes ya que esta temperatura se alcanzará en un número de ciclos total más bajo.



T_g placa del tipo A: 67,43 °C



T_g placa del tipo D: 60,22 °C

Figura 12. Determinación de T_g

Se puede determinar, por lo tanto, que a medida que disminuye la temperatura de transición vítrea del polímero, también lo hace su límite de fatiga, como se muestra en el gráfico de la Figura 13, disminuyendo así la vida útil del componente.

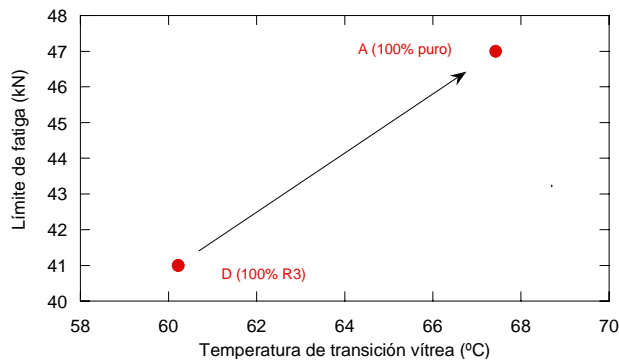


Figura 13. Relación Límite de fatiga- T_g .

5. CONCLUSIONES

En este artículo se ha mostrado que parámetros físicos, intrínsecos de la PA 6.6 reforzada con fibra de vidrio, como la viscosidad y su temperatura de transición vítrea, T_g , sirven como indicadores del comportamiento mecánico de piezas de inyección para sujeción de vía de ferrocarril de alta velocidad, conformadas con grana pura o mezclada con material reciclado, en una o más ocasiones, y en diferentes proporciones.

Se ha comprobado que una viscosidad alta propicia resistencia mecánica elevada y una disminución de este parámetro un descenso de la misma. En este sentido, la reutilización del material produce que, durante su reinyección, las cadenas poliméricas reduzcan su longitud al romperse bajo los esfuerzos de cizalla a los que son sometidas, traduciéndose en una mayor fluidez del material y menor resistencia mecánica.

La temperatura de transición vítrea del material, T_g , limita su utilización bajo condiciones de seguridad, ya que, una vez alcanzada y superada, el material pierde drásticamente su capacidad resistente, al disminuir o anularse la efectividad del refuerzo de fibra de vidrio.

Los resultados de carga y de deformación hasta rotura encontrados en los ensayos estáticos y de impacto, apenas difieren entre las distintas placas. Por lo que, a priori, no supondría un problema la utilización de las piezas recicladas hasta tres veces.

Sin embargo, se ha demostrado, a través del ensayo LOCATI, que la aplicación de esfuerzos que generan incremento térmico del material y superación de T_g , marcan diferencia de comportamiento entre las placas inyectadas con material reciclado en varias ocasiones y en diferentes porcentajes. De este modo, ha sido posible medir disminuciones de resistencia a la fatiga de hasta un 13% entre la pieza sin reciclar y la pieza reciclada tres veces, limitándose de modo importante el empleo de éstas últimas en condiciones que favorecen el aumento de temperatura.

Se ha determinado que el reciclaje genera una caída de la temperatura de transición vítrea y, a medida que disminuye este valor (aumento del grado de reciclado), también lo hace el límite de fatiga del material, disminuyendo su vida útil bajo esfuerzos cíclicos.

Para condiciones de trabajo en las que el material estuviera sometido a esfuerzos que no favorecen incrementos térmicos importantes, la opción de recuperar piezas y reutilizarlas hasta tres veces, sería viable. De lo contrario, la recuperación del material no sería posible ya que su resistencia mecánica se reduce fuertemente.

En cualquier caso, una vez conocidas las condiciones de trabajo exigidas para las piezas, sería posible definir un criterio de selección del número óptimo de reciclados o, en su caso, el porcentaje de sustitución en grana pura de material reciclado, para recuperar piezas usadas. Esto último es el objetivo de un proyecto más amplio cuya fase inicial la constituye este estudio.

AGRADECIMIENTOS

Los autores del trabajo desean agradecer la colaboración prestada a la empresa CEBUTOR, S.L. Industria Transformadora de Plásticos, por la preparación del material y posterior inyección de las piezas acodadas para sujeción de vía de ferrocarril con diferente grado de reciclado.

REFERENCIAS

1. UNE-EN ISO 307. Plásticos. Poliamidas: 1998. Determinación del número de viscosidad.
2. Mantenimiento de Infraestructura de RENFE. Dirección Técnica. Jefatura de Vía. Especificación Técnica: E.T. 03.360.578.3. "Placas acodadas ligeras de sujeción". 1ª Edición, mayo 1998.
3. Locati, L. La Fatica dei Materiali Metallici. Ulrico Hoepli. Milano. 1950.
4. Locati, L. Programmed Fatigue Test, Variable Amplitude Rotat. Metallurgia Italiana. Vol 44, nº 4, pp 135-144. 1952.
5. J. A. Casado. Tesis Doctoral. "Comportamiento en fatiga de poliamidas reforzadas con fibra de vidrio corta". Universidad de Cantabria. (Abril, 2001).
6. I. A. Carrascal. Tesis Doctoral. "Optimización y análisis de comportamiento de sistemas de la sujeción para vías de ferrocarril de alta velocidad española". Universidad de Cantabria. (Octubre, 2006).
7. J. A. Casado, I. Carrascal, J. A. Polanco and F. Gutiérrez-Solana. "The assessment of fatigue damage on short-fibre-glass reinforced polyamides (PA) through the surface roughness evolution". Polymer Composites, Volume 27, Issue 4, pp. 349-359. August 2006.

EFFECTO DE LA INCORPORACION DE MICROESFERAS SOBRE LAS PROPIEDADES DE ALEACIONES DE PA/PP

A.Valea*, P.F. Salas*, I. Mondragón*, F.J.Juanes*, M.L. González*

*Dpto. Ingeniería Química y del Medio Ambiente

*Escuela de Ingeniería Técnica Industrial, Universidad del País Vasco

Plaza de la Casilla 3, 48012 Bilbao, España.

Email iapvapea@lg.ehu.es

RESUMEN

Las mezclas de poliamida (PA) y polipropileno (PP) ofrecen oportunidades atractivas para el desarrollo de materiales con nuevas propiedades, cuando son compatibilizadas adecuadamente, ya que combinan las propiedades termomecánicas de la PA y la facilidad de procesado del PP. El propósito del presente trabajo, ha sido evaluar las propiedades y la interacción entre fases, en mezclas ternarias de poliamida 6 (PA6), polipropileno (PP) y compatibilizante propileno maleato (PP-g-AM), para establecer una correlación entre la morfología de las mezclas binarias y ternarias con las propiedades térmicas y mecánicas, respectivamente. La influencia del anhídrido maleico (AM) en la interfase de mezclas inmiscibles de PP/PA6 fue estudiada por microscopía electrónica de barrido. Las propiedades térmicas y mecánicas se determinaron por HDT, módulo de tracción, impacto Charpy y dureza Shore D.

ABSTRACT

Polypropylene and polyamide blends offer attractive opportunities for the development of materials with new properties when they are made compatible, because they combine the thermomechanical properties of the polyamide and easy processing characteristics of polypropylene. The aim of this work, it has been to evaluate the properties and the phases interactions in ternary blends of polyamide 6 (PA6), polypropylene (PP) and grafted polypropylene – maleic anhydride (PP-g-MA) also establish a correlation between the morphology of the binary systems and ternary, with the thermal and mechanics properties respectively. The influence of anhydride maleic (MA) at the interface of immiscible PP/PA6 blends, was studied by scanning electron microscopy. The thermal and mechanical properties are determined by HDT, tensile modulus, Charpy impact and hardness Shore D.

PALABRAS CLAVE: Blends PA/PP; compatibilización; propiedades mecánicas

1. INTRODUCCIÓN

La mezcla de poliolefinas con plásticos ingenieriles ha sido el foco de atención en la ingeniería de polímeros durante muchos años. De entre ellas, las mezclas físicas de polipropileno y poliamida han recibido mucha atención en los últimos tiempos debido a que combinan las propiedades termodinámicas de la poliamida y la facilidad de procesado del polipropileno [1-5].

Las mezclas de polímeros polipropileno/poliamida son inmiscibles debido a su diferente polaridad y morfología cristalina, lo que genera compuestos con bajas propiedades mecánicas y su uso está limitado en numerosas situaciones. Sin embargo, debido a que estos polímeros son termodinámicamente inmiscibles, sus mezclas generalmente conducen a sistemas multifásicos [6-7], cuyas propiedades dependen en gran medida de la dispersión mutua de los componentes. Las propiedades mecánicas de estas mezclas inmiscibles, que presentan una baja adhesión interfacial y una elevada tensión interfacial entre las fases dispersa y continua, pueden ser modificadas con la adición de un agente compatibilizante [8-9], el cual mejora la adhesión

interfacial y la dispersión de fases.

Numerosos estudios muestran que la microestructura, la estabilidad de fases y la adhesión interfacial influyen en gran medida en las propiedades de los compuestos poliméricos. Además, el control del tamaño, la forma y la distribución de la fase dispersa en la matriz, o el grado de continuidad en la mezcla de polímeros, implica un control de las propiedades finales. Se ha puesto mucha atención en encontrar monómeros reactivos que contengan grupos polares en el polipropileno. El bloque formado puede servir como compatibilizante a la hora de reducir la tensión interfacial, modificar la microestructura, o impedir que la fase dispersa produzca coalescencia durante el proceso de fusión de la mezcla [10-11].

En un intento de incrementar la compatibilidad entre estos polímeros, se ha empleado diferentes agentes compatibilizantes como un tercer compuesto en la mezcla. Estos compuestos se basan en polipropileno funcionalizado con ácido acrílico [12-13], anhídrido maleico [14-15], otros modificadores termoplásticos polares como son los ionómeros o funcionalizados con

copolímeros de bloque estireno. Además de la importancia de entender la correlación entre la estructura y propiedades de este tipo de mezcla, especialmente en términos de efecto de compatibilización sobre la estructura cristalina de los materiales; poca información aparece en la bibliografía.

En años pasados, se ha hecho mayor énfasis en el estudio de la compatibilización reactiva de mezclas de polímeros incompatibles, incrementando así la generación de copo-límeros [16]. El principio básico fundamental de la compatibilización reactiva, es la capacidad del grupo funcional presente en uno o en ambos polímeros para formar injertos o bloques de copolímeros en el momento del mezclado. El efecto de la reacción química en la morfología de la interfase para mezclas reactivas, depende principalmente de su transformación. Para sistemas PP/PA6/AM existen maneras diferentes de obtener mezclas con condiciones reactivas y no reactivas; lo ideal es que con una etapa sencilla de mezclado se consiga obtener la mejor estabilidad morfológica, lo que significa que la mezcla es homogénea y que se obtendrán resultados favorables en los ensayos térmicos y mecánicos [17-18].

En este trabajo, se ha estudiado el nivel de compatibilización de sistemas binarios de PA6/PP y de los mismos con un agente de acoplamiento, teniendo en cuenta la dificultad que se presenta al procesar la PA6, debido a su baja resistencia en fundido. Se prepararon diversas mezclas variando la composición de poliamida y polipropileno (90/10-75/25-60/40-10/90), así como el porcentaje de agente de compatibilización. Las matrices se mezclaron en una extrusora de husillo sencillo con regulador de velocidad y temperatura. Los materiales compuestos obtenidos del mezclado por extrusión han sido moldeados por inyección, dando lugar a probetas para su caracterización.

Se analiza el efecto de la morfología con la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM), y las propiedades térmicas y mecánicas de mezclas de PP y PA6, los cuales son conocidos como polímeros incompatibles; así mismo se ha evaluado el efecto que produce la incorporación a las mezclas de anhídrido maleico (AM) [17] como compatibilizante, en pequeñas concentraciones (0,5-1,0-1,5% w), que reduce la tensión interfacial de cada componente, previniendo aglomeraciones de los mismos y mejorando la dispersión de la fase PA6 en la matriz de PP y viceversa[19-20]. La disminución de la tensión interfacial entre las fases, se ve directamente representada en la mejora de todas sus propiedades.

Finalmente, se aportan resultados de la incorporación de microesferas huecas y sin tratamiento superficial (Fillite) y también de microesferas macizas tratadas superficialmente con tratamiento hidrofóbico (compatibilizante específico para PP). Aunque han sido realizados estudios de propiedades mecánicas, fisicoquímicas y dimensionales en este trabajo se discutirán solamente las propiedades térmicas.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1 Materias Primas

Para la composición de las matrices se ha empleado poliamida-6 de dos tipos; PA6 (K4008) suministradas por REPOL y PA6 (C206) de TECHNYL. El polipropileno (PP) Isplen T5 utilizado para realizar las matrices es de REPSOL YPF. Como compatibilizantes para la elaboración de sistemas ternarios se han empleado dos tipos de funcionalizados con anhídrido maleico (AM), el Epolene 43 (E-43) y el G-3003, proporcionados por EASTMAN CHEMICAL Co. en concentraciones de 0,5-1,0-1,5% sobre mezclas de polímeros de PA6/PP. Las microesferas huecas utilizadas han sido del tipo Fillite (sin tratamiento superficial) y las microesferas macizas han sido del tipo Sovitec (con tratamiento superficial específico para PP).

2.2 Procesado

Previo secado de la granza en una estufa de vacío a 70 °C durante 12 horas, se han preparado mezclas en una extrusora Davies Standard Co. [17], de husillo sencillo de 18 mm, con tres zonas reguladas de temperatura aparte de la boquilla y con baño de enfriamiento. El proceso de mezclado se llevó a cabo regulando la temperatura (270 ± 10 y $231,5 \pm 3,5$ °C) y la velocidad (11 ó 19 rpm), de acuerdo con las diferentes composiciones de estos materiales y se determina cual es el porcentaje de compatibilizante adecuado para el que los valores de las propiedades mecánicas y térmicas resulten óptimas para las probetas ensayadas. Las probetas se han fabricado a una presión de $(1070 \pm 70) * 10^5$ Pa y $(277,5 \pm 7,5)$ °C, en una prensa de inyección automática Battenfeld Plus 250 que posee moldes diseñados de acuerdo a la geometría establecida por la norma UNE 53023-86. Se ha tomado en consideración la norma UNE 53003 – ISO 291 referente al acondicionamiento de probetas y atmósferas relativas a los ensayos.

2.3 Morfología de las mezclas

La morfología ha sido estudiada por microscopía electrónica de barrido (SEM), con un equipo JEOL 5510. La superficie de las muestras de rotura, fueron metalizadas con Au/Pd para mejorar la conducción del haz de electrones en las matrices de PA6/PP/AM.

2.4 Ensayos mecánicos

El módulo en tracción tanto para sistemas binarios, como compatibilizados, se ha medido en una Máquina Universal de Ensayos Ibertest mod. ELIB 50W (cf. UNE 53023) a 5mm/min, con un extensómetro de 25 mm y en un recinto debidamente dispuesto para ensayos de este tipo.

La resistencia a impacto se ha efectuado bajo la Norma cf. UNE 53021 en un equipo Jaime Bot i Riera con

péndulo Charpy de 7,5 J. Las probetas ensayadas no necesitaron de entalla para romper con el impacto.

Las indentaciones que se realizaron se midieron de acuerdo a la Norma cf. UNE 53130 correspondiente a Dureza Shore D para polímeros termoplásticos con un equipo Bareiss L-61.

2.5 Ensayos térmicos estáticos

La temperatura de flexión bajo carga o HDT (cf. UNE 53075) se ha determinado con un equipo Deflex Jaume Bot i Riera, con comparadores de precisión $\pm 0,01$ m, la velocidad de calentamiento del ensayo de 50 °C/h.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 Morfología

El efecto del tipo de compatibilizante, puede verse comparando las morfologías de las mezclas. Las micrografías que se presentan a continuación, muestran aleaciones sin y con presencia del agente de acoplamiento. La Fig.1 corresponde a una micrografía de una mezcla no compatibilizada 90/10 de PA6 (Repol)/PP.

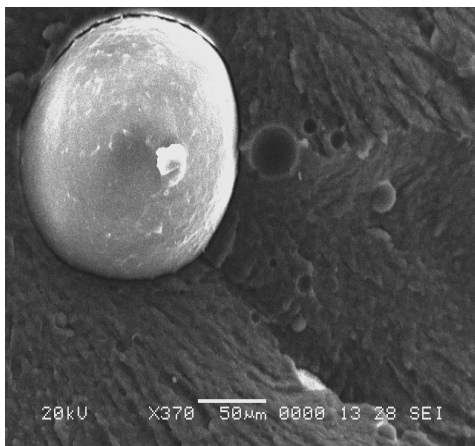


Figura 1. Micrografía electrónica de barrido (SEM) de PA6(Repol)/PP/PP-g-AM- 90/10/0

La inmiscibilidad de los dos componentes resulta visible, observándose que la fase dispersa (PP) no se ha disgregado sobre la fase continua de la matriz. Las partículas de PP presentan un diámetro mayor, debido a la escasa compatibilización. La presencia de agujeros entre las partículas esféricas de la fase dispersa de PP y la fase continua de PA6, es una prueba de la falta de adhesión entre los homopolímeros. La micrografía de la Fig. 2, muestra una disminución considerable en el tamaño de partícula del PP, reduciéndose también la tensión interfacial entre las fases.

Las Fig. 3 y 4, muestran que el diámetro de partícula de polipropileno disperso disminuye al aumentar la concentración de compatibilizante en la aleación.

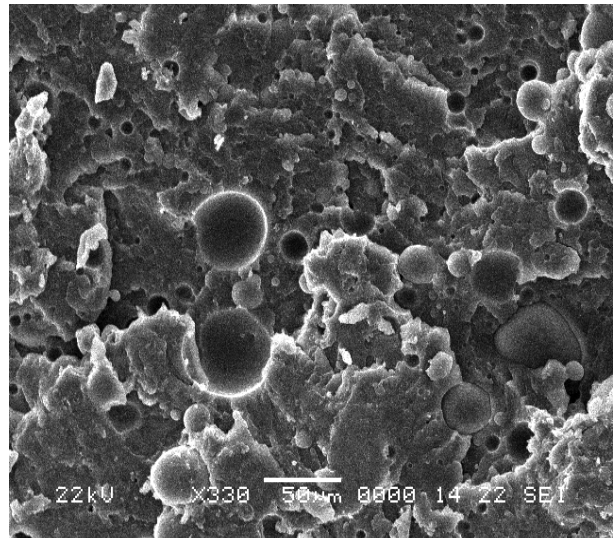


Figura 2. Micrografía electrónica de barrido (SEM) de PA6(Repol)/PP/PP-g-AM- 90/10/0,5

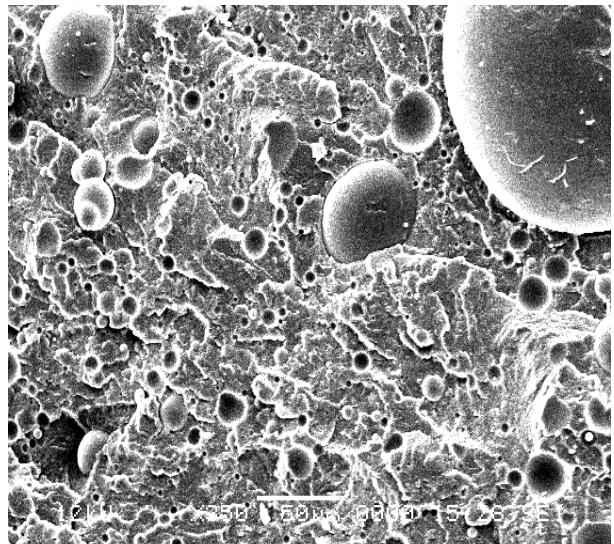


Figura 3. Micrografía electrónica de barrido (SEM) de PA6(Repol)/PP/PP-g-AM- 90/10/1

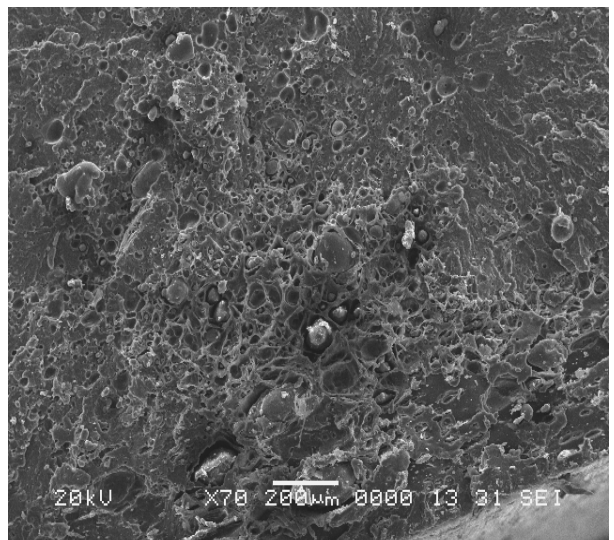


Figura 4. Micrografía electrónica de barrido (SEM) de PA6(Repol)/PP/PP-g-AM- 90/10/1,5

Este comportamiento esta de acuerdo con las mejoras indiscutibles de las propiedades mecánicas y térmicas, lo cual se puede atribuir a que el sistema binario se homogeniza y reduce el tamaño de sus partículas a medida que se agrega compatibilizante.

3.2 Propiedades mecánicas y térmicas

La adición del agente de compatibilización disminuye la tensión interfacial entre las fases aumentando la adhesión entre fases, y disminuyendo el tamaño de la fase dispersa. Esto produce una mejora en las propiedades mecánicas y térmicas en relación con las mezclas binarias. Después de mezclar y ensayar una serie de composiciones de PA6/PP (90/10-75/25-60/40-10/90) es importante destacar que en la aleación 60/40 de PA6/PP con PA6 de TECHNYL, es donde se presenta el mayor valor de HDT para la mezcla con adición del compatibilizante E-43 en proporción del 1,5% cuyo valor es de 60,6 °C, registrando un aumento de 34,6% respecto a la misma composición sin compatibilizante que tiene un HDT de 45 °C; esto se puede ver claramente en la Fig 5.

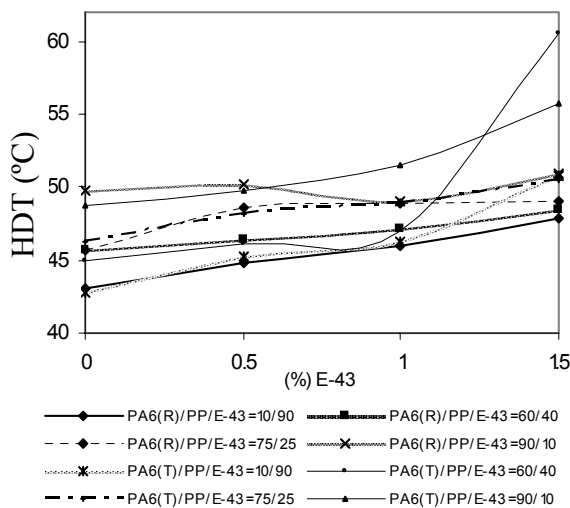


Figura 5. Influencia del compatibilizante E-43 sobre HDT para aleaciones de PA6/PP

Según las microfografías observadas, esto se puede atribuir a que el compatibilizante en esta concentración (1,5%) y para esta proporción de poliamida (TECHNYL)/ polipropileno, se adhiere mejor a las partículas de la fase dispersa (PP) de tal forma que se transmiten esfuerzos a lo largo de toda la matriz.

Para el caso de la aleación PA6/PP en proporción 60/40 el incremento en el módulo de tracción es muy representativo, más que cuando el sistema lleva incorporado PA6 de REPOL.

El valor del módulo es de 3876,3 MPa en un sistema PA6(R)/PP/AM(G-3003) : 60/40/1,5, lo que representa un aumento del 254% respecto al sistema PA6(R)/PP sin compatibilizante con un módulo de 1093 MPa. Se puede analizar el módulo de la matriz PA6(T)/PP/G-

3003 : 60/40/1,5 cuyo valor es de 3157,2 MPa con el de su mismo sistema binario (PA6(T)/PP/G-3000 : 60/40/0) con un módulo de 1041,3, el aumento es del 203,2%. El incremento es mayor cuando se compara el módulo (3730,7 MPa) para el sistema PA6(T)/PP/E-43 : 60/40/1,5 con el del mismo sistema PA6(T)/PP sin compatibilizante (1041 MPa) para el cual el crecimiento del módulo resulta ser de 258%.

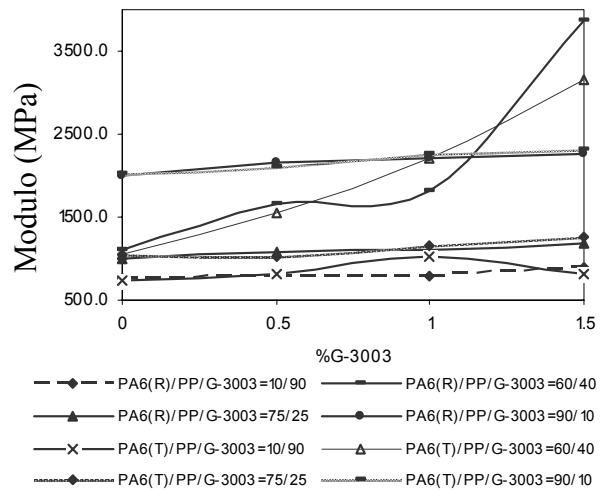


Figura 6. Influencia del compatibilizante G-3003 en el módulo de tracción para aleaciones de PA6/PP

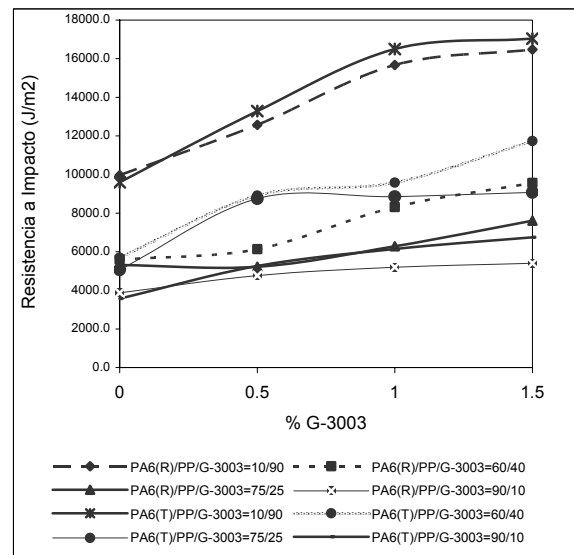


Figura 7. Influencia del compatibilizante G-3003 en la resistencia a impacto para aleaciones de PA6/PP

En pruebas de impacto las matrices con PA6 tanto de REPOL como de TECHNYL utilizando como compatibilizante G-3003, tienen mayor incremento que las que contienen E-43. El aumento para una mezcla 90/10/1,5 de PA6(T)/PP/G-3003 es de 77,5% con una resistencia a impacto de 17039,2 MPa comparada con la composición 90/10 de PA6(T)/PP sin compatibilizante y

Tabla 1: Temperatura de fusión; entalpía de fusión y porcentaje de cristalinidad de aleaciones de PA6 (Technyl) y PP, con y sin compatibilidad G-3003y Fillite

Formulación (%)				Primer pico PP			Segundo pico PA6(T)		
PP	PA6(T)	G3003	Fillite	T _{m1} (°C)	ΔH _{m1} (J/g)	X _{w1} (%)	T _{m2} (°C)	ΔH _{m2} (J/g)	X _{w2} (%)
0	100	0	0	-	-	-	221,26	67,40	32,25
40	60	0	0	143,43	23,55	12,39	221,78	39,27	18,78
40	60	1	0	146,66	20,83	10,96	220,43	33,41	15,98
40	60	0	3	147,25	24,59	12,94	221,14	40,19	19,23
40	60	1	3	148,32	24,06	12,66	222,11	37,05	17,73
40	60	0	5	147,36	24,76	13,03	220,99	36,58	17,50
40	60	1	5	148,61	25,23	13,28	222,21	37,99	18,18
100	0	0	0	151m89	72,68	38,25	-	-	-

con un valor de resistencia a impacto de 9600,4 MPa. Al incrementar el porcentaje de compatibilizante (0,5-1,0-1,5%) tanto de G-3003 como de E-43 aumenta la dureza; efecto que se ve aumentado en gran medida cuando el porcentaje de PA6 en la aleación es mayor. El empleo del compatibilizante G-3003 sobre las mezclas binarias con PA6 de Technyl, genera aumentos adicionales en la dureza Shore D, para el caso de la aleación 90/10/1,5 de PA6(T)/PP/G-3003 con una dureza de 88,4 el incremento es de 9,9% si se compara con la mezcla 90/10 de PA6(T)/PP sin compatibilizante que tiene dureza de 80,4 °ShD.

En el sistema PA6(T)/PP/Fillite, se aprecia que la incorporación de microesferas huecas de vidrio a la formulación de la aleación termoplástica produce modificaciones en las propiedades mecánicas, físicas y térmicas, así como en la procesabilidad de los polímeros (21-24), también se mejoran las propiedades de superficie (resistencia a la abrasión y al rayado), al mismo tiempo que se mejora el acabado superficial (23). Seguidamente discutiremos algunas de las propiedades térmicas.

En la Tabla 1 se muestran los valores obtenidos para las temperaturas de fusión, entalpía de fusión y porcentaje de cristalinidad, para el sistema binario PA6(T)/PP = 60/40 con y sin compatibilizante G-3003 (con 0% y 1% wt.), sin carga de microesferas, y para las aleaciones de PA6(T)/PP/G3003 = 60/40/0% y 1% respectivamente, con microesferas (Fillite) en porcentajes del 3 y 5% wt. respectivamente.

Cuando se incorporan las microesferas de vidrio, la temperatura de fusión del pico del PP en la mezcla PA6(T)/PP =60/40 parece no verse afectado ya que pasa de 147,43°C a 147,25°C con la incorporación de un 3% wt. de microesferas y para la misma mezcla, pero con 5% wt. de microesferas de Fillite se mantiene en 147,36°C.

El efecto de incorporar el compatibilizante G-3003, incluso en pequeñas cantidades (1 phr) parece tener un efecto pequeño pero consistente, ya que no solamente permite una mas fina dispersión de las fases en la

aleación PA6(T)/ PP sino que las microesferas se encuentran mas fuertemente enlazadas con la matriz (como hemos podido apreciar a través de las micrografías SEM, que no se aportan aquí). La formulación PA6(T)/PP/G3003/Fillite = 60/40/1/3 presenta una temperatura del primer pico en el termograma DSC para el PP a 148,32°C y cuando se aumenta el contenido en microesferas hasta PA6(T)/PP/G3003/Fillite = 60/40/1/5 la temperatura del primer pico correspondiente al PP aumenta hasta 148,61°C. En la misma dirección aumenta la entalpía de fusión y la cristalinidad calculada, a medida que crece la concentración en microesferas, como lo prueba la comparación de los sistemas: PA6(T)/PP/G3003/Fillite = 60/40/1/0 (que presenta un 10,96% de cristalinidad) con el PA6(T)/PP/G3003/Fillite =60/40/1/3 (que tiene un 12,66% de cristalinidad) y con el PA6(T)/PP/G3003/Fillite =60/40/1/5 (que tiene un 13,28% de cristalinidad).

Un aspecto que llama la atención es que la T_m del pico del PP en las aleaciones siempre está por debajo de la temperatura de fusión del homopolímero PP (que es 151,89°C) y tiene una entalpía de fusión también menor que la del homopolímero (que es 72,68 J/g).

Con respecto a la temperatura de deflexión térmica bajo carga (HDT) del sistema PA6(T)/PP/Fillite, con y sin compatibilizante G3003, se observa que presentan una temperatura de deflexión HDT mas elevada que la correspondiente al sistema que no lleva carga de microesferas. Estos resultados concuerdan con los que se encuentran en la bibliografía (23). Los resultados HDT mejoran cuando se incorpora 5% de Fillite con la mayor concentración de compatibilizante G3003 (1 phr). En concreto, en la aleación PA6(T)/PP/G3003 = 60/40/0 con 3% wt. y 5% wt. de Fillite se producen aumentos hasta del 9,6% en la HDT con respecto al sistema formulado sin Fillite. En las aleaciones que incorporan compatibilizante el incremento en la temperatura de deflexión térmica es aún mas notable. Así p.ej. el sistema PA6(T)/PP/G3003/Fillite =60/40/1/3 tiene una temperatura de deflexión térmica de 58,2°C lo que representa un incremento del 21,5% respecto a una aleación de composición PA6(T)/PP/G3003 = 60/40/1

(sin Fillite) cuya HDT es 47,9°C; pero el incremento de la PA6(T)/PP/G3003/Fillite = 60/40/1-5 (con una HDT = 60,2°C) es aún mayor, concretamente un 25,7% respecto al mismo sistema que no incorpora microesferas.

Se han estudiado otros sistemas que corresponden a PA6,6(T)/PP = 60/40, al que se ha incorporado microesferas de vidrio Sovitec en concentración de 3,0% y 5,0% wt., con y sin compatibilizante G3003. En este caso las microesferas son macizas y llevan tratamiento superficial específico para el PP, que hace que mejore la adhesión de éstas a la matriz termoplástica. Los resultados que se han obtenido son paralelos a los expuestos para el sistema anterior, por lo que no insistiremos en ellos.

4. CONCLUSIONES

Los valores del módulo de tracción, de resistencia a impacto, de temperatura de flexión bajo carga (HDT) y dureza Shore D aumentan con la concentración de compatibilizante. Se observa también que las aleaciones con mayor cantidad de PA6 tienen una mejora significativa, a excepción de los ensayos de impacto donde se destacan las composiciones con más cantidad de PP que posee mayor resistencia a impacto que la PA6. Existen favorables variaciones de las propiedades mecánicas de todas las aleaciones, sin embargo en este estudio la aleación de PA6/PP/AM en proporciones de 60/40/1,5 para resultados de HDT y módulo de tracción, es la que se aleja en alguna medida del crecimiento normal dando un gran salto en sus valores; por lo que este aspecto será objeto de estudio para otras investigaciones, donde se incorporaran dentro de esta matriz materiales nanométricos como son microesferas de vidrio tanto huecas como macizas .

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Gobierno Vasco y a la Universidad del País Vasco (U.P.V.-E.H.U.), la ayuda para el desarrollo del proyecto.

REFERENCIAS

- [1] Rosch, J. *Polym. Eng. Sci.*, **35**, 1917 (1995).
- [2] Wong, S.C.; Mai, Y.W. *Polymer* **41**, 5471 (2000).
- [3] Wong, S.C.; Mai, Y.W. *Polymer* **40**, 1553 (1999).
- [4] Rosch, J.; Mulhaupt, R. *Polymer Bull.* **32**, 697 (1994).
- [5] Tseng, F.P.; Lin, J.J.; Tseng, C.R.; Chang, F.C. *Polymer* **42**, 713 (2001)
- [6] Han, C. D.; Kim, Y.W.; Chen, S.J. *J. Appl. Polym. Sci.* **19**, 2831 (1975)
- [7] Fortelny, I.; Michalkova, D.; Mikeskova, J. *J. Appl. Polym. Sci.* **59**, 155 (1996)
- [8] Silva, E.F.; Soares, B.G. *J. Appl. Polym. Sci.*, **60**, 1687 (1996)
- [9] Datta, R.; Polk, M.B.; Kamar, S. *Polym. Plast. Technol. Eng.*, **34(4)**, 551 (1995)
- [10] Subramanian, N.; Nelson, T.J. *Polym. Plast. Technol. Eng.*, **32(6)**, 635 (1993)
- [11] Holsti-Miettinen, R.M.; Seppala, J.V.; Ikkala, O.T., Reima, I.T. *Polym. Eng. Sci.*, **34**, 395 (1994)
- [12] Liang, Z.; Williams, H.L. *J. Appl. Polym. Sci.* **44**, 699 (1992)
- [13] La Mantia, F.P. *Adv. Polym. Tech.* **12**, 47 (1993)
- [14] Ikkala, O.T.; Holsti-Miettinen, R.; Seppala, J. *J. Appl. Polym. Sci.* **49**, 1165 (1993)
- [15] Wippler, C. *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 347 (1993)
- [16] Q. Wang; C. Liu; Z. Chen. *Polym J*, Vol 33 [7] 522 (2001).
- [17] Larsen, K.; Kotlar, H.K.; Gustafson, C.F. *J. Appl. Polym. Sci.*, [75] 355(2000).
- [18] Lu, B.; Chung, T.C. *Macromolecules*, [32] 2525 (1999).
- [19] Salas, P.F.; Mondragón, I.; González, M.L.; Valea, A. "PROPIEDADES DE LAS ALEACIONES PP/PA6,6" IX Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos (2004).
- [20] Salas, P.F.; Mondragón, I.; González, M.L.; Valea, A. "COMPATIBILIZACION Y PROPIEDAD-DES DE LAS ALEACIONES PA6/PP" IX Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos (2004).
- [21] Meddad, A.; Fisa, B. *J. Appl. Polym. Sci.*, **65**, 2013 (1997)
- [22] Ulrich, M.; Caze, C.; Laroche, P.; J. Appl. Polym. Sci. **67**, 201 (1998)
- [23] Sivitec Iberica; Microesferas de vidrio. Especificación Técnica (2004)
- [24] Sanchez, S.M.; "Comportamiento mecánico y Fractura de mezclas de poliestireno y microesferas de vidrio" Tesis Doctoral U.P.C. (2000)

PROPIEDADES MECANICAS Y TERMICAS DE RESINAS EPOXÍDICAS MODIFICADAS CON PARTICULAS ELASTOMERICAS

Valea, A.; Mondragón, I.; Miguez, J.C.; González, M.L.

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente, E.U.I.T.I de Bilbao
Universidad del País Vasco-Euskal Herriko Unibertsitatea
EUITI de Bilbao Plaza La Casilla nº 3 48012-Bilbao

RESUMEN

Se han estudiado las propiedades mecanodinámicas de una resina epoxídica tipo DGEBA curada con amina y modificada con dos tipos de cauchos diferentes. También se presentan resultados correspondientes a las propiedades dinámicas de sistemas de poliéster insaturado, curado con PMEK y modificado con caucho procedente de reciclado de neumáticos de automóvil. En todos los casos, se ha variado también el contenido en caucho para ver la influencia de éste sobre las propiedades finales. Los cambios en las propiedades mecanodinámicas se correlacionan con cambios en la estructura de las fases, para lo cual se han contrastado las propiedades térmicas con la microscopía electrónica de barrido (SEM). Al variar el tipo de caucho se observan cambios en el pico de las transiciones, α y β y, en ocasiones en su posición, lo cual puede ser indicativo del grado de mezclado de la interfase entre la resina y el caucho.

ABSTRACT

It has been studied dynamomechanical properties of an amine cured epoxy resin DGEBA type and its modification with two different type of rubbers. Also, here are presented the results which correspond to dynamic properties of unsaturated polyester systems cured with PMEK and modified with the rubber obtained from the recycling of automovil tires. In all cases, we have been changing the content of rubber with the purpose of estimating the effect on its properties. The change in mechanodynamic properties are correlationated with the microstructural phases, as we could see through scanning electron microscopy (SEM). As we change the rubber type we observe variations on the peaks of α and β -transition and, in some cases, on its positions, and this could be an indicative of the degree of blending and interfacie, between rubber and resin.

PALABRAS CLAVE: resinas epoxidicas; propiedades termomecánicas; modificadores de impacto

1. INTRODUCCIÓN

Para muchas aplicaciones las resinas termoendurecibles son demasiado rígidas y frágiles por lo que sería deseable disponer de un sistema polimérico que, manteniendo entre otras propiedades la rigidez, se encuentre dotado de cierta tenacidad [1]. La tenacidad aquí la entendemos como que una elevada cantidad de energía es necesaria para provocar la fractura, y que una vez formado el crack éste no tiende a propagarse.

Una forma de mejorar la tenacidad a fractura en un polímero vítreo, es añadir una pequeña cantidad de caucho (u otro elastómero) a la formulación [2,3]. Esto, habitualmente produce una segunda fase de partículas dispersas distribuidas en la matriz del termoestable. La morfología de esta segunda fase así como los efectos interfaciales son los que van a gobernar el comportamiento del material [4,5].

Para estudiar la posibilidad de aumentar la tenacidad se han utilizado dos tipos de termoendurecibles, por un

lado una resina epoxídica [1,4,6] y por otro, una resina de poliéster insaturado modificado [7,8]. Como caucho modificador se ha utilizado, en el caso de la resina epoxídica, dos tipos de cauchos (caucho de nitrilobutadieno terminado en carboxilo y otro terminado en amina) y para la resina poliéster se ha empleado un caucho procedente del triturado de neumático de vehículo, que como es conocido, representa un serio problema de gestión de residuos en los países desarrollados.

Es de esperar algunas diferencias en la morfología de los sistemas, ya que los cauchos terminados en amina son capaces de reaccionar directamente con el grupo glicidilo terminal de la resina epoxídica [9] y, por tanto, puede esperarse que puedan ser capaces de reemplazar el agente de curado (piperidina) en la estructura epoxídica reticulada final. Por el contrario, el caucho de nitrilobutadieno, terminado en carboxilo, podría reaccionar con el propio agente de curado. Finalmente, en el caso del caucho procedente del reciclado de neumático podrían existir problemas interfaciales

[10,11] entre la resina poliéster y la propia goma triturada, debido a la granulometría de ésta y, posiblemente, a la falta de humectación, aunque ciertamente mejorada por la eventual aparición de radicales creados mecánicamente durante el proceso de triturado del neumático.

2. EXPERIMENTAL

Se han utilizado una resina epoxídica (Epon 828) curada con hexahidropiridina (# 80641, Fluka) y resina poliéster FS-1900 (Ashland Ibérica, S.A) catalizada con 1,6% peróxido de metiletilcetona y acelerada con octoato de cobalto al 0,5%.

Como modificador de la resina epoxídica se ha utilizado un caucho de butadienonitrilo terminado en amina (ATBN) a concentraciones en el rango 5-50 phr y también un caucho de butadienonitrilo terminado en carboxilo (CTBN). Para la resina de poliéster se ha empleado como modificador un caucho procedente de reciclado de neumático obtenido por molienda, en proporción has 2,5 phr. Los cauchos han sido suministrados por Trelleborg Ibercaucho, S.A.

La técnica de preparación de las probetas ha sido mezclado, seguido de colada en molde con desgasificación y curado. A partir de las placas así preparadas se ha procedido a su cortado para obtener las probetas sobre las que se han realizado las medidas de análisis termomecánicodinámico. Las probetas se han medido con calibre digital Mitutoyo Digit ($\pm 0,01$ mm). El equipo empleado ha sido un DMTA Polymer Lab con cabezal de flexión y provisto de sistema criogénico por N_2 (liq). La velocidad de ensayo ha sido de $2^\circ C/min$.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 1 se muestra el termograma DMTA para una resina poliéster FS-1900 modificada con 20% de caucho procedente de un reciclado de neumático en el ámbito de temperaturas comprendidas entre $-80^\circ C$ y $150^\circ C$, medido a dos frecuencias (1Hz y 10 Hz).

En esta misma figura 1 y superpuesta con la figura de $\tan \delta$ se muestran las curvas correspondientes al módulo de almacenamiento (E') en función de la temperatura ($^\circ C$) en la que se aprecian claramente dos etapas en la caída del módulo alrededor de la α -transición, una correspondiente al hombro y la otra asociada al pico α principal propiamente dicho.

En la figura 2 se muestran los picos correspondientes a la α -transición de los termogramas DMTA de la resina poliéster FS-1900 con cantidades variables de caucho procedente de reciclado de neumático, concretamente con 0,5 phr- 2 phr y se compara con el pico α para el poliéster FS-1900 sin modificar con caucho (PB 0.0).

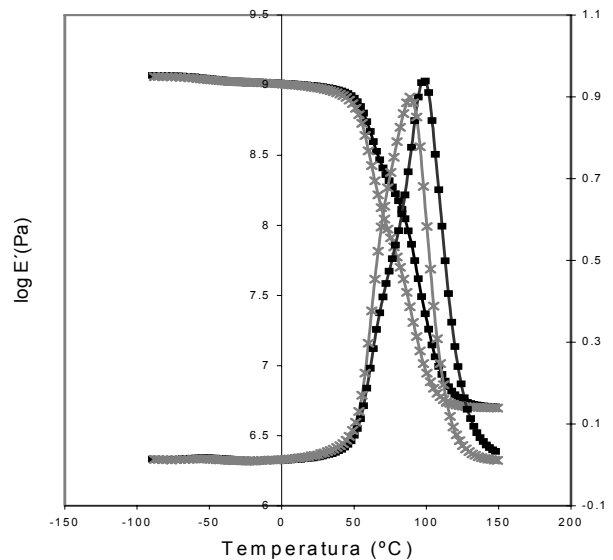


Figura 1: Termograma DMTA para una resina poliéster FS-1900 modificada con caucho al 20% procedente de reciclado de neumático en el ámbito de temperaturas entre $-80^\circ C$ a $150^\circ C$, medido a 1 Hz y 10 Hz.

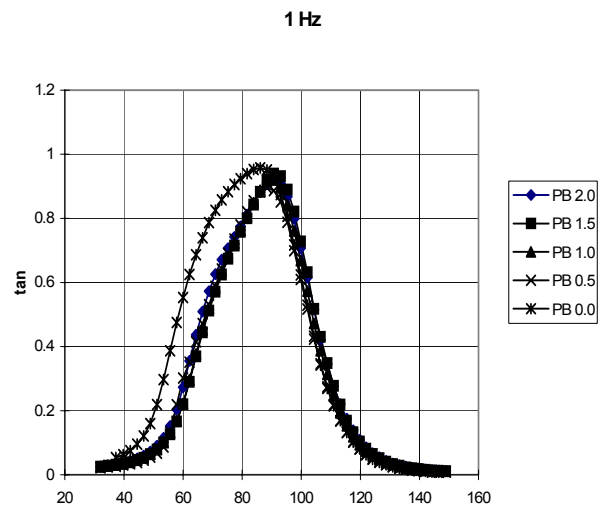


Figura 2: Termogramas DMTA de la resina poliéster FS-1900 con 0,5 phr - 2 phr de caucho procedente de reciclado y para el poliéster sin modificar (PB 0.0).

Un aspecto destacable es la escasa variación en la forma de las curvas producida por la incorporación de cantidades crecientes del caucho reciclado y si acaso el pequeño aumento en la T_g producido en la α -transición del composite formado. Nótese el pequeño efecto producido por la adición de 0,5 phr y 1,0 phr de caucho reciclado, para los que prácticamente no varía la T_g , mientras que cantidades mayores 1,5 phr y 2,0 phr de caucho adicionado producen desplazamientos pequeños pero significantes en la T_g de la resina poliéster.

Una situación similar es la que se ha observado en el caso de las resinas epoxídicas (Epoxi 828) modificadas con caucho CTBN, que presentan solamente una

pequeña deriva en la posición de la α -transición (alrededor de 118°C) y un pequeño cambio (aunque significativo) en el entorno de la β -transición (alrededor de -40°C).

Por el contrario, en las resinas epoxídicas (Epon 828) modificadas con caucho ATBN hay cambios en la posición de la α -transición y también hay variación en la forma y máximo de la β -transición.

Parece haber cambios en la temperatura para el pico β cuando varía desde 0-20% el contenido en CTBN. Para 25% CTBN hay un cambio significativo en la temperatura de la α -transición, así como en el área del pico α .

La posición de la transición vítrea permanece aproximadamente constante (118°C) excepto en el caso de 20% CTBN, para cuya composición se observa que la α -transición presenta un doble pico (uno a 118°C coincidente con las otras dos composiciones y otro a unos 110°C). Se observa también una disminución ordenada en la altura del pico que aparece a 118°C, desde la resina epoxídica pura (0% CTBN) hasta 25% CTBN, junto con un aumento en la $\tan \delta$ desde aproximadamente 70°C hasta el pico α .

Una conclusión que puede avanzarse es que, aparentemente al menos, para muestras con 10% y 25% hay pequeño mezclado entre el CTBN y la resina epoxi. No hay un cambio significativo en la posición del pico α pero hay una variación significativa y aumento en la β -transición, pero aparece un segundo pico detrás del pico α .

En el caso de la resina epoxi modificada con ATBN en cantidades variables se comprueba que la posición de las α -transición aparece a temperaturas diferentes. Para el 10% ATBN presenta la menor Tg y esta composición es la que también muestra menor cambio en el pico β . Esta composición 10% ATBN de hecho tiene una α -transición formalmente similar al de la resina epoxi pura, pero desviado hasta unos 15° por debajo de la Tg de la resina epoxi pura. Esto podría ser significativo de un cierto grado de heterogeneidad, como esperarse de un blend. El pico con 20% en ATBN es intermedio en temperatura de transición (Tg) entre los 118°C de la resina epoxi pura (0% ATBN) y los 103°C (para 10% ATBN) y formalmente similar a ellos.

Esto podría interpretarse como una disminución de la magnitud del mezclado de la resina epoxi y el ATBN, y que éste último puede separarse de la mezcla. Si esto fuese así debería notarse también en la β -transición.

La curva de la β -transición para el 10% ATBN es muy semejante a la de la resina epoxídica pura (0% ATBN). Por el contrario, las composiciones con 20 y 50% de ATBN son notablemente diferentes; en ambos casos aumenta significativamente el área y el pico de la β -transición, para 20% ATBN se desplaza hacia temperaturas ligeramente más altas, lo cual es coherente

con una separación del ATBN del blend, tal como se ha apuntado al discutir la α -transición.

Por lo tanto, los resultados DMTA parecen indicar que las resinas epoxi modificadas con ATBN tienden a ser más uniformes, como lo evidencian los cambios que se producen en las transiciones a baja y alta temperatura como consecuencia de lo que parece ser una segregación de fase.

Por el contrario, las resinas epoxídicas modificadas con CTBN presentan pequeños cambios en la α -transición y mayores cambios en la β -transición; la resina epoxídica en sí misma se modifica poco por la adición del elastómero, pero el pico β crece y se desvía al aumentar el contenido en CTBN, lo que significa que éste CTBN tiene mayor tendencia a segregarse como una segunda fase más que incrementar el contenido en el elastómero de la fase rica en epoxi.

La región de temperaturas de la α -transición para el sistema poliéster FS-1900 modificado con caucho procedente de neumáticos reciclados presenta un comportamiento similar al que se ha discutido para las resinas epoxídicas modificadas con CTBN, es decir, no hay casi modificación en la α -transición como consecuencia del aumento en el contenido del elastómero y la curva DMTA es, en esta región, formalmente similar a la de la resina sin modificar, detectándose únicamente un desplazamiento de la Tg hacia temperaturas mayores al aumentar el contenido en elastómero de reciclado.

El comportamiento de la resina poliéster modificada con caucho triturado procedente del reciclado mecánico de VFU, presenta un comportamiento comparable al de la resina modificada con CTBN a concentraciones superiores al 2%, como era de esperar, dado que existen partículas de caucho y la interacción en las interfaces entre la superficie de las partículas y la matriz de poliéster es pequeña.

En este caso, la pérdida de propiedades se justificaría basándose en una mala dispersión de las partículas en la resina.

La única funcionalización superficial que se puede dar, en este caso, es la derivada de la que haya podido adquirir durante la operación de la molienda, que sin duda sería evidente a través de medidas de RPS.

Para lograr mejorar las propiedades es necesario funcionalizar químicamente la superficie de las partículas, de modo que aumenten las interacciones resina-partícula en las interfaces.

4. CONCLUSIONES

Para mejorar la tenacidad de los materiales termoestables debe minimizarse la precipitación de la segunda fase (elastomérica). La caracterización

mecanicodinámica indica que esto puede lograrse mediante la utilización de un caucho, preferentemente terminado en amina. La reactividad de este sistema evidencia que los grupos amina son susceptibles de reaccionar con los grupos epoxídicos. La adición de cantidades pequeñas de modificador da como resultado pequeños cambios en las propiedades mecánicas, aunque aumenta la tenacidad.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad del País Vasco-E.H.U y al Gobierno Vasco el soporte económico para llevar a cabo este trabajo.

5. REFERENCIAS

- [1] Potter, W.G.; "Epoxide resins", 37-58. The Plastics Institute (1970).
- [2] Peña, G.; Eceiza, A.; Valea, A.; Remiro, P.; Oyanguren, P.; Mondragón, I.; "Control of morphologies and mechanical properties of thermoplastic-modified epoxy matrices by addition of a second thermoplastic". *Polymer International*, 52(9), 1444-1453 (2003)
- [3] Franco, M.; Corcuera, M.A.; Gavaldá, A.; Valea, A.; Mondragon, I.; "Influence of curing conditions on the morphology and physical properties of epoxy resins modified with a liquid polyamine". *J. Polymer Sci. B. Polym Physics*, vol 35, 233-240 (1997)
- [4] Ellis, B.; "Chemistry and Technology of epoxy resins", p.206. Blackie Academic Professional (1993)
- [5] Mondragón, I.; Remiro, P.; Martin, M.D.; Valea, A.; Bellenguer, V.; "Viscoelastic behaviour of epoxy resins modified with poly(methyl methacrylate)". *Polymer International*, 47, 152-158 (1998)
- [6] Lee, H.; Neville, K.; "Handbook of epoxy resins", pp.6-8, McGraw Hill (1976)
- [7] Michaelli, P.; "Tecnología de los composites. Plásticos reforzados" pp.68-70, Hanser Editorial (1992)
- [8] Strong, A.B.; "Plastics Materials and Processing" pp.9,10. Ed. Prentice Hall (1996)
- [9] Corcuera, M.A.; Lozano, C.; Mondragón, I.; "Análisis de endurecedores del tipo anhídrido en el curado de resinas epoxi". *Rev. Plásticos Modernos*, 422, 248-253 (1991).
- [10] Bidstrip, A.; "Structure-Property relations for model epoxy networks" 3.32-3.33 UMI Dissertation Information Services (1990)
- [11] Harysmendy, I.; Miner, R.; Valea, A.; Llano, R.; Mondragón, I.; "Strain rate and temperature effects on the mechanical behaviour of epoxy mixtures with different crosslink densities". *Polymer*, vol. 38, nº 22, 5573-5577 (1997).

FATIGA DE MATERIALES COMPUESTOS: INFLUENCIA DE LA GEOMETRÍA DEL REFUERZO SOBRE EL CAMPO TENSO-DEFORMACIONAL RESIDUAL

L. Aguado, J. Toribio

Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca.
E. P. S. de Zamora, Campus Viriato, Avda. Requejo, 33, 49022 Zamora.
Tel : (980) 54 50 00 ; (980) 54 50 02, E-mail: laguado@usal.es

RESUMEN

Los materiales compuestos de matriz metálica reforzados con partículas (CMMRPs), ampliamente utilizados en la industria, pueden sufrir durante su vida en servicio sobrecargas que provoquen estados tensionales que excedan el límite elástico del material. De esta manera se puede generar en el material una distribución de tensiones y deformaciones residuales, afectando así a la integridad estructural. Este artículo ofrece un análisis numérico mediante elementos finitos de los perfiles de tensiones residuales, generados por sobrecargas, en un CMMRP, analizando en particular el papel de la morfología de la partícula y más en concreto la presencia de angulosidades. Los resultados muestran la importancia de los perfiles de tensiones residuales en el comportamiento de CMMRPs.

ABSTRACT

Particle-reinforced metal matrix composites (PRMMCs), widely used in industry, can undergo overloads causing stress states exceeding material yield stress during their life in service. Thus a residual stress-strain distribution in the material is generated, thereby affecting the structural integrity. This paper offers a finite-element numerical analysis of residual stress profiles, generated by overloads, in a PRMMC, analyzing in particular the role of particle shape, and specifically the presence of angularities. Results show the important role of residual stress profiles in the performance PRMMCs.

PALABRAS CLAVE: Materiales compuestos, fatiga, campo tenso-deformacional residual.

1. INTRODUCCIÓN

Como es bien sabido, los materiales compuestos exhiben mejores propiedades mecánicas que las mostradas por la matriz sin la presencia del refuerzo. Los compuestos de matriz metálica reforzados con partículas (CMMRPs) se utilizan ampliamente pues, además de la mejora de sus propiedades mecánicas, ofrecen una fácil, lo que les convierte en materiales muy atractivos para su uso en la industria, aunque sus aplicaciones están limitadas por sus reducidos niveles de ductilidad y tenacidad de fractura [1,2].

Dentro de los CMMRPs, los materiales con matriz de aluminio o sus aleaciones destacan por su baja densidad y buenas propiedades frente a la corrosión, así como sus buenas propiedades térmicas y eléctricas. La alta conductividad de la familia del aluminio es una propiedad deseable en algunas aplicaciones, e.g., en estructuras espaciales. Sin embargo, el aluminio tiene la desventaja de su elevado coeficiente de expansión térmica. Un forma de reducirlo es la introducción de algún agente de refuerzo. Dentro de los posibles refuerzos que acompañan al aluminio en el material compuesto destacan por su uso la alúmina y el carburo de silicio, ya que aportan una baja densidad, un bajo coeficiente de expansión térmica y una alta

conductividad térmica. Uno de los problemas de estos refuerzos es que sufren reacciones químicas con la matriz, produciendo óxidos o carburos de aluminio que se depositan en la interfase, pudiendo facilitar la decohesión de las fases del compuesto. Unos materiales inertes a reacciones químicas con el aluminio son los cerámicos formados por nitruros.

Los factores principales que influyen en el comportamiento de un material compuesto son las propiedades constitutivas de ambas fases, la fracción volumétrica, y la morfología y distribución espacial del refuerzo. La influencia de la gráfica del refuerzo fue estudiada en la ref. [3], donde se analiza la distribución tenso-deformaciones residual de origen térmico en función de la geometría del refuerzo, concluyendo que con una mayor angulosidad de la partícula se alcanzan mayores concentraciones de tensiones y deformaciones plásticas. Además, las últimas se localizan en las esquinas, provocando la disminución de la ductilidad y la fractura del material compuesto a tensiones inferiores a la de rotura de la matriz.

Por otro lado, las angulosidades de las partículas de refuerzo provocan el endurecimiento del material y aumentan la transferencia de carga al refuerzo, lo que hace que las morfologías con angulosidades

sean más efectivas que las redondeadas [4]. Estos endurecimientos localizados generan un material con distintas características elásticas locales, generando un campo no tensional no uniforme y concentrando las tensiones en zonas locales del sólido [5].

Para poder analizar la influencia de la forma del refuerzo sobre los campos tenso-deformacionales producidos por una sollicitación de fatiga es necesario dividir el estudio en dos fases. La primera corresponde al estudio de la influencia de la angulosidad del refuerzo. Para ello se eligen una serie de geometrías formadas por partículas con

forma de estrella en las que se varían sus ángulos. La segunda se centra en la influencia del número de lados de la partícula sobre el campo de tensiones y deformaciones residuales. Para realizar este análisis se han empleado polígonos regulares de cuatro, seis, ocho e infinitos lados (círculo).

2. MODELIZACIÓN NUMÉRICA

Para modelizar mediante el método de los elementos finitos (MEF) el problema planteado se ha utilizado un programa comercial que implementa este método (MSC MARC®). La celda unidad utilizada está compuesta de matriz y refuerzo cuya fracción volumétrica en todos los casos es $f = 0.25$. En todos los análisis la partícula de refuerzo se localiza en el centro de la celda. Las diferentes geometrías que toma el refuerzo en este estudio son, para el análisis de la angulosidad, diferentes estrellas de cuatro picos en las que se ha variado el ángulo de sus vértices en un intervalo que oscila entre $\theta=40^\circ$ y $\theta=240^\circ$ y, por otro lado, para el análisis de la influencia del número de lados del refuerzo, se han usado geometrías poligonales regulares con los siguientes números de lados: 4, 6, 8 y el círculo, que se puede considerar como un polígono regular de infinitos lados (figura 1).

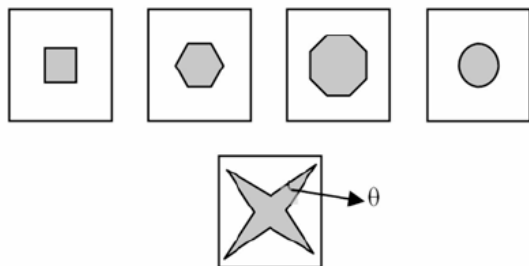


Figura 1. Morfología de los materiales compuestos considerados.

Los cálculos realizados se han hecho con dos hipótesis mecánicas, tensión y deformación plana, utilizando en ambos casos la misma celda unitaria de 10x10 mm y espesor unitario. Debido a su doble simetría solo es necesario considerar una cuarta parte dicha celda, lo que reduce ostensiblemente el tiempo de cálculo. La figura 2 muestra la cuarta parte de la celda elemental utilizada en el caso de partícula de sección circular como refuerzo.

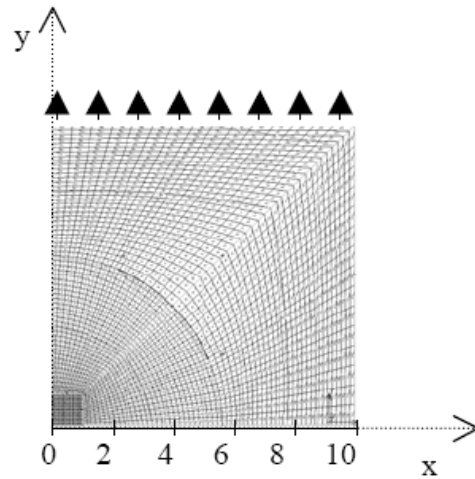


Figura 2. Celda elemental (refuerzo circular).

Los materiales considerados son, para la matriz, una aleación 2618-T4 de aluminio, y para el refuerzo, partículas de carburo de silicio (SiC), cuyas leyes de comportamiento se representan en la figura 3, cf. [6].

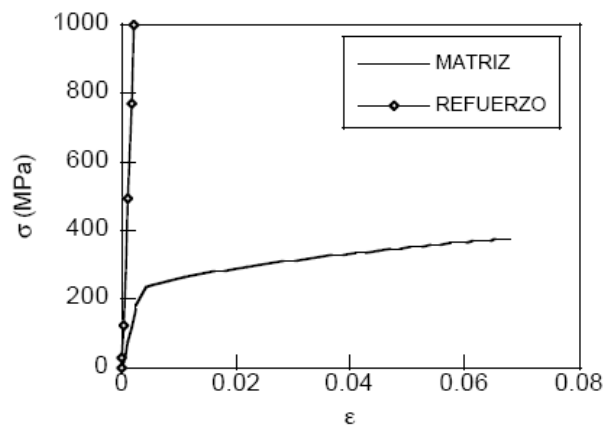


Figura 3. Leyes de comportamiento de la matriz (aleación 2618 y el refuerzo).

La gráfica anterior permite suponer comportamiento elástico lineal (Ley de Hooke) para las partículas de refuerzo y una ley modificada de Ludwik para el régimen plástico de la matriz [6]:

$$\sigma_Y = \sigma_{Y_0} + h(\epsilon_p)^n \quad (1)$$

donde los parámetros mecánicos representativos del comportamiento de matriz (elastoplástica) y refuerzo (elástico-lineal) se dan en la Tabla 1.

Tabla 1.- Parámetros mecánicos de los materiales constituyentes del material compuesto

	E (GPa)	v	$\sigma_{Y,0}$ (MPa)	h (MPa)	n
SiC	450.0	0.17	-	-	-
Al2618-T4	70.0	0.3	184.0	722.7	0.49

En los cálculos se han considerado un refuerzo de partículas completamente rígidas. Las condiciones de contorno son todas en desplazamiento impuesto, nulo en ambos ejes de simetría y tracción cíclica sinusoidal en una cara libre de la celda unidad (figura 4), para representar un ciclo de carga y descarga (fatiga) en el material compuesto, de tal forma que la tensión máxima alcanzada en el ciclo supera ampliamente el límite elástico de la matriz.

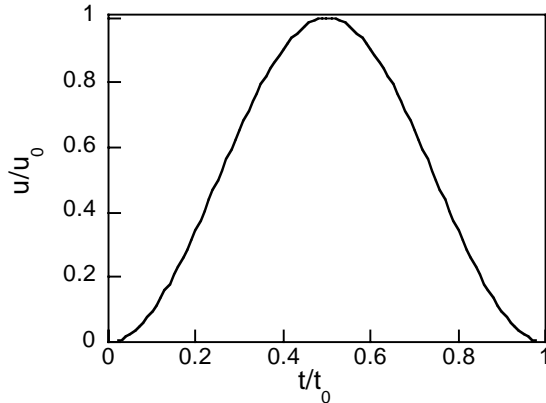


Figura 4. Solicitación: desplazamiento-tiempo.

Para garantizar una buena aproximación en los resultados de la simulación numérica mediante el MEF se ha efectuado un estudio de convergencia del mallado. Para ello se han realizado los cálculos en cuatro mallas, aumentando progresivamente en cada una de ellas el número de elementos. A partir de los resultados de la curva de convergencia mostrada en la figura 5 se puede determinar cual es el mallado óptimo para cada uno de los casos estudiados.

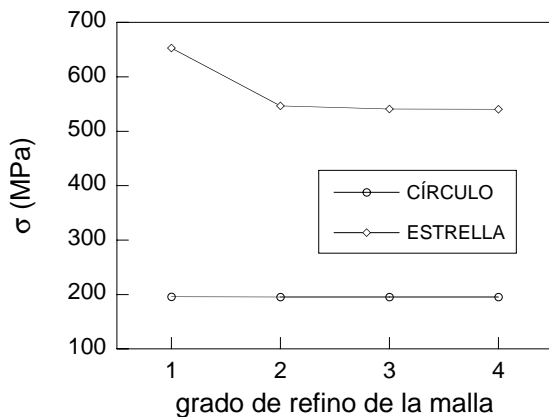


Figura 5. Estudio de convergencia para dos casos límites del estudio (esfera y estrella).

3. TENSIONES RESIDUALES

Tal como se comentó anteriormente, el objetivo principal de este estudio es obtener los perfiles de tensiones residuales que quedan en el material al

final de la sollicitación aplicada. De esta forma los resultados se agrupan en dos casos que muestran la influencia de los dos factores de estudio: la angulosidad y el número de lados.

3.1. Efecto de la angulosidad

Debido al amplio número de casos estudiados, los resultados se agrupan en dos subgrupos. El primero corresponde al rango de ángulos $\theta=40-90^\circ$, cf. figura 1, debido a que el ángulo recto (partícula cuadrada) se puede considerar como un caso límite entre las geometrías que presentan angulosidades agudas y obtusas, y el segundo con un rango $\theta=90-240^\circ$. En ambos se ha incluido partícula de refuerzo de sección circular (polígono de infinitos lados) para así tener una referencia sobre la angulosidad mínima.

Se ha elegido la tensión hidrostática residual como variable clave de análisis por ser representativa del estado de tensional residuales dentro del material (traza del tensor de tensiones residuales). Por otra parte, la distribución de tensión hidrostática gobierna el flujo de transporte de hidrógeno por difusión en materiales [7], fenómeno relevante en cualquier proceso de fractura asistida por el ambiente. Los datos obtenidos se han extraído del eje de simetría perpendicular a la sollicitación, y se representarán en función de la coordenada x (cf. figura 2).

Para el caso de ángulos agudos la distribución de tensión hidrostática se muestra en la figura 6. En los diferentes perfiles se puede observar un salto tensional en la interfase del compuesto, denominado δ (*salto tensional de interfase*), como consecuencia de la compatibilidad de deformaciones en la intercara del material compuesto.

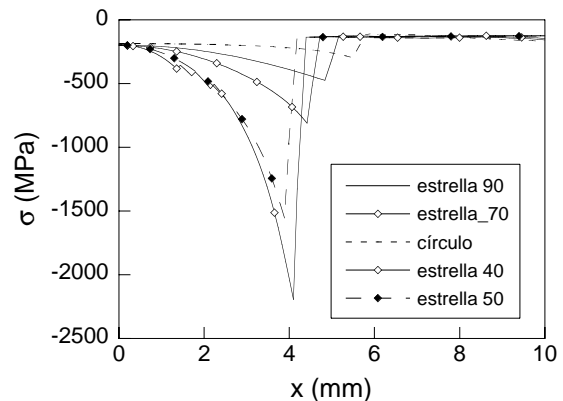


Figura 6. Perfiles de tensión hidrostática residual para refuerzos con angulosidades agudas.

Para el caso de ángulos obtusos la distribución de la tensión hidrostática viene representada en la figura 7. Al igual que para el caso de estrellas con ángulos agudos, se observa en todos los casos un salto tensional (δ) en la posición de la interfase.

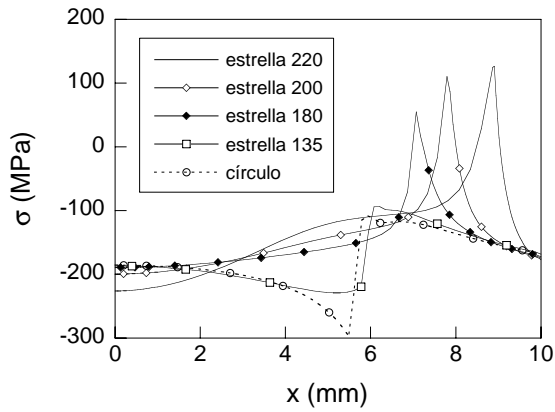


Figura 7. Perfiles de tensiones residuales para refuerzos con angulosidades obtusas.

La evolución del salto tensional de interfase con la angulosidad (en valor absoluto) y la tensión residual en la interfase, $\sigma_{int,r}$, se muestran en la figura 8.

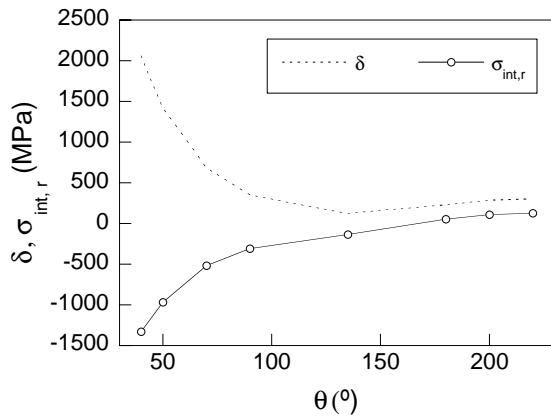


Figura 8. Evolución con la angulosidad del salto tensional de interfase (δ) y la tensión residual en la misma ($\sigma_{int,r}$)

3.2. Efecto del número de lados del refuerzo

En el caso del número de lados la influencia de su morfología en las tensiones residuales resultantes en el material se muestra en la figura 9.

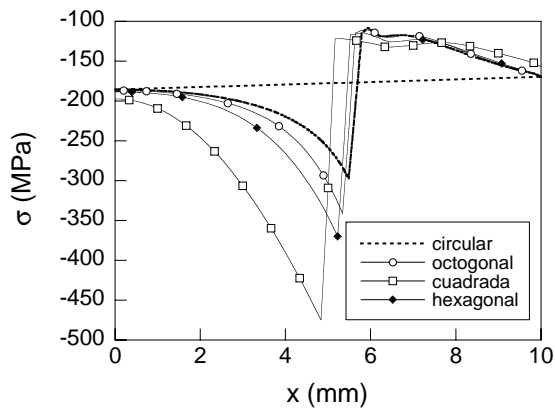


Figura 9. Perfiles de tensiones residuales para refuerzos con distinto número de lados.

Como se puede observar en la figura anterior también aparece el salto tensional de la interfase (δ). Su variación con el número de lados, así como la tensión de la interfase se muestra en la figura 10.

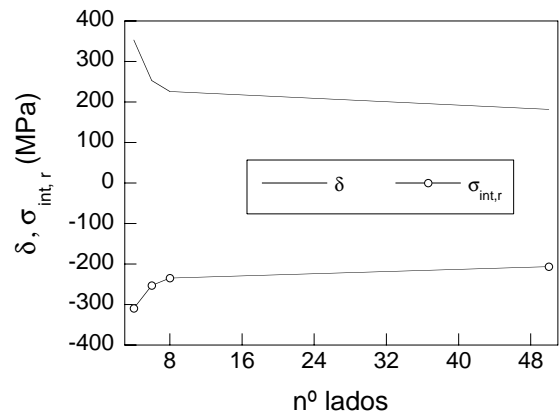


Figura 10. Evolución con el número de lados del refuerzo del salto tensional de interfase y la tensión residual en la misma

4. DISCUSIÓN

4.1. Efecto de la angulosidad

Para comprender mejor los resultados obtenidos, es necesario definir una serie de parámetros en la celda unidad de estudio, tal como se muestra en la figura 11. De acuerdo a los parámetros mecánicos de los componentes del material compuesto analizado (cf. figura 3 y tabla 1), cabe esperar un comportamiento elastoplástico de la matriz y un comportamiento estrictamente elástico del refuerzo.

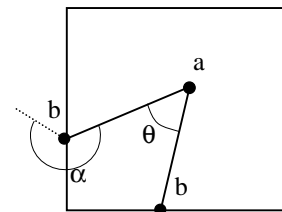


Figura 11. Esquema de la celda unidad donde se definen los picos de la estrella (a y b) y los ángulos correspondientes (θ y α)

Según se observa en la figura 8, el salto tensional de la interfase, δ , está influido notablemente por la angulosidad del refuerzo. Este comportamiento muestra dos tendencias delimitadas por la morfología octogonal. La primera de ellas, con ángulos inferiores al del octógono, muestra que al aumentar el ángulo θ (i.e. disminuir la angulosidad en el pico a) el salto tensional disminuye. Esto es debido a que al aumentar este ángulo hay menos proporción de matriz en el eje considerado, con lo cual hay menor constreñimiento de la matriz, lo que

provoca menores tensiones de compresión. La segunda tendencia corresponde a ángulos superiores a 135° (forma octogonal) y muestra un aumento del salto tensional de la interfase al aumentar el ángulo θ . Esto es debido a que al aumentar el ángulo disminuye el ángulo α (i.e. aumenta la angulosidad del pico contiguo b) y por lo tanto este pico ejerce una influencia predominante frente al otro y puede considerarse como el primer caso girado 45° . Las dos tendencias mostradas anteriormente están separadas caso límite del ángulo 135° , en el cual los ángulos α y θ contiguos toman el mismo valor.

Otro aspecto destacable es el efecto de la diferencia de deformaciones transversales en ambas fases debido a los diferentes valores que toman los coeficientes de Poisson en los perfiles de tensiones residuales calculados para cada caso. Este efecto se revela en los datos de tensiones residuales obtenidos para la misma angulosidad de refuerzo pero con distinta inclinación de la partícula. Al comparar los resultados de dos geometrías equivalentes y con ángulos θ agudos pero desfasados entre sí 45° , se observa que las tensiones obtenidas son inferiores en el caso que estos ángulos agudos se sitúen en los ejes. La explicación de este fenómeno se debe a que en la geometría inicial la proporción de matriz en la dirección perpendicular a la sollicitación es mayor que en el caso desfasado. Además hay que tener en cuenta que el coeficiente de Poisson de la matriz es el doble que el de las partículas de refuerzo, lo que supone que al tener mayor proporción de matriz, en esta dirección la deformación transversal residual de la matriz será mayor.

Otro efecto observado es la tensión en la interfase, $\sigma_{\text{int.r}}$, en el que se puede observar que hay dos comportamientos claramente diferenciados y limitados, una vez más, por el caso del ángulo $\theta=135^\circ$. En la primera tendencia aparecen tensiones de compresión en la interfase decrecientes con el aumento del ángulo del pico a de la estrella. Esto se debe al constreñimiento de la matriz efectuado por la recuperación elástica total del refuerzo, lo que produce un estado tensional de compresión en el material de la matriz encerrado entre el refuerzo y el eje de simetría transversal que aumenta con la angulosidad de la partícula.

El segundo comportamiento corresponde a ángulos θ superiores al caso límite, en el que aparecen estados tensionales de tracción crecientes con el ángulo. Esto se puede explicar por la ausencia del constreñimiento de la matriz ejercida por el refuerzo. Este comportamiento creciente es debido a que a medida que aumenta el ángulo la proporción de la fase matriz en el eje transversal disminuye.

4.2. Efecto del número de lados

Como se observa en la figura 10, al aumentar el número de lados disminuye el salto tensional de la

interfase. Esta misma tendencia se observa en la evolución de la tensión de la interfase con el número de lados. La evolución de ambos parámetros, δ y $\sigma_{\text{int.r}}$, se ajusta a lo expuesto en el análisis de la angulosidad comentado anteriormente. Esto es, al aumentar el número de lados, la angulosidad de sus vértices disminuye, lo que implica una reducción en el salto tensional y menores tensiones de compresión en la tensión de la interfase.

4.3. Influencia de la morfología del refuerzo sobre el comportamiento elastoplástico

En régimen elástico, de acuerdo a estudios previos [8], se observa que al disminuir el número de lados de la partícula y al aumentar la angulosidad de sus vértices, el módulo de elasticidad del material compuesto aumenta. Esto se debe a la acción sinérgica de tres factores: el aumento de la longitud del lado resistente a tracción del refuerzo, el aumento del perímetro de la partícula y, finalmente, el aumento de la angulosidad de sus picos.

De acuerdo con lo expuesto anteriormente, un aumento de la angulosidad y una disminución en el número de lados en la partícula de refuerzo conduce al aumento del módulo de elasticidad del compuesto, (i.e. aumento de su rigidez estructural). Por el contrario, cuando se alcanza el régimen plástico, este aumento de angulosidad y disminución del número de lados del refuerzo generan perfiles de tensiones residuales más abruptos, alcanzando niveles de tensiones más elevados.

La distribución de las tensiones residuales en la celda unidad depende del grado de angulosidad del refuerzo (y por lo tanto también del número de lados del mismo). Los niveles tensionales más elevados se localizan en las proximidades de las discontinuidades del perímetro del refuerzo. Esto produce una mayor transferencia de carga al refuerzo, que potencialmente puede alcanzar su límite de rotura, provocando bien la iniciación de fisuras en el refuerzo o bien la decohesión de la interfase matriz-refuerzo. Esta generación de fisuras en el refuerzo puede provocar la propagación por fatiga en ciclos posteriores de sollicitación durante su vida en servicio, aunque su magnitud fuera inferior a la de la sobrecarga de inicio (cf. figura 4).

Otro efecto asociado a una sobrecarga elastoplástica sería la generación de una anisotropía en la fase matriz debida al campo tenso-deformacional generado por la morfología del refuerzo.

5. CONCLUSIONES

La angulosidad del refuerzo, que se suponía beneficiosa en régimen elástico-lineal, puede ser potencialmente peligrosa en régimen elastoplástico. Estos regímenes pueden ser alcanzados por sobrecargas tanto en el proceso de fabricación del material como en su vida en servicio. Estas

sobrecargas generan campos tenso-deformacionales residuales elevados en puntos próximos a las angulosidades del refuerzo, de tal forma que en estas zonas se produce localmente el endurecimiento por deformación del material. Esto da lugar a una anisotropía adicional en la fase matriz, lo que origina desde el punto de vista mecánico un nuevo material compuesto distinto al de partida.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT (Proy. MAT2002-01831), MEC (Proy. BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proy. SA078/04 y SA067A05), Universidad de Salamanca (Proy. USAL 2005-09) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso".

REFERENCIAS

- [1] Sun, L., Liu, H. T., Ju, J. W., "Influence of particle cracking on plastic behavior of discontinuously reinforced composites", *15th ASCE Engineering Mechanics Conference*, New York, 2002.
- [2] Ortiz, J. L., "Composites de matriz de aluminio reforzados con nitruro, una alternativa en el desarrollo de materiales de alto desempeño", www.itesm.mx/va/deptos/ci/compositesdematriz/dealuminio.htm
- [3] Qin, S., Chen, Ch., Zhang, G., Wang, W., Wang, Z., "The effect of particle shape on ductility of SiCp reinforced 6061 Al matrix composites" *Material Science and Engineering A272*, 363-370, 1999.
- [4] Li, Y., Ramesh, K. T., "Influence of particle volume fraction, shape, and aspect ratio on the behavior of particle-reinforced metal-matrix composites at high rates of strain" *Acta Materialia* **46**, 5633-5646, 1998.
- [5] Lasko, G. V., Deryugin, Y. Y., Schmauder, S., "Simulation of plastic deformation localization in composite materials with hard inclusions", *Computational Materials Science* **26**, 20-27, 2003.
- [6] Han, W., Eckschlauger, A., Böhm, H. J., "The effects of three-dimensional multi-particle arrangements on the mechanical behavior and damage initiation of particle-reinforced MMCs", *Composites Science and Technology* **61**, 1581-1590, 2001.
- [7] Toribio, J., Kharin, V., "A hydrogen diffusion model for applications in fusion nuclear technology", *Fusion Engineering and Design* **51-52**, 213-218, 2000.
- [8] Toribio, J., Aguado, L., "Materialografía computacional y su influencia en el comportamiento elástico de materiales compuestos reforzados con partículas", *4^a Jornadas Internacionales de Materialografía y Caracterización Microestructural*, INASMET, San Sebastián, Mayo de 2006.

HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS DE POLIPROPILENO. INFLUENCIA DE LA DUCTILIDAD DE LA FIBRA SOBRE LA FRAGILIDAD Y EL EFECTO TAMAÑO

F. Medina, H. Cifuentes

Grupo de Estructuras. Escuela Superior de Ingenieros. Universidad de Sevilla.
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla.
E-mail: bulte@us.es

RESUMEN

En el presente trabajo se realiza un estudio experimental sobre la influencia que las propiedades mecánicas de las fibras de polipropileno tienen en la fragilidad y efecto tamaño de los hormigones reforzados con las mismas. Se han ensayado unas probetas entalladas geoméricamente similares y de diferente tamaño, para hormigones reforzados con dos tipos de fibras y un hormigón sin fibra, como hormigón de control. Las fibras presentan diferentes comportamientos mecánicos, unas de las fibras poseen una alta tenacidad y una baja elongación (G1C) y la otras fibras poseen baja tenacidad y alta elongación (G3C). Se obtienen los coeficientes de la ley de efecto tamaño de Bazant, las curvas de ablandamiento, la energía de fractura y la longitud característica de los materiales. En función de estos resultados se analiza el efecto que la ductilidad de las fibras presenta sobre la propia ductilidad del hormigón reforzado con ellas.

ABSTRACT

In the present work, an experimental study about the influence of the mechanical properties of polypropylene fibers in the brittleness and size effect in FRC has been carried out. Geometrically similar single edge notched bend (SENB) specimens, subject to three-point bending, were made of three types of concrete, two of which were reinforced with different fibers. The third one, non-reinforced, was used as the control concrete. The two fibers used have different mechanical properties, one having high tenacity and low ductility (G1C), the other having low tenacity and high ductility (G3C). The coefficients of the Bazant's size effect law, the softening curves, the fracture energy and the characteristic length have been obtained. From these results, a study of the influence of the ductility of the fiber in the ductility of the FRC has been developed.

PALABRAS CLAVE: Efecto tamaño, Fragilidad, Fibras de polipropileno.

1. INTRODUCCIÓN

El refuerzo de hormigones mediante añadido de fibras durante el amasado del mismo es una técnica que se ha implantado desde hace varias décadas [1, 2, 3]; encontrando diversas aplicaciones dentro del campo de los hormigones estructurales y que actualmente sigue siendo objeto de estudio de numerosos investigadores.

Inicialmente las fibras añadidas al hormigón fueron de acero, observando que se producía una mejora en las propiedades del hormigón. La adición de estas fibras, añaden a la matriz de hormigón una red de pequeñas armaduras que le proporcionan una mayor trabazón.

Junto con el desarrollo de la fibra del plástico, se han ido fabricando fibras de polipropileno, entre otras, que añadidas al hormigón consiguen mejorar sus propiedades, al igual que sucede con las de acero, y presentan además ventajas adicionales. Entre estas ventajas se pueden incluir el menor peso que estas presentan y sobre todo la ausencia de corrosión de este tipo de fibras. Como contrapartida para este tipo de

fibras se encuentra que presentan unas menores propiedades mecánicas que la fibras de acero, por lo que los hormigones resultantes experimentarán un menor aumento de las propiedades mecánicas, a favor de las ventajas anteriormente mencionadas.

En cuanto a las propiedades mecánicas, se observa una mejora en la resistencia, sobre todo en la resistencia a tracción se refiere [4]. Este aumento en la resistencia a tracción está íntimamente relacionado con el efecto de cosido de fisuras que la adición de estas fibras representa. Este efecto de cosido de fisuras, evidentemente mejora el comportamiento frente a la fisuración del hormigón y otros aspectos relacionados con la misma, como puede ser la retracción.

La mejora que sobre las propiedades a tracción representa la adición de estas fibras en la matriz de los hormigones, ha originado que se hayan desarrollado modelos de mecánica de fractura de materiales cuasifrágiles [2, 5, 4]. Mediante estos modelos se representa el comportamiento en fractura de los hormigones reforzados con fibras y se analizan las

mejoras que sobre este comportamiento aporta la adición de fibras. Así se contempla el efecto favorable que las fibras tienen sobre las fuerzas cohesivas a considerar en modelos de grieta discreta.

En el presente trabajo se estudia la influencia que la adición de fibras de polipropileno en el hormigón presenta en las propiedades de fractura. Se estudiará especialmente el efecto de las fibras en el efecto tamaño de este tipo de material y en la fragilidad/ductilidad del mismo.

Asimismo se analiza el efecto que presentan diferentes leyes de comportamiento de la propia fibra. En este sentido se han fabricado hormigones con dos tipos de fibra distintas, una primera fibra con una tenacidad alta y una baja elongación y una segunda fibra con una tenacidad baja y una elongación alta (a igualdad del resto de características). La mayor o menor tenacidad de las fibras puede afectar de manera significativa el comportamiento en fractura del hormigón, ya que influirán sobre la fisuración del mismo y por lo tanto sobre su ductilidad.

2. CONCEPTOS BASICOS SOBRE EFECTO TAMAÑO

El efecto tamaño se define por comparación entre especímenes o estructuras de diferente tamaño pero geoméricamente similares. La carga última (carga máxima) P_u se caracteriza por la tensión nominal, σ_N , en el momento del fallo.

$$\sigma_N = c_n \frac{P_u}{b \cdot D} \quad (1)$$

Siendo b el espesor del elemento, D una dimensión característica (normalmente el canto) y c_n un coeficiente introducido convenientemente en función de cómo se defina σ_N .

En estructuras de hormigón (armado o en masa) existe el efecto tamaño y estructuras geoméricamente similares y de distinto tamaño presentan diferente σ_N en el momento del fallo [6].

Bazant [6] formuló en 1995 su conocida ley de efecto tamaño del hormigón (expresión 2).

Esta expresión depende fundamentalmente de dos parámetros, G_f y c_f . Estos parámetros representan la energía de fractura y la longitud de la zona de proceso de fractura para un espécimen de tamaño infinito.

$$\sigma_N = \sqrt{\frac{E \cdot G_f}{g'(\alpha_0) \cdot c_f + g(\alpha_0) \cdot D}} \quad (2)$$

Siendo G_f y c_f los parámetros expuestos anteriormente, E el módulo de deformación del hormigón, $g(\alpha_0)$ y

$g'(\alpha_0)$ unas expresiones que dependen de la geometría del problema y α_0 la profundidad relativa de entalla.

El parámetro c_f está relacionado con la fragilidad del material, presentando valores más bajos para materiales más frágiles. Dicha fragilidad puede ser representada mediante el número de fragilidad estructural según se indica en la ecuación (3).

$$\beta = \frac{D}{D_0} = \frac{g(\alpha)}{g'(\alpha) c_f} \quad (3)$$

Como c_f está relacionado con la longitud de la zona de proceso de fractura, materiales más dúctiles deberían presentar un valor mayor de este parámetro.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La determinación de los G_f y c_f de la ley de efecto tamaño de Bazant, puede llevarse a cabo de acuerdo con el procedimiento de la asociación internacional RILEM [7].

El procedimiento consiste en ensayar en flexión en tres puntos, hasta rotura, tres probetas entalladas del material a estudiar, geoméricamente similares y de diferente tamaño.

Una vez obtenida la carga de rotura de cada probeta, se obtiene la tensión correspondiente, según la expresión (1), con $c_n = 1$.

A continuación se representa en un gráfico $1/\sigma_N^2 - D$ y se obtiene una recta mediante regresión lineal, con pendiente A y ordenada en el origen C . En función de estos parámetros de la recta, se obtienen los coeficientes G_f y c_f , como se indica en las expresiones (4) y (5).

$$G_f = \frac{g(\alpha_0)}{A \cdot E} \quad (4)$$

$$c_f = \frac{g(\alpha_0) C}{g'(\alpha_0) A} \quad (5)$$

Con estos parámetros se puede obtener la expresión de la ley de efecto tamaño de Bazant y el número de fragilidad, pudiéndose realizar análisis del comportamiento en fractura de los hormigones ensayados.

En este caso se han ensayado hormigones reforzados con fibras de polipropileno con dos leyes de comportamiento distinto, un tipo de hormigón con fibras de alta tenacidad y baja elongación y otro tipo con fibras de baja tenacidad y alta elongación, además se ha realizado el mismo ensayo a un hormigón sin fibras, cuyos resultados nos sirvan como parámetros de control.

De cada uno de los tamaños de las probetas (figura 1), se han ensayado tres especímenes correspondientes a cada tipo de hormigón. En la tabla 1 se muestran las dimensiones de cada una de las probetas, donde D es el canto de la probeta, b el ancho, S la distancia entre apoyos y L la longitud total. La profundidad relativa de entalla es la misma en todas las probetas y de valor $a_0 = 0.5$.

Tabla 1. Dimensiones de probetas de efecto tamaño

Prob.	D (mm)	b (mm)	S (mm)	L (mm)
ET1	75	75	262.5	300
ET2	150	75	525	600
ET3	225	75	787.5	900



Figura 1. Probetas de efecto tamaño.

La caracterización del material se ha realizado mediante ensayos de probetas cilíndricas a compresión simple y a tracción indirecta y probetas prismáticas a flexotracción.

La rotura de las probetas entalladas de efecto tamaño se ha realizado en una máquina dinámica de 25 kN de capacidad con control en posición y una velocidad de carga de 0.1 mm/min. Los apoyos de las probetas son antitorsión, de manera que se eviten efectos parásitos.

El sistema de instrumentación del equipo permite recoger en todo momento la carga transmitida a la probeta y el desplazamiento vertical de la misma, por lo que se puede obtener la curva carga-desplazamiento. Se ha podido obtener la curva de ablandamiento postpico de los hormigones y por lo tanto se puede calcular la energía de fractura específica G_F , según la expresión (6).

$$G_F = \frac{\int P \cdot d\delta}{(D - a_0) \cdot b} \quad (6)$$

Donde P representa la carga, δ el desplazamiento vertical y a_0 la longitud inicial de la entalla.

Asociado con este valor, se puede obtener la longitud característica, l_{ch} , que representa un parámetro

importante en mecánica de fractura del hormigón y que está relacionado con longitud de la zona de proceso de fractura del material [8]. En la expresión (7) se indica la manera de obtener este valor.

$$l_{ch} = \frac{E \cdot G_F}{f_t^2} \quad (7)$$

Siendo E el módulo de deformación del hormigón y f_t la resistencia a la tracción.

Materiales más frágiles presentarán una menor longitud característica.

4. PROPIEDADES DE LOS MATERIALES

A continuación se presentan las propiedades de los materiales utilizados en el presente trabajo. Por un lado se describen las propiedades de las fibras empleadas y por otro lado las propiedades de los hormigones reforzados con las mismas y del hormigón de control sin fibras.

4.1. Propiedades de las fibras

Como ya se ha comentado anteriormente, se han utilizado dos tipos de fibras de polipropileno, de características mecánicas diferentes, para el refuerzo de hormigones.

Las propiedades que definen las fibras son su espesor e , expresado en dtex, su tenacidad $Ten.$ en cN/tex, su elongación $El.$ en % y su longitud L en mm. En la tabla 2 se muestran las propiedades de las fibras, así como su designación.

Tabla 2. Propiedades de las fibras de polipropileno

Fibra	e	$Ten.$	$El.$	L
G1C	6.7	52.41	86.16	24
G3C	6.7	30.28	177.01	24

Como se puede observar, las fibras G1C son de alta tenacidad y baja elongación y las fibras G3C son de baja tenacidad y alta elongación.

4.2. Propiedades de los hormigones

Se han fabricado tres tipos de hormigón diferentes, un hormigón sin fibras como hormigón de control, un hormigón reforzado con fibras G1C y otro hormigón con fibras G3C.

La dosificación de las fibras empleada ha sido de 1200 g/m³.

En la tabla 3 se muestran las propiedades de los distintos hormigones, caracterizados por su resistencia a compresión f_c (MPa), la resistencia a tracción indirecta

f_{ti} (MPa), la resistencia a flexotracción f_{tf} (MPa) y el módulo de deformación E (MPa).

Tabla 3. Propiedades de los hormigones

Hormigón	f_c	f_{ti}	f_{tf}	E
SF	27.3	2.52	3.61	27880
G1C	29.7	2.59	3.71	28497
G3C	32.5	2.62	3.87	29203

En la tabla 3 se observa el aumento de las propiedades mecánicas en los hormigones reforzados con fibras de polipropileno. Como se aprecia en la tabla, se consiguen aumentos mayores con la fibra G3C, que con la fibra G1C que tiene una tenacidad superior. Esto puede deberse a la aleatoriedad que se produce durante el propio proceso de hormigonado de amasadas diferentes.

5. RESULTADOS OBTENIDOS

A continuación se presentan los resultados obtenidos en los ensayos de efecto tamaño, sobre probetas entalladas, para los hormigones descritos en el apartado anterior.

En la tabla 4 se muestran la carga última P_u (N), la carga última corregida con el peso propio P_{uc} (N), la tensión nominal en el momento del fallo σ_N (kPa), el desplazamiento vertical máximo obtenido d_{max} (mm), la energía específica de fractura G_F (N/m) y la longitud característica l_{ch} (mm), para cada probeta y tipo de hormigón.

Tabla 4. Resultados sobre probetas de Efecto Tamaño

Prob.	P_u	P_{uc}	σ_N	d_{max}	G_F	l_{ch}
ET1-SF	470	488	86.8	1.32	44.3	194.8
ET2-SF	542	612	54.4	1.31	33.2	146.1
ET3-SF	1089	1249	74.0	1.75	40.1	199.2
ET1-G1C	609	628	111	4.11	91.9	389
ET2-G1C	710	782	69.6	3.26	50.9	215.6
ET3-G1C	1535	1698	100.6	2.52	74.7	316.6
ET1-G3C	294	312	55.5	3.66	45.8	194.1
ET2-G3C	1337	1412	125.5	3.26	87.0	368.9
ET3-G3C	1546	1708	101.2	3.20	102	434

En la figura 2 se muestran las curvas σ_N-D obtenidas para cada tipo de hormigón.

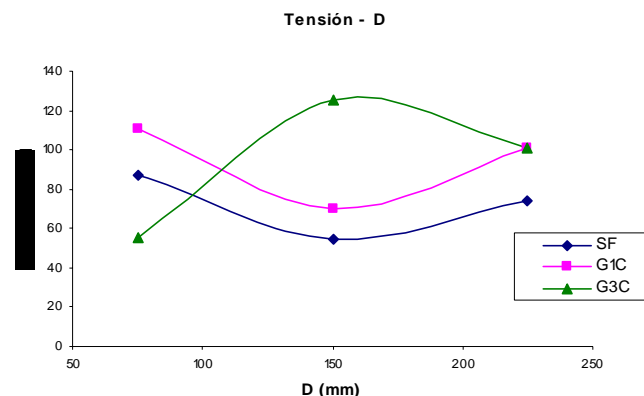


Figura 2. Curvas tensión-tamaño para los distintos hormigones

Como se observa en la figura anterior, en el hormigón de control se produce un efecto tamaño, aunque no está claramente evidenciado, siendo menor su efecto en los hormigones reforzados con fibras. En particular, en el hormigón reforzado con fibra G3C no se produce efecto tamaño ninguno, ya que se obtienen mayores tensiones para tamaños mayores.

En la tabla 5 se muestran los resultados obtenidos de los parámetros G_f (N/m) y c_f (mm), según las expresiones (5) y (6).

Tabla 5. Parámetros G_f y c_f

Hormigón	G_f	c_f
SF	9.1	78.2
G1C	25.3	146.3
G3C	-	-

El valor de los parámetros G_f y c_f para el hormigón reforzado con fibras G3C no se ha podido obtener, debido a que las probetas de hormigón reforzadas con este tipo de fibras, no presentaron efecto tamaño.

El valor obtenido de c_f para el hormigón de control es inferior que el correspondiente al hormigón reforzado con fibras G1C, lo cual evidencia una menor fragilidad de los hormigones reforzados con este tipo de fibras.

Aunque estos valores de los parámetros se han obtenido sobre unas curvas que presentan efectos tamaño poco pronunciados, pueden ser empleados como valores relativos que permiten la comparación entre hormigones, pudiendo obtenerse conclusiones interesantes sobre la fragilidad y el comportamiento en fractura de los mismos.

Un análisis de la mayor o menor ductilidad del material, así como de sus propiedades de fractura, puede realizarse a través de la energía específica de fractura, G_F (N/m) y de la longitud característica, l_{ch} (mm), cuyos valores se muestran en la tabla 6 para los distintos hormigones ensayados.

Los valores de G_F y l_{ch} se han obtenido como valor medio de los valores correspondientes a cada tamaño de probeta, para cada tipo de hormigón. Como se observa en la tabla 4, los resultados obtenidos presentan una mayor aleatoriedad para hormigones reforzados con fibras de polipropileno, por lo que este valor medio así obtenido, permite una mejor comparación entre hormigones.

Tabla 6. Valores medios de G_F y l_{ch}

Hormigón	G_F	l_{ch}
SF	39.2	180.0
G1C	72.5	307.1
G3C	78.3	332.3

Como se puede observar, la energía específica de fractura aumenta considerablemente para los hormigones reforzados con fibras. Esto se debe a que para este tipo de hormigones la curva de ablandamiento tiene una mayor duración, lo que se evidencia experimentalmente a través de las curvas $P-\delta$ (figura 3). El desplazamiento vertical máximo medio para los distintos tipo de hormigones es de 1.46 mm para el hormigón de control, 3.29 para el hormigón reforzado con fibras G1C y 3.37 para los hormigones con fibras G3C.

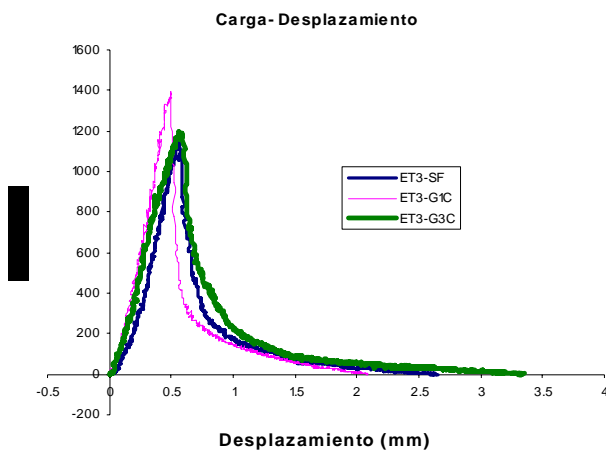


Figura 3. Curva $P-\delta$ para los distintos hormigones

Este aumento de la curva de ablandamiento se debe al efecto cosido que las fibras de polipropileno presentan en la matriz de hormigón. En la figura 4 se puede apreciar la presencia de estas fibras y su efecto cosido en la fisuración del hormigón.



Figura 4.- Efecto de cosido de las fibras de polipropileno en la matriz de hormigón

El efecto de las propiedades de la fibra de polipropileno se evidencia a través de los resultados obtenidos anteriormente. Como se aprecia en la tabla 6, la energía específica de fractura es mayor para los hormigones reforzados con fibras G3C frente a las G1C, además la longitud característica es también mayor para las fibras G3C. Por lo tanto, los hormigones reforzados con fibras G3C serán más dúctiles que los hormigones reforzados con fibras G1C.

Teniendo en cuenta que las fibras G3C son de baja tenacidad y alta elongación y las fibras G1C son de alta tenacidad y baja elongación, se observa que los hormigones reforzados con fibras más dúctiles, presentan también una mayor ductilidad.

6. CONCLUSIONES

A la vista de los resultados experimentales descritos en el apartado anterior, se obtienen las siguientes conclusiones:

1.- La adición de fibras de polipropileno al hormigón, mejora las propiedades mecánicas del mismo. En este sentido se experimenta un aumento de la resistencia característica a compresión, de la resistencia a tracción indirecta y de la resistencia a flexotracción.

Según los resultados mostrados en la tabla 3, se produce un aumento medio aproximado de un 14% en la resistencia a compresión, un aumento del 6% en la resistencia a tracción indirecta y un aumento del 5% en la resistencia a flexotracción.

2.- Con la adición de fibras de polipropileno se disminuye el efecto tamaño del hormigón. Tal y como se observa en la figura 2, el efecto tamaño es mucho menos pronunciado en los hormigones reforzados con fibras. En las probetas reforzadas con fibras G3C no se produce efecto tamaño, obteniéndose tensiones nominales incluso mayores para tamaños más elevados.

3.- Se produce un aumento de la energía de fractura específica para hormigones reforzados con fibras. Este aumento de la energía de fractura específica, se debe a la mayor duración de la curva de ablandamiento debido al efecto cosido que las fibras de polipropileno presentan en la matriz de hormigón.

Hormigones con una energía de fractura específica más elevada, debido al aumento del ablandamiento del hormigón, han de ser más dúctiles, lo cual se evidencia con otros parámetros.

4.- El parámetro c_f de la ley de efecto tamaño de Bazant, es superior para hormigones reforzados con fibras. Debido a que este parámetro está relacionado con la longitud de la zona de proceso de fractura, los materiales con un valor mayor del parámetro c_f , serán más dúctiles [7].

Para el hormigón reforzado con fibras G3C no se ha podido obtener el valor de c_f , debido a que no se ha observado un efecto tamaño en las probetas ensayadas.

5.- La longitud característica de los hormigones reforzados con fibras de polipropileno, aumenta con respecto al hormigón de control. Al igual que ocurre con c_f , este parámetro está relacionado con la longitud de la zona de proceso de fractura del hormigón, por lo que materiales con una longitud característica superior serán más dúctiles [8].

6.- La adición de fibras de polipropileno permite, por tanto, la obtención de hormigones más dúctiles, con un menor efecto tamaño.

7.- La influencia de las propiedades mecánicas de las fibras, tienen efecto sobre los hormigones reforzados. En este sentido, se obtienen hormigones más dúctiles con fibras G3C de baja tenacidad y alta elongación (alta ductilidad) que con fibras G1C de alta tenacidad y baja elongación (baja ductilidad).

Lo expresado en el párrafo anterior se manifiesta experimentalmente de varias formas que se indican a continuación:

- Los hormigones reforzados con fibras G3C no presentan efecto tamaño en los especímenes ensayados. De esta manera no es posible obtener el coeficiente c_f para estos hormigones.
- El desplazamiento vertical máximo medio, experimentado por los especímenes ensayados es superior en los hormigones reforzados con fibras y dentro de estos, es mayor para hormigones reforzados con fibras G3C.
- La longitud característica de los hormigones reforzados con fibras G3C es mayor que los hormigones con fibras G1C.

Los autores desean agradecer a la empresa GEOTEXAN la fabricación y suministro al Grupo de Estructuras, de las fibras de polipropileno utilizadas en la realización del presente estudio experimental.

REFERENCIAS

- [1] ACI Committee 544. *State-of-the-Art Report on Fiber Reinforced Concrete*. ACI Journal. Nov, 1973. 729-744.
- [2] Mindess, S.; Lawrence, F.V. and Kesler, C.E. *The J-Integral as a Fracture Criterion for Fiber Reinforced Concrete*. Cement and Concrete Research, 7. Pag. 731-742, 1977.
- [3] Taylor, M.A. ; Tai, M.K. and Ramey, M.R. *Biaxial Compressive Behaviour of Fiber Reinforced Mortar*. ACI Journal. Pag. 496-501, sep. 1975.
- [4] Visalvanich, K. and Naaman, A.E. *Fracture Model for Fiber Reinforced Concrete*. ACI Journal. Pag. 128-138, march-april, 1983.
- [5] Stang, H.; Mobasher, B. and Shah, S.P. *Quantitative Damage Characterization in Polypropylene Fiber Reinforced Concrete*. Cement and Concrete Research, 20. Pag. 540-588, 1990.
- [6] Bazant, Z.P. *Scaling of Structural Strength*. Elsevier. Great Britain, 2002.
- [7] Karihaloo, B.L. *Fracture Mechanics and Structural Concrete*. Longman Scientific & Technical. 1995.
- [8] G. Ruiz, J.R. Del Viso y J.R. Carmona. *Caracterización de la Ductilidad y del Comportamiento Mecánico a Velocidad de Deformación Variable de Hormigones de Alta Resistencia*. Anales de Mecánica de la Fractura Vol. I. Pag. 251-256, 2006.
- [9] Fischer, G. and Li, V.C. *Effect of Fiber Reinforcement on the Response of Structural Members*. Cement and Concrete Research, 74. Pag. 258-272, 2007.
- [10] Gettu, R. and Saldívar, H. *Implications of the Size Effect Method for Analyzing the Fracture of Concrete*. Int. J. Solids Structures. V.35, Nº 31-32. Pag. 4121-4132, 1998.
- [11] Abdalla, H.M. and Karihaloo, B.L. *Determination of Size-Independent Specific Fracture Energy of Concrete from Three-Point Bend and Wedge Splitting Tests*. Magazine of Concrete Research. V.55, Nº 2. Pag. 133-141, april 2003.

AGRADECIMIENTOS

SUB-CRITICAL CRACK GROWTH IN HIGHLY STRESSED FORMULA 1 RACE CAR COMPOSITE SUSPENSION COMPONENTS

Gary Savage
Honda Racing F1 Team

ABSTRACT

One of the many advantages in the use of composite materials in engineering structures is their resistance to fatigue. Careful component design means that complex, weight-efficient components can be produced which are “intrinsically safe” in that they have an effectively infinite fatigue life. Excessive loading and manufacturing/design details may, however, invoke a process analogous to fatigue in metal components leading to ultimate failure of the component at a load below its design limit. A somewhat qualitative analysis has shown this mechanism to result primarily due to sub-critical crack growth within the resin matrix material. Although the phenomena need further investigation, it was found that the crack growth could be suppressed by using a resin matrix with a much higher toughness. A short introduction to the use of composite materials in formula 1 is given along with a discussion to illustrate how the practical application of Materials Science and Fracture Mechanics principles were used to solve a potentially serious problem.

1. COMPOSITE MATERIALS IN FORMULA 1

In Formula One, weight saving is all-important. Despite the governing body imposing a minimum weight limit, teams still spend much of their time trying to hone components to the lowest possible weight. This is because dropping below the minimum weight allows them to redistribute weight around the car in the form of ballast. Vehicle dynamics studies have shown the benefits in controlling the vehicle’s mass distribution upon its handling. As a consequence every component on an F1 car must be engineered to the absolute minimum weight. The more ballast that is needed to return the car to the legal minimum weight, the more scope is provided to achieve optimum performance by tuning its balance by appropriate positioning of said ballast. Half a kilo taken off the rollover hoop, for example, and added to the bottom of the car in ballast lowers the centre of gravity and can be worth up to a tenth of a second. Such fractions of a second are hard fought for. Every team is constantly looking for ways to get ahead or simply keep up. It is this intense level of competition that fuels the frantic pace of development in formula one. There is therefore an incentive to use weight efficient materials; particularly fibre reinforced composites, wherever possible.

Carbon fibre composites were first used in Formula 1 in 1980, when McLaren Technical Director John Barnard designed and built the first carbon fibre chassis (1). Barnard was attracted to carbon fibre, which at the time was used almost exclusively by the aerospace industry, because of its incredibly high specific stiffness. He correctly postulated that carbon fibres could offer a huge step both in chassis stiffness and weight reduction. His composite McLaren MP4-1 (Figure 1) revolutionised the world of racing car design when it hit the track in 1981, despite his detractors initially dismissing the idea of using such brittle materials in

race car construction. By 1984 however, the whole of Formula 1 had jumped on the carbon fibre bandwagon. Barnard’s concept has today been accepted as the industry standard in all types of formula racing car design. In fact, so established is the practice that the FIA’s current Formula 1 technical regulations are written in such a way that it would be very difficult to make a chassis out of anything else. During the design of the MP4/1, Barnard used carbon composites wherever they offered advantages in mechanical properties or a reduction in complexity of design. Since that time there has been a continual process of metals replacement within the sport. In the early 1990s, Savage and Leaper from McLaren developed composite suspension members (2).

Composite suspension components are now universally used by F1 teams (Figure 2). Apart from the obvious weight savings, composite push rods and wishbones etc. have a much improved durability and so can be made far more cost effective than the steel parts which they replaced. The most recent innovation was the introduction of composite gearboxes (3). The carbon fibre reinforced epoxy structures (Figure 3) are significantly lighter (up to 25%) than traditional metal alloy boxes, significantly stiffer, can be operated at higher temperatures and are easy to modify and repair. Aside from the structural materials a number of “speciality” fibre reinforced composites are also used. These include carbon-carbon brakes and clutches, and ablatives in and around the exhaust ports.

Formula 1 is now in the vanguard of carbon composite research and development, even more so than the aerospace industry from which the technology was derived. This is because aircraft lead times are so much longer than F1 cars. A car is designed and built in a matter of months, so the latest materials can always be incorporated. An aircraft takes years to move from the

design stage to full production, so the materials used in an airframe are invariably out of date by the time it reaches service. A lot of the materials that you see on an F1 car won't be used on aircraft for perhaps another 7-10 years. Similarly, many of the composite materials used on today's aircraft, such as the Eurofighter, became obsolete in F1 in the early 1990s; quite amazing considering that F1 as a whole adopted carbon fibre just thirty years ago.



Figure 1. The original composite F1 chassis, McLaren MP4-1

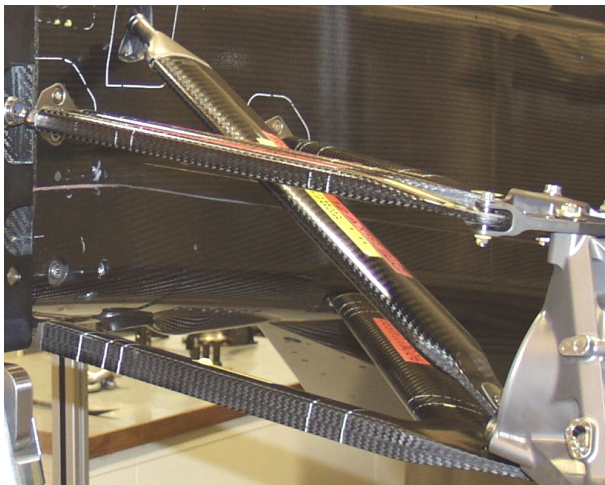


Figure 2. Composite suspension members.



Figure 3. Composite gearbox and rear suspension

2. SUSPENSION DESIGN

A mantra often used in the Formula 1 media is "F1 cars are all about aerodynamics". In reality, the key factor in the performance of any racing car is tyres and keeping those tyres in good contact with the ground. Even in Formula 1, where the cars are able to produce up to twice their own mass in down force, this is of greater fundamental importance than aero, although of course aero plays a huge role in putting downforce through those tyres. The task of the suspension is to enable the tyres to provide optimum grip throughout the running of the car and minimise the degradation of the tyres during the process.

FIA regulations effectively restrict Formula 1 cars to double wishbone suspension (Figures 2 & 3). Suspension kinematics & compliance requirements are dictated by the team's vehicle dynamics engineering group and the tyre supplier. The suspension geometry must take into account a number of factors including; anti-squat, anti-lift, roll centre, camber change with bump and stiffness (especially toe and camber). A bespoke kinematics program is employed to generate data for LapSim (circuit simulation) and ADAMS models. Aerodynamic requirements influence the section of the various components. FIA stipulate a maximum 3.5:1 depth/chord ratio regulation which effectively limits the chord. The component's aero may be sensitive to inclination, the component may require a degree of twist and its cross section kept to a minimum (in stark contrast to mechanical requirements!) to reduce "blockage". Mechanical design must take into account attachment to chassis and uprights (wheel hubs), camber, toe and castor adjustment and the packaging of brake lines, electronics (sensor wires etc) and tethers (The high strength polymeric fibre "ropes" used to keep the wheels attached in the event of a serious accident).

All of the suspension components and their associated mountings etc are initially designed to meet a series of static load criteria. These criteria are based on a number of maximum load cases which the individual pieces are anticipated to endure. A braking load of 4.5g combined with a vertical load of 2.0g, for example, is used to simulate maximum braking with the associated loads from aerodynamics and weight transfer. The loads are resolved into the suspension geometry to calculate the corresponding forces acting on each individual component. A series of loading combinations (14 in all) are similarly applied to the suspension. Each component is then individually designed according to the maximum loads they are likely to endure, multiplied by an appropriate safety factor. Race car suspension components are essentially slender columns, the most likely failure mode therefore being buckling under compression loading. The buckled wavelength is determined by the degree of constraint applied by the gripping arrangement. In the case of a perfectly cylindrical prism there is no single preferred plane in which to buckle. The aerodynamic shapes used in the

suspension members are polygonal prisms, any buckling deflections will occur in the direction transverse to the thinnest dimension, i.e. within the plane of the lowest flexural rigidity.

3. THE FRONT PUSH ROD

The front push rod from the Honda Racing F1 RA107 (2006 season) car (Figure 4) consists of a simple thin-walled carbon fibre composite aero-tube into which titanium (Ti 6Al 4V alloy) end fittings are bonded. The lower fitting houses a bearing which enables the component to fit to the upright. The upper fitting consists of two parts. A flat lower section is bonded into the composite tube. A second upper fitting, again housing a bearing, bolts to this piece and attaches it to the rocker in the chassis which actuates the spring and damper arrangement. The length of the push rod may be altered by the addition and removal of a series of spacers between the two upper fittings and is the method by which the front ride height of the car is set and the car balanced from left to right. The composite component is laid up in two half moulds which are bolted together prior to the curing operation. Two thin strips of woven composite (oriented at $\pm 45^\circ$ to the axis of the tube), known as joining plies, are used to form a “strapped butt joint” (4) in order to bond the two halves together. The tube and joint are consolidated in a single operation by the insertion of a pressure bag (@7bar) and heat in an autoclave.

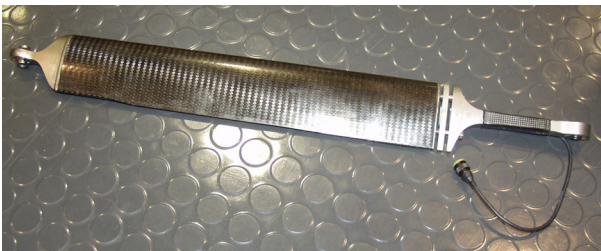


Figure 4. Honda RA106 Front push rod.

The loading in all of the suspension members is, to a first approximation, resolved into simple tension/compression and, as previously discussed, the torque due to braking largely responsible for the most critical loads. The loading in the push rods is primarily in compression, the only tensile forces being relatively trivial occurring in the sporadic instances when the wheel leaves the circuit (during “kerbing” for example). The stability of an elastic slender prismatic column under compression loading was first discussed by Euler (5). If the axial compressive load P is less than the critical elastic buckling load (P_b) the “pinned-end” column (in which the ends are free to rotate) remains straight, undergoes only elastic axial compression and is in stable equilibrium (Figure 5a). As the load increase, the equilibrium becomes unstable and any slight lateral load will produce a deflection leading to collapse through bending (Figure 5b).

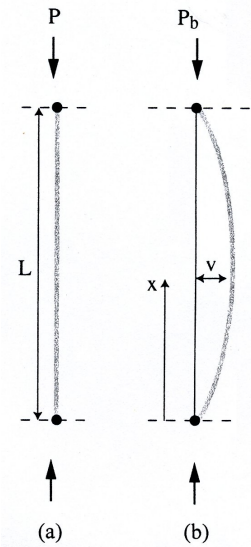


Figure 5. (a) pinned column under axial load (b) fundamental case of buckling

The critical load for column instability under compression may be determined using the differential equation of the deflection curve providing one assumes a small deflection (v) is assumed (6,7);

$$-M = E_1 I_{\min} \frac{d^2 v}{dx^2} \equiv E_1 I_{\min} v'' \quad (1)$$

Where M is the internal bending moment, E_1 the axial elastic modulus, I_{\min} is the minimum second moment of area and v'' is the curvature of the bent column.

$$P_b = \frac{\pi^2 E_1 I_{\min}}{L^2} \quad (2)$$

where L is the length of the column.

This is of course the fundamental condition known as the “Euler Load”. Real columns invariably differ from the ideal case because imperfections and non-conformity exist. In the case of our push rod, inconsistent and variable gripping (due to the variability of the bearings and rotation of the component etc.) lead to eccentric loading. Inhomogeneity in manufacture and the non-symmetric nature of the global design lead to an uneven distribution of load. Any variation in from one component to another will be manifest as a scatter in the buckling loads. Nevertheless, the Euler buckling load (calculated using the maximum usable length and multiplied by a suitable safety factor) remains a good component design parameter.

Composite structures are designed to have just the right amount of fibres in the correct directions to resist the applied loads, with the minimum of matrix resin to hold the structure together (8). To achieve this precision, the composites industry produces an intermediate product known as “prepreg”. Prepreg consists sheets of aligned

(unidirectional) or woven fibres, surrounded by a partially polymerised resin. Components are formed by building up successive plies of prepreg in a mould followed by curing under temperature and pressure.

The initial stressing of the push rod (and indeed all of the other suspension members) is as an Euler column such that the primary load bearing fibres are arranged unidirectionally along the axis of the component. Euler's equation shows that stiffness rather than strength of the composite governs the buckle load. Carbon fibres with ultra high stiffness tend to be very brittle (9) and are therefore not used in components such as this which can have a relatively "violent" service life. A compromise is struck using the "high" rather than "ultra-high" modulus type, sacrificing a little in weight efficiency to guarantee durability. The loading on the push rod is not pure compression and therefore further material, in the form of woven high strength (intermediate modulus) fibres is employed in those areas where it is required. Following the initial buckling calculation further, more detailed, structural analysis is required using finite element analysis (FEA) before the structure is finalised.

4. MATERIALS AND ANALYSIS

A major factor that has led to the expansion of carbon fibre use in F1 is the improvements being made in the materials themselves. In recent years, an increasing number of fibres have become available. By processing the fibres differently, thinner fibres with much greater tensile strength and modulus have been developed. The disadvantages are that high- and ultrahigh-modulus fibres cost more and are much more brittle than standard carbon fibres. The new ultrahigh strength varieties reduce brittleness and open up a number of applications hitherto precluded to composites, but at a cost penalty. Structural adhesives used to bond carbon components together and to add metal inserts have also improved, extending the number of parts for which it can be used. Similarly the epoxy resin matrices used to bind the fibres together have also improved. Honda's gearbox is a clear example of these advancements. It was built using an experimental high toughness resin to resist delamination due to impact that is around 90% higher in interlaminar toughness (10).

Probably the most important change in the use of carbon fibre, though, has been the improvement of detailed stress analysis. The advent of finite element analysis (FEA) coupled with vast increases in computing power, has allowed designers to assess their designs for possible weak points. There are several choices the designer can make at this point. Material can be added to areas exposed to high stresses. Alternatively, the choice of fibre, resin, weaves or orientation can be tweaked to provide a stronger component. Similarly the shape of the component can be adjusted to prevent stresses becoming concentrated. The results can then be re-subjected to FEA, which is based on data from composite suppliers and laboratory

tests during the R&D phase of design, to ensure they conform to the component's requirements. The result is an iterative approach to design based, to a great extent, on designers who have a great deal of experience designing using carbon fibre. FEA provides an extra degree of confidence but all components must be rigorously tested to ensure safety.

These three factors have seen the use of carbon fibre composites increase from chasses in the early 80's, through to the point that they make up 85% of Honda's car, if the engine and wheels are excluded.

5. TESTING AND VERIFICATION FOR THE CIRCUIT

Formula One is a very low-volume application. Teams produce small quantities of small, highly complicated parts. At Honda, resin versions of the component are milled direct from CAD data. These 'masters' then have carbon fibre laid over them to create the moulds used to make the final parts. At this point, the CAD/CAM data is used to cut sheets of prepreg into the shapes that will be needed for each component. The result is much like a sewing pattern. The software also produces a booklet detailing the sequence, orientation, fibre and resin to be used for each layer of each component. Highly trained technicians then lay up each sheet according to these instructions, with a second person always double-checking the work. The laying up and checking of each layer of prepreg is recorded to ensure complete traceability. Considering that a very significant percentage of the Honda's 3617 components are made from carbon and 75% of them will have been modified between the start and the end of a racing season, these amounts to a lot of work and a long paper-trail.

Calculated loads are the maximum (highest tensile) and minimum (highest compression) loads resulting from the load case calculations, resolved into the principal axes of individual suspension components. The design load is the lowest load at which any component is permitted to fail;

$$\text{Design load} = \text{calculated load} \times \text{safety factor} \quad (3)$$

Proof testing is the application of a load, lower than the design load but higher than the calculated load to which the component is required to be subjected prior to being deemed fit for purpose. Each component is loaded in both tension and compression along its major axes to a minimum safety factor of 1.3. In certain cases (particularly push rods) tensile test loads which are far higher than required for operational safety are applied in order to test the integrity of the adhesive bonds.

Durability testing is the application of dynamic loads to a component or subassembly in order to evaluate any potential lifing problems. The load may be applied in the form of a fixed sinusoid oscillating between the maximum and minimum loads, a block sequence

programme built up from the estimated stressing regime or the application of service data. Proof testing and simple uniaxial durability testing may be carried out within the confines of a universal test frame (Figure 6). Service load simulation exercises on major assemblies on the other hand require expensive bespoke multi-axis test rigs. For multi-axis testing purposes, forces or motion parameters such as acceleration, velocity and displacement can be measured. Loads etc., recorded using transducers on the car, may be manipulated using appropriate software such that they may be replayed to control the servo hydraulic actuators. Using this technology it is possible to test a component or subassembly under similar conditions to those it would experience on the race circuit. Thousands of kilometres of any track may then be completed without the parts having to leave the factory! Furthermore, the digital operation of the equipment allows the programming of safety factors with relative ease and the huge relative increase in the “virtual” speed of the laboratory test compared with that on the circuit enables a significantly accelerated programme. The 12 axis test rig (11) that Honda use for this purpose may achieve speeds equivalent to the car operating at 6000kmh^{-1} (figure 7).

The primary suspension components (wishbones, push rods and track rods) are initially tested on a universal test frame to verify them “fit for purpose. Once the parts have been manufactured, they are proof tested statically followed by dynamic testing of a full car set of components. This can be carried out by applying the maximum load cases, which generally occur under braking, in the form of sinusoids applied at the heave resonance frequency of the car (approximately 5Hz). Tests carried out in this way tend to be excessively harsh on the suspension since they are constantly applying load scenarios which the parts endure only infrequently. It is preferable therefore to use service data as it provides a much more accurate estimate of the components’ “life expectancies”. Honda’s qualification system applies 100,000 load cycles of uniaxial testing to prove individual components and a multi-axis test to set the service limit of complete assemblies. Once components have finished the prerequisite mileage on the rigs parts of the same type may run at the circuit without fear of failure allowing the track engineers to concentrate on set up etc.

It is worth remembering that carbon fibre is not considered expensive by F1 standards. Although the manufacture of parts is a skilled and laborious process, the costs of production are dwarfed by the costs of design, development, testing and quality control. At Honda we operate a total quality management (TQM) process, “lifing” (monitoring and documenting) major components through every aspect of their service life from conception to obsolescence. The history of each component is extensively recorded. Designs are tested both destructively and non-destructively, with individual components and sub-assemblies being subjected to simulated loads of an entire season’s racing using, typically, safety factors 1.3 times higher than the

largest calculated load they should ever encounter, to ensure safety and reliability. Components are also “condition monitored” (mechanically and non-destructively tested) every 2500km in order to highlight any time-dependent structural degradation before it becomes a problem or to verify the integrity of repairs. They are considered to have failed if they have broken under load, have lost more than 5% of their original stiffness or exhibit any irregularities during NDT examination.



Figure 6. Uniaxial suspension test

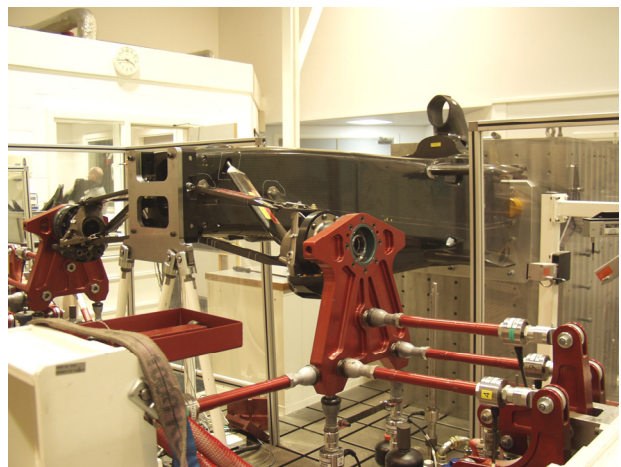


Figure 7. Multi-axis suspension testing.

There is a price to be paid for conformance. Investment is required in time, capital and personnel to operate and maintain a TQM process, which must be constantly

upgraded in parallel with evolving technology. The price of conformance is however far lower than the price of non-conformance; a team whose cars consistently fail cannot hope to compete at the highest level. Honda racing F1 team have invested millions of pounds in a state of the art test lab and its attendant TQM system. During the 2006 season the team uniquely experienced zero chassis failures during the racing season QED!

6. EXCESSIVE LOADS AND BUCKLING EVALUATION

One advantage of composite suspension members is that it possible for them to exceed its buckle load and return to their original form. This is not the case with thin-walled metallic parts which undergo local plastic deformation and are thus rendered permanently deformed and unserviceable. A test was devised in order to evaluate the “robustness” of the front push rod in conditions which may arise from unexpected loads due to kerbing and pot holes for example. The standard compressive proof load was increased to induce recoverable buckling and the dynamic compressive load by 30%. The test consisted of the buckle load applied three times followed by 10,000 durability load cycles. This process was to be repeated until failure, or the completion of 100,000 cycles, whichever came first.



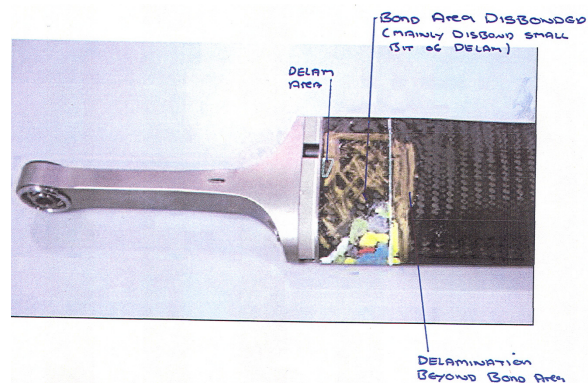
Figure 8. Compression failure of front push rod



Figure 9. “disbond” revealed by UT examination

The test stopped after 37,000 cycles. A compressive failure was observed at the upper end of the composite tube, just below the metal end fitting (Figure 8). A subsequent ultra-sonic examination revealed a significant “disbonded” area in the region of the metal insert (Figure 9). It was assumed that there had been a peel failure of the adhesive bond leading to a premature buckling failure of the tube. It was further assumed that this bond failure was progressive rather than instantaneous. The test was repeated with a second, identical, component in order to investigate the nature of the bond failure. Rather than test to destruction, the test was halted periodically to enable the growth of the defected area to be mapped (Figure 10) using ultrasonics. Furthermore, the desire was to examine the defected area microscopically without any of the damage that would result from a catastrophic failure.

Optical microscopy showed that the failure was due to a crack propagating through the matrix of the composite material (Figure 11). Crack initiation was difficult to discern, but appeared to occur in the region of the tube’s joining plies (Figure 12). The main crack here was approximately 650µm from the inner surface, with multi-delamination cracks which may well have then grown during later stages. The main crack then moved nearer to the surface on meeting the metal insert, usually at between 100µm and 400µm from the composite/adhesive interface. There were very few crack excursions to said interface thus proving the original assumption wrong – the bond had more than adequate strength (Figure 13). Failure appeared to be initiated at a design/manufacturing detail, and the “fatigue life” dependant upon the toughness of the resin matrix.



Colour	Number of cycles
Blue	1400
Red	2000
Yellow	3000
Silver	4000
Green	5000
White	6000
No change	7000
Gold*	10,000

*test stopped due to perceived bond failure

Figure 10. Mapping of defect propagation

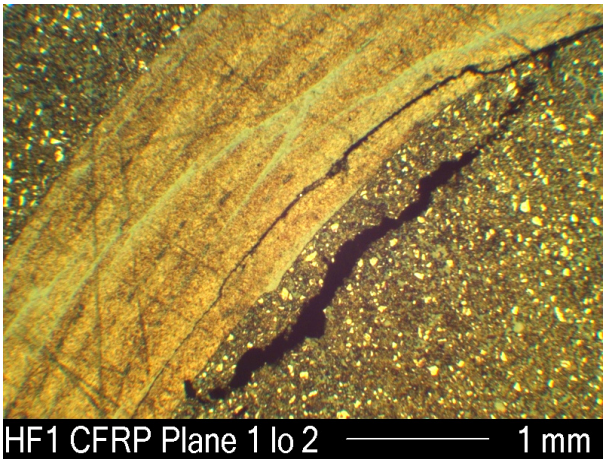


Figure 11. Crack propagating through resin matrix

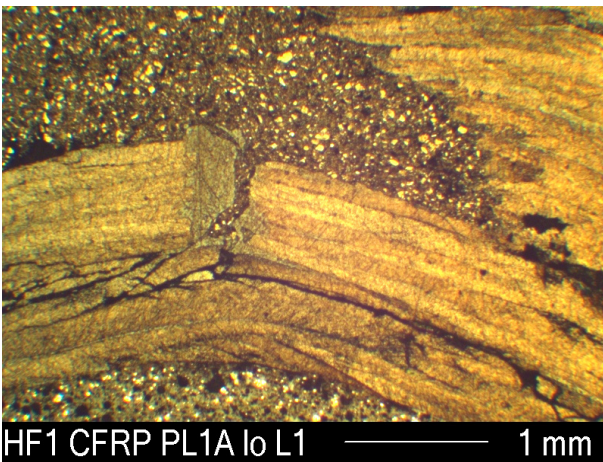


Figure 12. Crack appears to originate from the edge of the joining plies (lighter material)

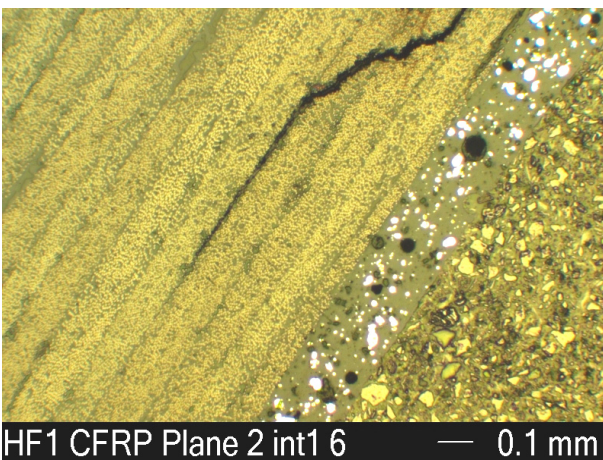


Figure 13. The adhesive bond remains intact throughout the failure process.

7. CONCLUSION

Failure of the composite resulted from compression once the defect had grown to a critical size and the structure could no longer support the load. The defect arose from sub-critical crack growth within the resin matrix in a manner that appears similar to fatigue in metals and alloys. The initiation of the crack is difficult to discern, but appears to emanate from the laminated strip which joins the two halves of the component. That is to say it appears due to an extraneous design/production detail rather than being intrinsic to the composite material. It would have been interesting to have investigated the process further and develop, perhaps, a numerical understanding of the process. Formula 1 however deals with the here and now so a very quick solution was introduced. The 2020 epoxy resin matrix was replaced with the tougher 2035 system (10). This resin exhibits a 90% higher interlaminar toughness (G_{IC}) and was used in an effort to reduce the rate of crack growth. Repeating the test with a 2035 based composite enabled an otherwise identical component to complete 100,000 cycles without failure, and no apparent defects when investigated with ultrasonics. Using this information, the team has produced a new, lighter, design for the 2007 car in which one of the metal fittings has been replaced with composite (Figure 14).



Figure 14. Honda F1 2007 front push rod

8. REFERENCES

- [1] Savage, GM., *Metals and Materials*, 7, 10, 617 (1991).
- [2] Savage, GM., *Race Tech.*, 1, 1 (1995).
- [3] Armstrong-Wilson, C., *Racecar Engineering*, 14, 9, 32 (2004).

- [4] Savage, GM., Engineering Failure Analysis, 14, 321 (2007).
- [5] Euler, L., Histoire de l'Academie, Berlin 13, 252 (1757).
- [6] Gere, JM., & Timoshenko, "Mechanics of Materials", 3rd Ed., PWS-Kent, Boston, USA. (1990).
- [7] Gere, JM., & Timoshenko, "Theory of Elastic Stability", 2nd Ed., McGraw-Hill Book Co., New York, USA. (1961).
- [8] Savage, GM., J. STA., 140, 18 (2000).
- [9] Savage, GM. "Carbon-Carbon Composites", Chapman & Hall, London (1993).
- [10] Savage, GM. Engineering Failure Analysis, 13, 198 (2006).
- [11] Savage, GM. Proc. "Transfac 06" San-Sebastian, Spain (Oct 2006).

**ENERGÍA DE FRACTURA EN UNIONES ADHESIVAS DE MATERIALES HÍBRIDOS FIBRA-METAL:
ENSAYOS TDCB MODIFICADOS****J. C. Suárez¹, M.A. Herreros¹, P. Pinilla², S. Miguel² y F. López³**

¹ Departamento de Arquitectura y Construcción Navales. E.T.S. de Ingenieros Navales. Universidad Politécnica de Madrid. Avda. Arco de la Victoria s/n, 28040 Madrid.

Correo-e: juancarlos.suarez@upm.es, miguelangel.herreros@upm.es

² Departamento de Enseñanzas Básicas de la Ingeniería Naval. E.T.S. de Ingenieros Navales. Universidad Politécnica de Madrid. Avda. Arco de la Victoria s/n, 28040 Madrid.

Correo-e: paz.pinilla@upm.es, santiago.miguel@upm.es

³ Departamento de Ingeniería de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Minas. Universidad Politécnica de Madrid, C/ Alenza, 4. 28003 Madrid.

Correo-e: francisco.lopezm@upm.es

RESUMEN

Estudiando los mecanismos de fallo en materiales híbridos fibra-metal se puede comprobar que el valor de la carga que provoca el pandeo local de la lámina metálica externa durante la flexión es muy sensible al valor de la energía de fractura adhesiva en la unión polímero-metal. La medida correcta de la energía de fractura adhesiva es, pues, de la máxima relevancia para evitar este modo de fallo prematuro. No obstante, el empleo de adhesivos elastoméricos para acomodar las diferencias de comportamiento mecánico entre las láminas de metal y las de material compuesto hacen que no se satisfagan los supuestos bajo los cuales se realizan los ensayos con probetas de doble viga en voladizo con sección variable. En este trabajo se presenta un tratamiento de los resultados de los ensayos, de manera que tomando información contenida en el propio ensayo se puedan corregir los valores de G_{IC} obtenidos, eliminando el efecto de la no linealidad introducido por el adhesivo elastomérico.

ABSTRACT

Failure mechanisms in fibre-metal hybrid materials include the local buckling of the metal sheet. The buckling load is closely related to the exact value of the adhesive fracture energy of the polymer-to-metal bonding. A proper measurement of the adhesive fracture energy is necessary to avoid this early failure mechanism during bending. An interlayer of elastic adhesive is used to accommodate the mismatch in mechanical properties between the two materials. However, assumptions made during Tapered Double Cantilever Beam tests are not complied due to the non linearity introduced by this kind of adhesives used. Supplementary data obtained from the same tests are used to modify the G_{IC} values. These values of the adhesive fracture energy are consistent with the failure mode observed in bending and are able to predict the local buckling loads.

PALABRAS CLAVE: Adhesivos, Energía de Fractura Adhesiva, TDCB. Materiales Híbridos.

1. INTRODUCCIÓN

La medida del valor crítico de la energía de fractura adhesiva, G_C , es útil para la caracterización del comportamiento en servicio de adhesivos estructurales desde diversos puntos de vista: en investigación y desarrollo, para conocer cuantitativamente la influencia sobre el comportamiento en servicio de las variaciones en la composición del adhesivo, *primers*, tratamientos superficiales de los adherentes, mallas de soporte, variables de procesado y efectos medioambientales; en la evaluación de la adecuación al servicio, para determinar la capacidad de un sistema adhesivo específico para desempeñar una cierta función, para la cual están prescritas las tensiones que ha de soportar y establecer con confianza los tamaños máximos de

defecto admisibles; en el desarrollo de criterios de aceptación y de control de calidad durante la fabricación, pero sólo cuando exista una base sólida que permita especificar un valor mínimo de G_C admisible.

En este último aspecto, nuestro interés se ha derivado del estudio de uniones adhesivas metal-composite en materiales híbridos laminados fibra-metal para Construcción Naval [1]. Concretamente, estudiando los mecanismos de fallo de este tipo de materiales se puede comprobar que el pandeo local de la lámina metálica externa durante la flexión es muy sensible al valor de la energía de fractura adhesiva en la unión polímero-metal. La medida correcta de la energía de fractura adhesiva es, pues, de la máxima relevancia.

La aplicación del ensayo de doble viga en voladizo con sección variable (TDCB, *Tapered Double Cantilever Beam*), ver figura 1, para determinar el valor crítico de la energía de fractura adhesiva en modo I, G_{IC} , presenta algunas ventajas que lo han hecho ser muy utilizado: a) permite ensayar uniones de materiales con un límite elástico muy bajo sin que se produzca plastificación de los adherentes; b) la flexibilidad de la probeta de ensayo es independiente de la longitud de la grieta. La reducción de datos se puede hacer siguiendo la norma ASTM D 3433 99 [2] utilizando una teoría de vigas simple con corrección para incluir los efectos de la cortadura.

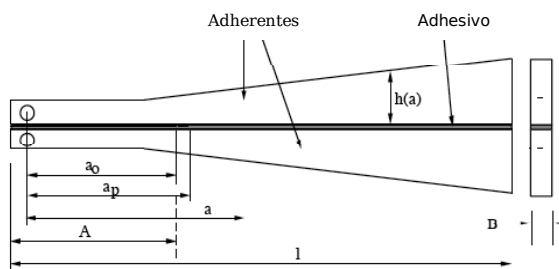




Figura 1. Geometría de la probeta de ensayo TDCB para uniones adhesivas

Una serie de efectos no están convenientemente tratados en esta norma ASTM, como han mostrado Blackman *et al.* [3]. Por eso, dentro del Comité Técnico 4 sobre Polímeros, Adhesivos y Composites de la Sociedad Europea de Integridad Estructural (ESIS) se desarrolló un nuevo protocolo para el ensayo TDCB para materiales metálicos y compuestos, donde se incluyen en una versión corregida de la teoría los efectos de la rotación de la raíz de la viga, y una corrección de la flexibilidad del dispositivo de ensayo [4].

Un ensayo *round-robin* internacional ha mostrado [5] la consistencia de los valores obtenidos por diversos laboratorios y, finalmente, se ha propuesto y publicado como *British Standard* [4].

2. DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

2.1. Fabricación de la probeta de ensayo

Para fabricar las probetas del ensayo TDCB se construyeron unos perfiles con sección en  plegando chapa de acero suave de calidad naval con un espesor de 1,5 mm. Se sometieron a un tratamiento superficial consistente en una limpieza con disolvente orgánico en fase vapor, seguida de un tratamiento en ácido fosfórico en caliente y con agitación por ultrasonidos. A continuación se aplicó a las superficies a unir un primer y acto seguido se realizó la unión adhesiva de dos mitades para obtener una unión en .

El adhesivo utilizado es un poliuretano bicomponente (SikaForce©1897 2C) con una elevada capacidad de deformación elástica. Se colocó una capa de 1 mm de espesor y se aplicó presión durante el curado. Se controló el espesor de la capa de adhesivo interponiendo entre las dos piezas unas chapas metálicas calibradas con este espesor y lo suficientemente estrechas para no perturbar sensiblemente la línea de pegado. En el extremo por donde se introduce la carga se colocó una lámina delgada de PTFE a mitad del espesor del adhesivo para crear una grieta inicial.

Una vez que el adhesivo ha curado por completo, tras 24 horas a temperatura ambiente, se colocan y atornillan los suplementos del útil de ensayo, dos piezas de acero inoxidable mecanizadas con una sección que se va incrementando linealmente (figura 2).

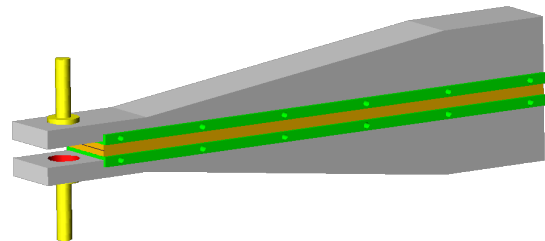


Figura 2. Probeta de ensayo TDCB modificada

La línea de pegado se recubre con una capa delgada de fluido corrector, de color blanco, para obtener un buen contraste que permita seguir con facilidad el progreso de la grieta.

2.2. Ensayo de la unión

Los ensayos se realizaron siguiendo las indicaciones del protocolo de la ESIS TC4 [4], con una velocidad constante de desplazamiento de 0,1 mm/s. Los valores de la carga aplicada, el desplazamiento y la longitud de grieta fueron registrados siempre que el vértice de grieta se encontrara dentro de la zona de pendiente de la probeta, obteniéndose con cada probeta de ensayo el mayor número de puntos experimentales posibles. Tras cada propagación de la grieta se detuvo el ensayo y se permitió la propagación hasta la parada completa de la grieta, registrando tanto la carga de inicio de la propagación como la carga de parada de grieta. La posición del vértice de la grieta se determinó con precisión utilizando dos microscopios que se desplazan paralelos a la línea de pegado y que están conectados a sendas cámaras de vídeo para obtener imágenes en la pantalla del ordenador.

Tras cada propagación se procedió a la descarga total del dispositivo de ensayo. Esta operación no está especificada en el protocolo seguido [4], que sólo exige

la descarga cuando el vértice de grieta ha superado la zona de rampa y antes del fallo total de la unión adhesiva, con el propósito de comprobar que las condiciones de la LEFM no han sido violadas. Para nuestros propósitos, es imprescindible la descarga completa y la vuelta a cargar tras cada propagación para medir efectivamente la variación de flexibilidad en la probeta a lo largo del ensayo. No se ha observado deformación plástica de los adherentes en ningún caso.

3. RESULTADOS

La figura 3 muestra un registro típico de carga frente al tiempo a lo largo de un ensayo TDCB. El primer pico, correspondiente a la propagación de la pregrieta iniciada en el adhesivo por la inclusión de la lámina de PTFE, no es tenido en cuenta pues el vértice de la grieta no es físicamente representativo de las grietas reales que se pueden encontrar en servicio. La última propagación tampoco es tomada en consideración pues el vértice de grieta se encuentra ya fuera de la zona de rampa de la probeta.

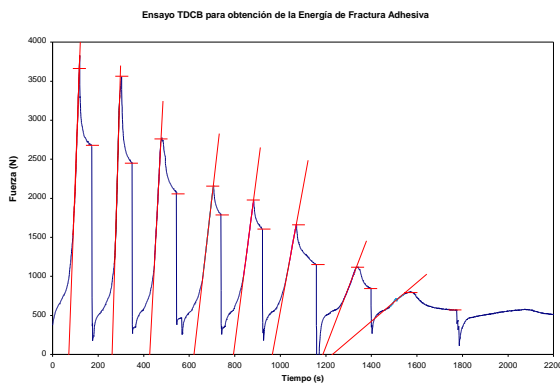


Figura 3. Registro de carga frente a tiempo para un ensayo TDCB típico

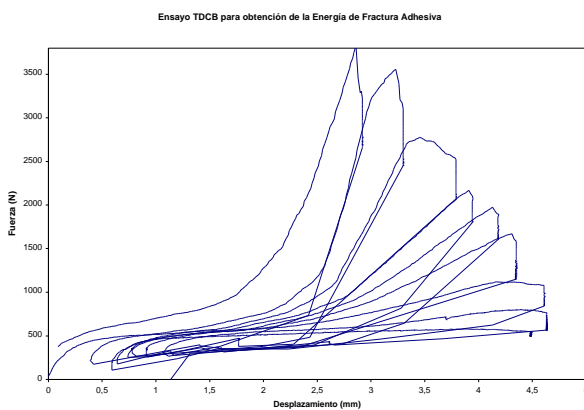


Figura 4. Registro de carga-desplazamiento para un ensayo TDCB típico

La figura 4 es un registro de carga frente a desplazamiento donde se muestran todos los ciclos de

carga-propagación-descarga experimentados en una única probeta de ensayo. En la figura 5 se han suprimido la región de descarga para mayor claridad y se han determinado las pendientes en la zona de comportamiento proporcional.

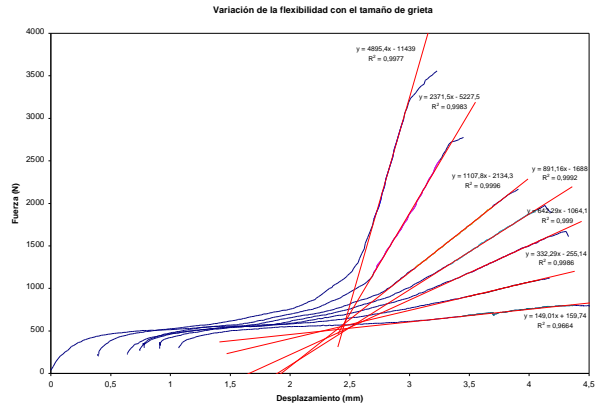


Figura 5. Ciclos de carga-propagación-descarga en una probeta TDCB

Como se puede observar, existe en cada tramo de propagación una zona de deformación a carga prácticamente constante, correspondiente a la deformación exclusivamente del adhesivo elastomérico. Sigue una zona de transición hasta obtener una deformación proporcional, correspondiente a la deformación elástica de los adherentes metálicos. Finalmente el registro se empieza a separar de la proporcionalidad hasta que se llega a la carga de inicio de la propagación.

Las rectas de ajuste a las distintas regiones de proporcionalidad pueden extrapolarse, observándose como se cortan todas ellas en un único punto que marca el límite hasta el cual el adhesivo está tomando toda la deformación y el comienzo de entrada en carga de los adherentes metálicos.

4. DISCUSIÓN

Los distintos métodos de análisis recogidos en la *British Standard* provienen básicamente de la ecuación de Irwin-Kies (1) donde la energía de fractura adhesiva, G_{IC} , se obtiene a partir de la expresión

$$G_{IC} = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} \tag{1}$$

donde P es la carga aplicada, B es la anchura de la unión adhesiva, C es la flexibilidad y a la longitud de la grieta.

La diferencia entre los distintos métodos de análisis estriba en la forma de obtener dC/da . El más sencillo utiliza una teoría de vigas simple con corrección de los efectos de cortadura, según el análisis de Mostovoy y

colaboradores [6]. En este caso, la flexibilidad de la viga, C , viene dada por

$$C = \frac{8(a^3 + h^2a)}{E_s B h^3} \tag{2}$$

donde h es la altura y E_s el módulo de Young del acero con que está construido el utilaje de ensayo. Diferenciando la ecuación (2) y substituyendo en la ecuación (1) se obtiene

$$G_{IC} = \frac{4P^2}{E_s B^2} \left(\frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h} \right) \tag{3}$$

La geometría de la probeta TDCB es elegida de tal manera que el término entre paréntesis se mantenga constante

$$m = \frac{3a^2}{h^3} + \frac{1}{h} \tag{4}$$

En el presente trabajo el valor de m se ha tomado igual a 2633 m^{-1} . De esta manera el valor de G_{IC} debe resultar independiente de la longitud de la grieta.

La figura 6 muestra los valores que se obtienen a partir de las medidas experimentales, utilizando la ecuación (3)

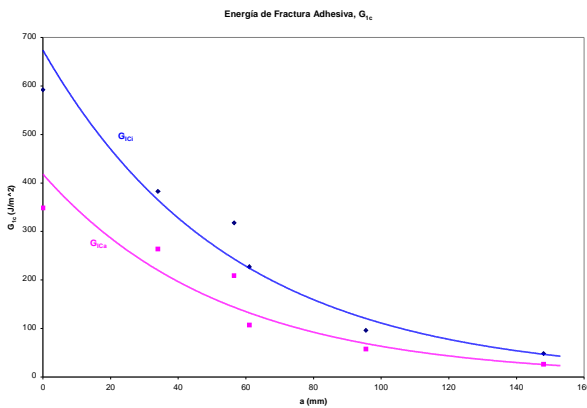


Figura 6. Valores de la energía de fractura adhesiva en función del tamaño de grieta

Obviamente, los valores de G_{IC} (tanto para el inicio de la propagación, G_{ICi} , como la parada de grieta, G_{ICa}) no resultan independientes del tamaño de grieta.

La flexibilidad C propuesta por la teoría de vigas utilizada (2) no se corresponde con el comportamiento real del dispositivo de ensayo, debido a que se violan algunos de los supuestos implícitos en dicha teoría. Particularmente, no se cumple que la capa de adhesivo sea suficientemente delgada y, además, el comportamiento del polímero es altamente no lineal. Otras teorías más elaboradas, también incluidas en la *British Standard*, donde se toma en consideración el efecto de rotación en la raíz de la viga, tampoco corrigen el problema detectado pues se siguen

incumpliendo los supuestos anteriores, ya que la norma está pensada para adhesivos muy rígidos, con comportamiento lineal hasta rotura y en capas muy delgadas. Este no es el caso que nos ocupa, donde deseamos medir la energía de fractura adhesiva de un adhesivo elastomérico, con comportamiento altamente no lineal y en espesores muy grandes (1 mm).

Debemos pues recurrir a un método que también está contemplado en la *British Standard*, consistente en la determinación experimental de la flexibilidad a lo largo del ensayo. La flexibilidad para cada longitud de grieta se mide a partir de las rectas dibujadas en la figura 3, obtenidas en la etapa de descarga-carga tras cada propagación de la grieta. La figura 7 muestra, para una de las probetas ensayadas, una gráfica típica con la variación de C en función del tamaño de grieta, a .

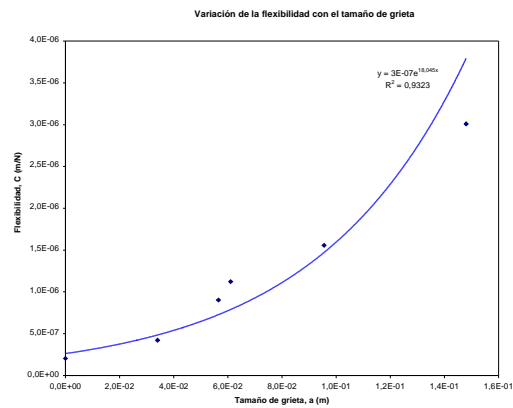


Figura 7. Determinación experimental de la flexibilidad en función del tamaño de grieta

La flexibilidad se ajusta a una ley potencial

$$C = 3 \cdot 10^{-7} e^{18,05 a} \tag{5}$$

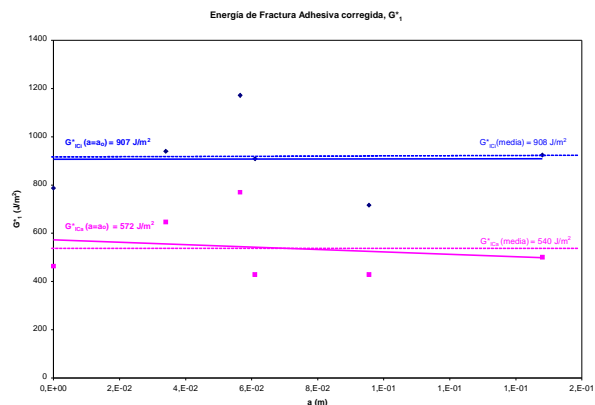


Figura 8. Valores de la energía de fractura adhesiva en función del tamaño de grieta, reducidas a partir de las medidas experimentales de flexibilidad

De manera inmediata se puede obtener la curva dC/da a lo largo de todo el ensayo. A partir de esta medida

experimental podemos evaluar utilizando (1) las energías de fractura adhesiva, G_{ICi} y G_{Ica} , en cada punto de propagación. Los resultados se muestran en la figura 8.

Ahora sí que el valor de la energía de fractura adhesiva resulta ser independiente del tamaño de la grieta, como cabía esperar. Aunque en la gráfica se han incluido los dos valores, de inicio y parada, el valor que finalmente se toma es el menor de ambos, es decir, el obtenido a partir de las cargas de parada de grieta tras cada propagación. El valor medio de la energía de fractura adhesiva resulta ser de $G_{Ica}=540 \text{ J.m}^{-2}$ para el adhesivo considerado.

5. CONCLUSIONES

1. Los valores de la energía de fractura adhesiva para adhesivos elastoméricos, obtenidos con probetas TDCB, resultan decrecer con el tamaño de grieta cuando se utilizan en la reducción de los datos las expresiones basadas en teorías de vigas más o menos sofisticadas, tal como se recogen en el protocolo de ensayo BS 7991-2001.
2. El comportamiento altamente no lineal de estos adhesivos y los grades espesores en que se utilizan para lograr las prestaciones deseadas invalida los supuestos contenidos en las teorías de vigas a la hora de obtener la variación de la flexibilidad con el tamaño de grieta.
3. Durante la realización de los ensayos, siempre que se proceda a la descarga total de la probeta de ensayo tras cada propagación de la grieta, se recoge la información necesaria para poder determinar experimentalmente la variación de la flexibilidad con el tamaño de grieta.
4. Los valores de la energía de fractura adhesiva calculados a partir de la medida experimental de la flexibilidad sí que resultan ser independientes del tamaño de grieta a lo largo del ensayo.
5. Para el adhesivo de poliuretano bicomponente utilizado, SikaForce©1897 2C, el valor medio de la energía de fractura adhesiva en parada de grieta tiene un valor de $G_{Ica}=540 \text{ J.m}^{-2}$.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Universidad Politécnica de Madrid por la financiación recibida dentro del proyecto AM0402 para llevar a cabo la presente investigación. Asimismo, reconocer la colaboración de José Illescas, Ana Soria y Ana García en la realización de los ensayos.

REFERENCIAS

- [1] Suárez, J.C., Miguel, S., Diez de Ulzurrun, I., Pinilla, P., Herreros, M.A. y López, F., "Material

híbrido estructural para Construcción Naval: MaLECoN", *VI Congreso Nacional de Materiales Compuestos*, Valencia, pp. 461-468, 2005.

- [2] ASTM, ASTM D3433, "Annual book of ASTM standards. Adhesive section 15", Filadelfia, 1990.
- [3] Blackman, B.R.K., Hadavinia, H., Kinloch, A.J., Paraschi, M., Williams, J.G., "The calculations of adhesive fracture energies in mode I: revisiting the tapered double cantilever beam (TDCB) test", *Engineering Fracture Mechanics*, 70, pp. 233-248, 2003.
- [4] Blackman, B.R.K., Kinloch, A.J., "Determination of the mode I adhesive fracture energy, G_{IC} , of structural adhesives using the double cantilever beam (DCB) and the tapered double cantilever beam (TDCB) specimens", ESIS TC4 Protocol, 2000 and British Standard BS 7991-2001.
- [5] Blackman, B.R.K., Kinloch, A.J., Paraschi, M., Teo, W.S., "Measuring the mode I adhesive fracture energy, G_{IC} , of structural adhesives joints: the results of an international round-robin", *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 23, pp. 293-305, 2003.
- [6] Mostovoy, S., Crosley, P.B., Ripling, E.J., "Use of crack-line loaded specimens for measuring plane-strain fracture toughness", *Journal of Materials*, 2 (3), pp. 661-681, 1967.

PREPARACIÓN Y ESTUDIO DE MATERIALES COMPUESTOS NANOFIBRAS DE CARBONO/POLIÉSTER LAMINADOS CON FIBRA DE VIDRIO

J.M. Gómez de Salazar¹, M.I. Barrena¹, C. Merino², O. Plaete³, G. Morales¹

¹ Dpto. CC. De Materiales e Ing. Metalúrgica. Facultad de CC. Químicas.
Universidad Complutense de Madrid, Av. Complutense s/n, 28040-Madrid, España.
E-mail: gmorales@quim.ucm.es
Tel: 913 944 351. Fax: 913 944 357

² Grupo Antolín Ingeniería, SA. Ctra. Madrid-Irún, km. 244.8, 09007 Burgos, España
E-mail: cesar.merino@grupoantolin.com

³ Institut Universitaire Professionnel Génie des Matériaux. Université de La Rochelle. Avenue Michel Crépeau. 17 042 La Rochelle Cedex 01, France.

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es la fabricación de un material compuesto laminado nanofibra de carbono (CNF)/fibra de vidrio/resina de poliéster con vistas a su futura aplicación en la industria del automóvil. Los laminados se prepararon por el método de contacto manual con composiciones entre el 0 y el 4% en peso de nanofibra de carbono respecto a la resina y utilizando dos mat de fibra de vidrio en un caso y mat/tejido/mat en otro. La adición del CNF al laminado supuso un refuerzo importante de las propiedades mecánicas a flexión y tracción. También se observó conductividad eléctrica con cargas de CNF de sólo el 0.5% en peso respecto a la resina.

ABSTRACT

In this work, carbon nanofibre (CNF)/glass fibre/polyester resin laminated composites have been prepared in order to use this kind of composites in automotive applications. Laminates were made by hand lay-up method with CNF loads between 0 and 4 wt% with regard to the resin. Laminates were prepared with two glass fibre layouts: two chopped strand mats (CSM) and CSM/woven roving/CSM. The addition of CNFs has supposed an important reinforcement of the composite in both flexural and tensile strength. Electrical conductivity was also observed with only 0.5 wt% CNF loading.

PALABRAS CLAVE: Composites, propiedades mecánicas, nanofibras de carbono.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos están siendo utilizados cada vez en mayor medida en multitud de aplicaciones industriales, especialmente en el sector del automóvil y en la industria aeronáutica.

Dentro de estos materiales compuestos, los polímeros reforzados con fibras (FRPs), o más específicamente, reforzados con fibra de vidrio (GRPs), están siendo usados con mucha profusión [1]. Estos compuestos se vienen utilizando debido a su alta resistencia específica y rigidez [2], así como por su facilidad para adoptar formas complejas y su resistencia química y ambiental.

Por otro lado, en las últimas décadas se ha utilizado en gran medida la fibra de carbono como refuerzo para polímeros, especialmente poliéster insaturado [3], debido sobre todo a la mejora tanto de las propiedades mecánicas como eléctricas. A partir de este tipo de refuerzo, se ha desarrollado en los últimos 15 años una

gran tecnología alrededor de los nanotubos de carbono (CNTs), descubiertos en 1991 [4]. Este tipo de refuerzo muestra unas impresionantes propiedades eléctricas y mecánicas que se transmitirán a los materiales compuestos de los que formen parte. Sin embargo, el alto precio de los CNTs impide su utilización a gran escala en la industria.

Este problema se puede resolver mediante la utilización de las nanofibras de carbono (CNFs). Debido a su relativamente bajo coste, las CNFs son excelentes candidatas para sustituir parcialmente a la fibra de carbono convencional y a los CNTs, especialmente en materiales compuestos de matriz polimérica. Estas CNFs ya se fabrican a escala industrial por el Grupo Antolín S.A., que ha sido la primera empresa europea en utilizar el método del catalizador flotante para este fin [5,6].

Por tanto, debido a su coste y a sus excelentes propiedades, es un refuerzo ideal para su uso en GRPs

para mejorar la resistencia mecánica del material compuesto, así como para añadir una funcionalidad adicional al mismo como es la conductividad eléctrica.

Este trabajo presenta los primeros pasos en la fabricación y estudio de este tipo de laminados con vistas a su futura utilización en aplicaciones en automoción, dado el creciente interés en este sector en este tipo de materiales compuestos [7-9].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales.

La resina utilizada se denomina comercialmente Crystic 199 fabricada por Scott Bader y distribuida por Plastiform S.A., y se trata de una resina de poliéster isoftálico recomendada para aplicaciones de altas prestaciones con una alta resistencia química y térmica.

Esta resina puede ser curada en caliente o en frío (previamente preacelerada en este último caso) mediante la adición de un 2% de catalizador C-201 (peróxido de metiletilcetona, Plastiform S.A.). Todos los materiales compuestos fabricados se han llevado a cabo mediante curado en frío de la resina (24 horas a temperatura ambiente) y un post-curado de 16 horas a 40°C.

Las nanofibras de carbono (GANF4) utilizadas son suministradas por el Grupo Antolín Ingeniería, S.A., las cuales se fabrican a través de un proceso continuo de descomposición en fase gaseosa de hidrocarburos en presencia de partículas catalíticas metálicas, mediante el uso de la técnica del catalizador flotante con temperaturas cercanas a los 1100°C, obteniendo nanofibras de carbono crecidas en fase vapor [6].

Las nanofibras de carbono GANF4 se caracterizan por presentar un diámetro muy pequeño, entre 20 y 40 nm, y una estructura altamente gráfica (del orden del 70%).

Los Mat de hilos cortados se utilizan para el refuerzo mecánico de los materiales compuestos. Se fabrican a partir de filamentos de vidrio E de 50 mm de longitud distribuidos de manera aleatoria para formar un colchón regular, siendo utilizado en este trabajo un mat de 300 g/m². Dichos hilos cortados están unidos entre sí con un apresto emulsión, soluble en estireno, que ofrece una excelente compatibilidad con todo tipo de resinas de poliéster insaturado.

El tejido de fibra de vidrio utilizado como refuerzo para la fabricación de material compuesto se trata de un tejido bidireccional de 500 g/m² a partir de mechas continuas entrelazadas a 90° en un mismo plano, con agentes de acoplamiento tipo silano que lo hacen totalmente compatible con resinas de poliéster. Ambos refuerzos presentan una excelente conformabilidad, así como un rápido mojado por parte de la resina y unas elevadas propiedades mecánicas. Se utilizan

habitualmente en el moldeo de piezas de plástico reforzado y están recomendados para la laminación manual o moldeo de contacto (Hand lay-up).

2.2 Preparación.

El material compuesto se preparó en forma de laminados planos, por un sistema manual (Hand lay-up) para obtener un compuesto similar al GRP [10].

Este compuesto se fabricó sobre un cristal con el fin de obtener una de las caras del laminado con el mejor acabado superficial posible. En un primer momento se preparó una mezcla de resina de poliéster Crystic 199 con el porcentaje de nanofibra de carbono que se desea que contenga el laminado junto con el 2% de endurecedor correspondiente. Con la ayuda de una brocha, se impregnó toda la superficie del cristal. Después se colocó encima la lámina de mat de fibra de vidrio previamente cortada al tamaño adecuado y se impregnó con la resina cargada con nanofibras de carbono. Seguidamente, se pasó un rodillo de arandelas para evitar la aparición de burbujas en el laminado. El proceso se repitió con los sucesivos refuerzos añadidos y se dejó curar durante 24 horas a temperatura ambiente. Posteriormente se realizó un post-curado de 16 horas a 40°C.

Se prepararon dos disposiciones de refuerzo distintas: dos mat de fibra de vidrio y dos mat con un tejido en medio de ambos y con concentraciones de CNFs entre el 0 y el 4% en peso respecto a la resina. El resultado de este proceso son unos laminados de unos cuadrados de 50 cm de lado y un espesor variable entre 1 y 2,5 mm en función de la composición (*figura 1*). Estos laminados se mecanizaron para cortar las probetas adecuadas para los ensayos de tracción y flexión que se realizaron, así como para realizar las medidas de resistividad eléctrica. También se realizaron descomposiciones térmicas con vistas a obtener el porcentaje de refuerzo de fibra de vidrio en los laminados.



Figura 1. Aspecto final del laminado y marcas de mecanizado

2.3 Medidas.

El ensayo de flexión a tres puntos se realizó en una máquina universal de ensayos con una célula de carga de 10 kN (DY34, Adamel Lhomargy) y software de gestión de datos (Servosis S.A.). Las probetas de flexión se mecanizaron y ensayaron según norma ASTM D 790-00 [11]. Los ensayos de tracción se llevaron a cabo en una máquina universal de ensayos con una célula de carga de 100 kN y software de control de Servosis S.A. bajo norma ASTM D 3039M-95a [12]. La pirólisis se realizó en una mufla a 450°C durante 2 horas para asegurar la completa descomposición de la resina. Finalmente, la resistividad eléctrica se midió con un megaóhmetro Fluke 1520, pintando con plata las zonas de contacto con los electrodos para minimizar la resistencia de contacto, según el proceso normalizado del Grupo Antolín Ingeniería S.A.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Una vez preparado el material compuesto de resina de poliéster y GANF4 con mat y tejido de fibra de vidrio, se mecanizaron las probetas para los ensayos mecánicos.

En primer lugar se realizaron ensayos de flexión a tres puntos para todas las composiciones preparadas y se obtuvieron los resultados mostrados en las figuras 2 y 3.

La figura 2 nos muestra los resultados de resistencia máxima a flexión obtenidos para el ensayo de flexión a tres puntos. Los resultados revelan un reforzamiento del material compuesto al añadir nanofibras de carbono con respecto al material constituido únicamente por resina y fibra de vidrio. En el caso del compuesto reforzado con 2 mat de fibra de vidrio se aprecia como todos los materiales preparados que contienen GANF4 aumentan su resistencia máxima sobre el valor de referencia.

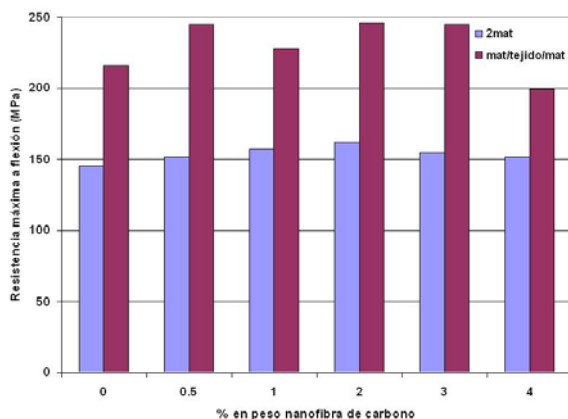


Figura 2. Resistencia máxima a flexión del material compuesto laminado con dos mat y dos mat y un tejido

En el caso del material reforzado con 2 mat y un tejido, únicamente cabe destacar la ligera merma de propiedades que se da cuando la cantidad de GANF4

alcanza el 4% en peso. Esto nos lleva a suponer que esta cantidad de nanofibra de carbono es excesiva para este tipo compuestos ya que, unido a la cantidad de fibra de vidrio presente en el compuesto, el porcentaje de carga y el tipo de ésta que se encuentra en la matriz impide su correcta dispersión por toda la resina, posibilitando la nucleación de grietas. Para confirmar este aspecto, podemos observar cómo esta merma de propiedad mecánica no se da en el material compuesto que sólo tiene 2 mat de fibra de vidrio, ya que supone una cantidad de fibra de vidrio sensiblemente menor que en el caso anterior.

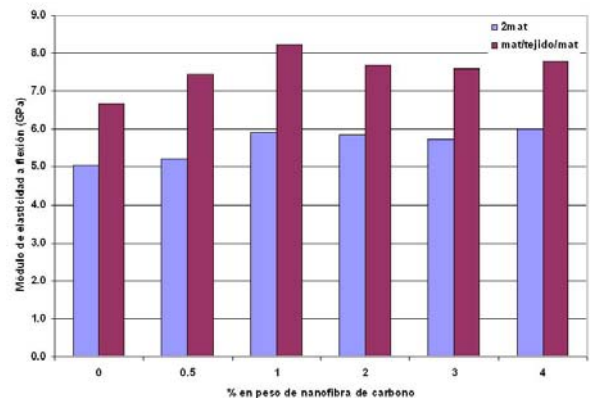


Figura 3. Módulo de elasticidad a flexión del material compuesto laminado con dos mat y dos mat y un tejido

En cuanto a los valores el módulo de elasticidad a flexión obtenidos en el ensayo de flexión a tres puntos (figura 3), éstos son similares en cuanto a distribución a los obtenidos para la resistencia máxima a flexión, con la salvedad de que el material compuesto que contiene un 4% en peso de GANF4 no presenta caída de su valor como pasaba en el caso anterior.

La curva tensión-deformación típica de los ensayos de tracción pura realizados con los laminados preparados se muestra en la figura 4. La curva no presenta oscilaciones ni pérdidas de carga destacables hasta la rotura de la pieza. Esto, nos indica que la rotura es progresiva al aumentar la tensión, y por tanto no parecen existir defectos que afecten a este tipo de ensayo mecánico.

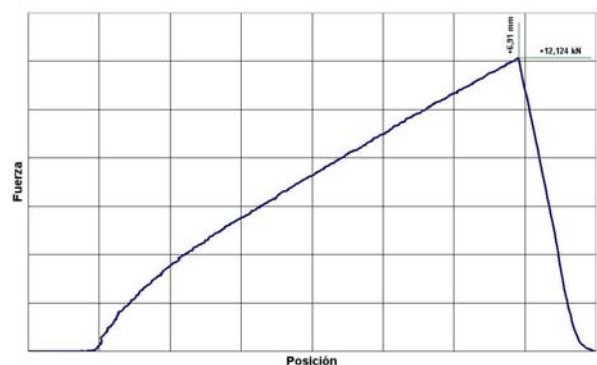


Figura 4. Curva tensión-deformación típica de los ensayos de tracción realizados.

Las *figuras 5 y 6* muestran los resultados obtenidos para los ensayos de tracción realizados con el material compuesto laminado.

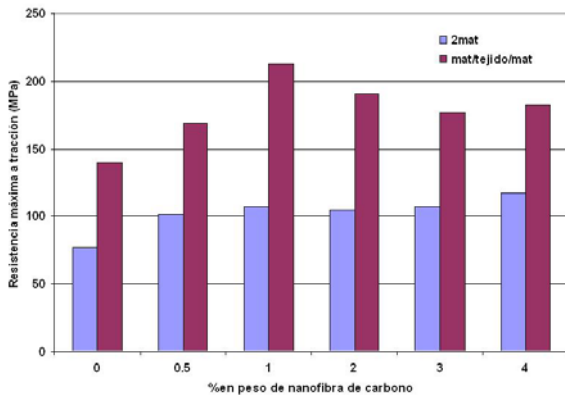


Figura 5. Valores de resistencia máxima a tracción de los laminados preparados.

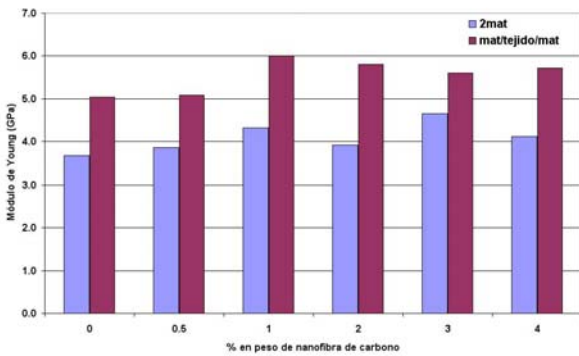


Figura 6. Valores de módulo de Young de los laminados preparados obtenidos en el ensayo de tracción.

Los valores de tensión máxima a tracción obtenidos en los laminados reforzados con dos mat de fibra de vidrio, se produce un ligero aumento de la resistencia al aumentar la carga de nanofibra de carbono en la resina. Cuando se estudian los laminados reforzados con dos mat y un tejido de fibra de vidrio, se observa un descenso de la resistencia a partir de la muestra que contiene un 2% de GANF4 en la resina inicial, lo que se puede justificar de manera análoga al caso de los ensayos de flexión. En este caso existe, en cambio, la diferencia de que los valores de resistencia están siempre por encima del valor de referencia (resina y fibra de vidrio, sin nanofibra de carbono).

La *figura 6* muestra los valores de módulo de Young obtenido mediante el ensayo de tracción para los laminados preparados. Estos valores siguen la misma tendencia encontrada para los valores de resistencia máxima a tracción presentados en la *figura 4*.

Una vez realizada la caracterización mecánica se procedió a la descomposición térmica de pequeñas muestras de material compuesto que dieron como resultado unos intervalos de composición del orden del 29% en peso de fibra de vidrio para los laminados con 2

mat y del 42% en peso de fibra de vidrio para los laminados que contienen 2 mat y un tejido.

Posteriormente se llevó a cabo la medición de la resistividad del material compuesto preparado, cuyos valores se muestran en la *figura 7*. Estos valores muestran diferencias en el comportamiento de los dos tipos de laminados por debajo de una carga de nanofibras de 2% en peso respecto al peso de resina. Estas diferencias se deben al impedimento que presenta la fibra de vidrio para el establecimiento de las redes de conducción. Por tanto, cuanto menor sea la cantidad de nanofibra de carbono mayor será la resistividad a igual carga de GANF4. Por encima del 2% en peso de nanofibras, en cambio, la cantidad de GANF4 permite la conducción con facilidad, existiendo por eso menos diferencias entre distintas composiciones. De la misma manera los laminados que se encuentran cargados con 2 mat en vez de 2 mat y un tejido de fibra de vidrio presentarán una menor resistividad debido a la menor cantidad de refuerzo que impida la conducción. Como confirmación de este comportamiento se compararon los valores de resistividad con los medidos en el material compuesto sin fibra de vidrio como refuerzo, observando que era menor cuando no existía fibra de vidrio en el material.

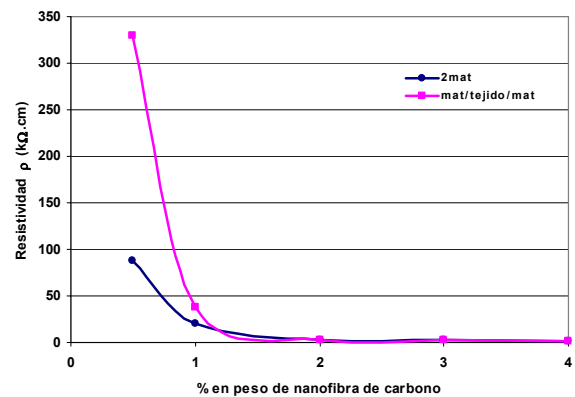


Figura 7. Resistividad en volumen de los laminados en función de la cantidad de nanofibra de carbono.

4. CONCLUSIONES

El material compuesto preparado en este trabajo ha mostrado unas muy buenas propiedades mecánicas tanto a tracción como a flexión. Además se han conseguido unos valores de conductividad suficientes para que se pueda plantear la utilización del material compuesto en aplicaciones de disipación de carga o pintado electrostático.

El trabajo futuro se dirigirá hacia la mejora del proceso de fabricación, que en este caso ha sido totalmente manual, lo que aumentará las propiedades mecánicas del compuesto final.

REFERENCIAS

- [1] *Steady growth for GRP in Europe*, Reinforced Plastics 2005;49(10): p.14.
- [2] L. S. Sutherland and C. Guedes Soares. *Effects of laminate thickness and reinforcement type on the impact behaviour of E-glass/polyester laminates*. Compos Sci Technol 1999;59:2243-60
- [3] K. Rot, M. Huskić, M. Makarovič, T. Ljubič Mlakar and M. Žigon. *Interfacial effects in glass fibre composites as a function of unsaturated polyester resin composition*. Compos: Part A 2001;32:511-16
- [4] Iijima S. *Helical microtubules of graphitic carbon*. Nature 354, pag. 56–8, 1991
- [5] I. Martin-Gullon, J. Vera, J.A. Conesa, J.L. González and C. Merino. *Differences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor*. Carbon 2006; 44(8):1572-80
- [6] Merino C., Soto P. *Furnace and procedure of carbon fibres, and the fibre thus obtained*. European patent application 04381014, 2005.
- [7] C. Merino et al. *Effect of surface modification of carbon nanofibers on polyester composites for automotive applications*. 1st Automotive Congress, Plastics in Motion, Lisbon, 2006.
- [8] *Clever vehicle uses GRP*, Reinforced Plastics 2004;48(5): p.8.
- [9] *Hybrid GRP car panel developed*, Reinforced Plastics 2005;49(2): p.4.
- [10] Antonio Miravete. “*Materiales Compuestos I*”. Zaragoza. 20001
- [11] ASTM D790-00. “*Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*.”
- [12] ASTM D3039M-95a. “*Standard Test Method for Tensile Properties Matrix Composite Materials*”

FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS

ROTURA EN MODO MIXTO DE PMMA A -60°C PRODUCIDA POR ENTALLAS EN U**F. J. Gómez¹, M. Elices¹, F. Berto², P. Lazzarin²**

¹Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
E-mail: jgomez@mater.upm.es

²Department of Management and Engineering, University of Padova Stradella S.Nicola 3. 36100 Vicenza (Italy)

RESUMEN

El objetivo de la presente comunicación es desarrollar un procedimiento que permita predecir la rotura de geometrías entalladas en U, sometidas a sollicitación en modo mixto, en materiales elástico-lineales. Para ello se proponen dos teorías: el criterio de densidad de energía crítica media y el modelo cohesivo. Los dos modelos predicen la carga máxima que soporta un sólido entallado sometido a distintos tipos de sollicitación. Para verificar el procedimiento, se ha llevado a cabo un programa experimental de ensayos de rotura por flexión en tres puntos de probetas entalladas en U de PMMA a -60°C. En todos los casos las predicciones de los modelos propuestos concuerdan con los valores experimentales obtenidos.

ABSTRACT

The purpose of this investigation is to analyze a method that predicts the failure of geometries with U-notches in linear elastic materials under mixed mode sollicitation. Two models have been proposed: the strain energy density criterion and the cohesive model. Both of them predict the maximum load that support a U-notched solid subjected to several type of sollicitation. In order to verify the method, an experimental program of U-notched solid fracture test has been carried out in PMMA at -60°C. In all cases predictions of the proposed models agree with experimental values.

PALABRAS CLAVE: Entallas en U, modo mixto, PMMA.

1. INTRODUCCIÓN

Los elementos estructurales con defectos geométricos tipo entalla son elementos débiles con alto riesgo de rotura frágil. Para garantizar su integridad, es necesario un procedimiento que permita evaluar la carga máxima que resisten. Cuando el defecto que origina la rotura es una fisura, el valor máximo de la carga se calcula a partir de la singularidad tensional; en un material elástico y lineal, la fisura se propaga cuando el factor de intensidad de tensiones es igual a la tenacidad de fractura del material [1]. En una geometría lisa, sin defectos, la carga máxima se obtiene cuando la tensión alcanza la resistencia a tracción. Las entallas son casos intermedios entre los dos límites anteriores, donde la Mecánica de Fractura y el análisis tradicional de estructuras no son aplicables y son necesarios criterios alternativos.

Para resolver este problema se han propuesto diferentes modelos y teorías de rotura [2-7], entre las que se encuentra el criterio de rotura de densidad de energía crítica media [8-10] y la teoría de la fisura cohesiva

[11]. Las teorías propuestas han sido verificadas en entallas en forma de U y de V, en materiales frágiles y cuasifrágiles y sollicitación en modo I. Bajo sollicitación en modo mixto el problema es más complejo, la máxima tensión principal mayor no se produce en el plano de simetría de la probeta y su posición depende de la relación entre los factores de intensidad de tensiones generalizados correspondientes a modo I y modo II.

En el presente trabajo se proponen dos procedimientos para calcular la carga máxima que resiste una geometría entallada: el criterio de densidad de energía crítica [8-10] y la teoría de la fisura cohesiva [11]. Los dos criterios dependen exclusivamente de dos parámetros: la tenacidad y la resistencia a tracción.

En sólidos entallados en U en materiales frágiles o cuasifrágiles, solamente existen en la bibliografía resultados correspondientes a sollicitación en modo I. Los autores han llevado a cabo un programa experimental de ensayos de rotura por flexión en tres puntos de probetas entalladas en U sometidas a

solicitación en modo mixto, en polimetilmetacrilato, PMMA, a -60°C .

A continuación se analizan las dos teorías propuestas, se expone el programa experimental realizado, y se comparan las predicciones teóricas de ambos modelos, que concuerdan con los resultados experimentales.

2. CRITERIO DE DENSIDAD DE ENERGÍA CRÍTICA

Lazzarin y Berto [8-10] han propuesto el criterio de densidad de energía crítica media para estudiar la rotura producida por entallas en materiales frágiles. Según este criterio, la carga máxima se produce cuando el valor medio de la densidad de energía sobre una zona próxima a la raíz de la entalla alcanza un valor crítico, W_c . La región en la que se calcula la media tiene forma circular con espesor constante, R_0 , independientemente de la geometría y del tipo de solicitación.

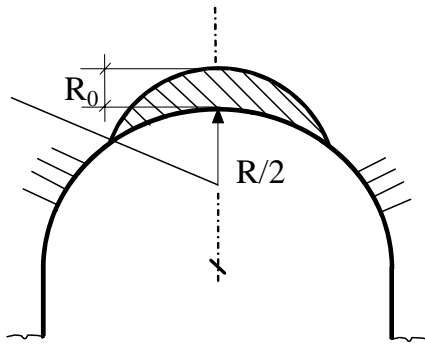


Figura 1. Región crítica donde se calcula el valor medio de la densidad de energía en entallas en U en modo I

En una entalla en forma de U, de radio R, sometida a solicitación en modo I, la zona crítica es una lúnula circular centrada en el eje de simetría y cuyo centro dista $R/2$ de la raíz de la entalla [9]. Dicho centro coincide con el origen de coordenadas del campo tensional inicialmente propuesto por Creager y Paris [12] para entallas en U y desarrollado posteriormente para cualquier valor del ángulo de entalla por Lazzarin y Tovo [13].

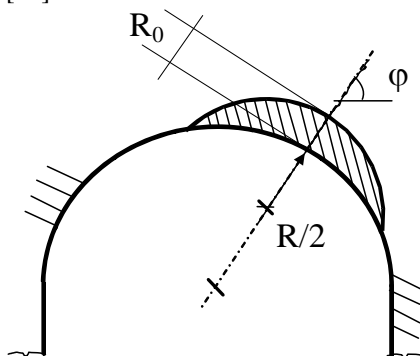


Figura 2. Región crítica donde se calcula el valor medio de la densidad de energía en entallas en U en modo mixto.

En modo mixto la aplicación del criterio se ha realizado girando la zona crítica (figura 2) de tal modo que el centro de la lúnula quede alineado con el punto del contorno donde se produce la máxima tensión principal mayor y con el centro de la entalla. La transformación mantiene la forma y el espesor R_0 .

El criterio de densidad de energía crítica media requiere dos constantes del material R_0 y W_c que se determinan a partir del valor de la tenacidad, K_{IC} , y la resistencia a tracción, σ_u , [7-10]. La densidad de energía crítica media W_c es:

$$W_c = \frac{I \sigma_u^2}{2 E} \quad (1)$$

donde E es el módulo de elasticidad del material. El valor de R_0 se determina en deformación plana, a partir de la siguiente expresión [7]:

$$R_0 = \frac{(1+\nu)(5-8\nu)}{4\pi} \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_u} \right)^2 \quad (2)$$

donde ν es el coeficiente de Poisson. En tensión plana la expresión correspondiente es [9]:

$$R_0 = \frac{(5-3\nu)}{4\pi} \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_u} \right)^2 \quad (3)$$

La carga máxima que resiste una geometría entallada, según predice este criterio de rotura, se obtiene modelizando el problema numéricamente por el método de los elementos finitos. El código comercial empleado en los cálculos ha sido ANSYS 9.0[®]. Para todas las geometrías analizadas se han realizado dos modelizaciones. Un primer cálculo para determinar el punto del contorno de la entalla donde se produce la máxima tensión principal mayor, y un segundo con una malla que incluye la región crítica en forma de lúnula. En esta segunda malla se ha obtenido el valor de la carga aplicada que da lugar a la densidad de energía crítica.

3. MODELO COHESIVO

El modelo cohesivo o la teoría de la fisura cohesiva caracteriza el proceso de daño que precede a la fractura como una fisura que transmite cargas entre sus labios. La tensión transmitida está relacionada con el desplazamiento de apertura de dichos labios a través de una función del material, denominada curva de ablandamiento [14-17].

La fisura cohesiva se inicia cuando la máxima tensión principal alcanza un valor crítico denominado resistencia cohesiva f_t . A partir de ese momento se forma una fisura capaz de transmitir cargas,

perpendicular a la dirección principal correspondiente a la máxima tensión. Cuando la carga se aplica de forma monótona, sin cambiar las condiciones de contorno durante el ensayo se puede comprobar que la tensión transmitida, σ , es normal al plano de la fisura y es función exclusivamente del desplazamiento de apertura w [18].

El material queda caracterizado por la ecuación constitutiva y la curva de ablandamiento que gobierna el comportamiento de la zona cohesiva. En este trabajo se propone una curva de ablandamiento sencilla, la curva rectangular, dependiente de dos parámetros, la resistencia cohesiva f_t y el área bajo la curva, la energía de fractura G_F . Se ha tomado como resistencia cohesiva la resistencia a tracción y la energía de fractura se ha obtenido a partir de la tenacidad del material de fractura del material K_{IC} .

$$G_F = \frac{K_{IC}^2}{E} (1 - \nu^2) \quad (4)$$

La aplicación del modelo a geometrías entalladas, permite predecir la carga de rotura de elementos de cualquier forma, tamaño y tipo de sollicitación. Al igual que en el criterio de densidad de energía crítica, todas las geometrías estudiadas se han modelado numéricamente por el método de los elementos finitos, empleando el código COFE, desarrollado en el departamento de Ciencia de los Materiales de la Universidad Politécnica de Madrid por los profesores Jaime Planas y José María Sancho.

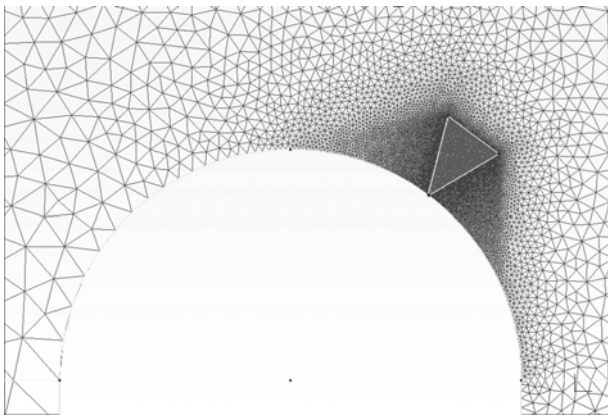


Figura 3. Detalle de las mallas empleadas en los cálculos con la teoría de la fisura cohesiva. ($R=1$ mm)

Como se ha indicado en los párrafos anteriores, la fisura cohesiva se inicia donde la máxima tensión principal se iguala a la resistencia cohesiva f_t , y la dirección de la fisura es perpendicular a la dirección principal correspondiente a dicha tensión principal. La posición y la dirección inicial de la fisura cohesiva son conocidas aunque no lo es su evolución posterior. Por este motivo, en el punto de máxima tensión se ha introducido una región en forma de triángulo isósceles, cuyo ángulo desigual es 45° y su altura es paralela a la dirección de

fisuración inicial. Esta zona se ha mallado con elementos triangulares especiales en los que se ha implementado la teoría de la fisura cohesiva por medio de la técnica de la fisura embebida [19]. Las mallas están formadas por elementos triangulares lineales cuyo tamaño se ha disminuido en la zona fisurable ($4 \mu\text{m}$). Todos los cálculos son bidimensionales en deformación plana.

4. PROGRAMA EXPERIMENTAL

El material elegido para realizar esta investigación ha sido polimetilmetacrilato (PMMA), un polímero amorfo y transparente con comportamiento elástico y lineal hasta rotura a -60°C . Las propiedades mecánicas de este material se recogen en la tabla 1 [11]

Tabla 1. Propiedades mecánicas del PMMA a -60°C .

Módulo de elasticidad	$E =$	5.05 ± 0.04 GPa
Resistencia a tracción	$\sigma_u =$	128.4 ± 0.1 MPa
Tenacidad de fractura	$K_{IC} =$	1.7 ± 0.1 MPa $\text{m}^{1/2}$
Coefficiente de Poisson	$\nu =$	0.40 ± 0.01

Se ha llevado a cabo un amplio programa experimental de ensayos de rotura por flexión en tres puntos de probetas entalladas en U con distintos radios y diferentes tipos de sollicitación. La forma, dimensiones y modo de aplicación de la carga aparecen en la figura 4. En todos los casos el espesor, B , fue 14 mm, la profundidad de entalla, a , 14 mm, y el canto, W , 28 mm.

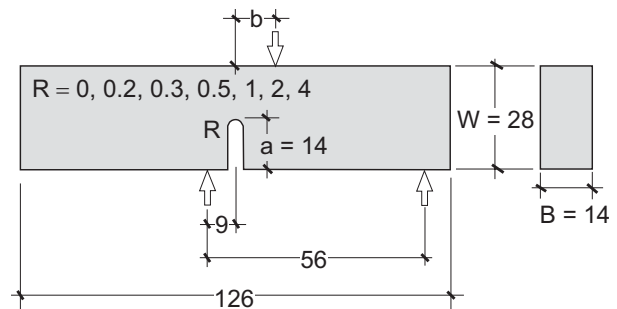


Figura 4. Geometría y sistema de aplicación de carga. Cotas en mm ($b=9, 18, 27$ y 36 mm).

Con objeto de conseguir diferentes tipos de sollicitación, se varió la posición del punto de aplicación de carga (figura 4), considerando cuatro valores de la distancia de dicho punto al eje de simetría de la probeta, $b = 9, 18, 27, 36$ mm. En los cuatro tipos de sollicitación anteriores se estudiaron 7 valores distintos del radio del fondo de entalla $R = 0, 0.2, 0.3, 0.5, 1.0, 2.0$ y 4.0 mm. Para cada configuración se ensayaron 3 probetas, llevando a cabo 84 ensayos de rotura.

Las entallas se mecanizaron con herramientas específicamente diseñadas para cada radio. Para evitar

que durante el mecanizado la temperatura en la raíz fuera elevada, el corte se realizó de forma escalonada y lenta. El avance de la profundidad de entalla en los cinco últimos escalones de corte fue de 0.1 mm, refrigerando de forma continua con agua con taladrina.

Los ensayos se realizaron en una máquina servohidráulica Instron 8803, midiendo la carga aplicada, con una célula de carga Instron de 5/10 kN de capacidad con un error de $\pm 0.5\%$ del fondo de escala; y el desplazamiento del punto de aplicación de carga con un inductivo MTS de ± 1 mm de recorrido con un error 0.15% del fondo de escala. El dispositivo de ensayo se colocó en el interior de una cámara ambiental Instron a -60°C . La medida de la temperatura se realizó con un termopar tipo K colocado en la superficie de las probetas próximo a la zona central.

Para conseguir la temperatura de -60°C todos los ensayos se llevaron a cabo en tres fases: una primera fase de enfriamiento, realizada en control de carga, durante 30 minutos de duración aproximadamente, una segunda fase de estabilización de la temperatura durante 45 minutos también en control de carga, y por último el ensayo de rotura en control de desplazamiento manteniendo constante la temperatura. En esta última fase la velocidad de ensayo fue de 0.05 mm/min.

5. RESULTADOS

A partir de las constantes del material que aparecen en la tabla 1 se han calculado los parámetros del criterio de densidad de energía crítica y de la teoría de la fisura cohesiva.

Tabla 2. Parámetros de las teorías de rotura aplicadas.

$W_c =$	1.69 MJ/m ³
$R_0 =$	0.035 mm
$f_t =$	128 MPa
$G_F =$	480 N/m

Todas las geometrías del apartado anterior se han modelizado por el método de los elementos finitos, realizando tres mallas para cada una de ellas. En un primer cálculo se ha obtenido el punto del contorno de la entalla donde se produce la máxima tensión principal. La posición de este punto queda determinada por el ángulo φ , definido en la figura 2. Dicho valor aparece en la tabla 3, donde se compara con los valores experimentales medios observados en las probetas rotas.

Conocido el valor del punto de iniciación de la rotura se han construido dos nuevas mallas: una primera con una lúnula sobre la entalla, alrededor del punto de iniciación de la rotura, para aplicar el criterio de densidad de

energía crítica; y una segunda con una región triangular en el mismo punto y elementos especiales donde se ha implementado la teoría de la fisura cohesiva.

Tabla 3. Punto de iniciación en el contorno de la entalla.

R [mm]	b [mm]	φ Exp	φ FEM
4	36	35.6	35.0
4	27	34.0	35.0
4	18	36.1	34.8
4	9	27.8	28.0
2	36	36.0	36.5
2	27	37.0	37.0
2	18	36.3	36.5
2	9	30.9	31.0
1	36	38.6	37.3
1	27	37.0	38.3
1	18	38.1	37.8
1	9	34.8	33.1
0.5	36	38.2	38.0
0.5	27	37.0	38.1
0.5	18	37.0	38.0
0.5	9	33.1	34.2
0.3	36	44.7	38.0
0.3	27	45.8	38.0
0.3	18	46.3	38.0
0.3	9	34.8	35.0
0.2	36	35.5	38.0
0.2	27	36.0	39.0
0.2	18	39.3	37.8
0.2	9	39.8	37.8
0	36	39.2	41.5
0	27	43.1	41.5
0	18	40.4	42.0
0	9	37.3	40.0

Los resultados de los cálculos numéricos realizados se han comparado con los valores experimentales de carga máxima obtenidos, encontrando una buena concordancia entre ambos. (Figura 5)

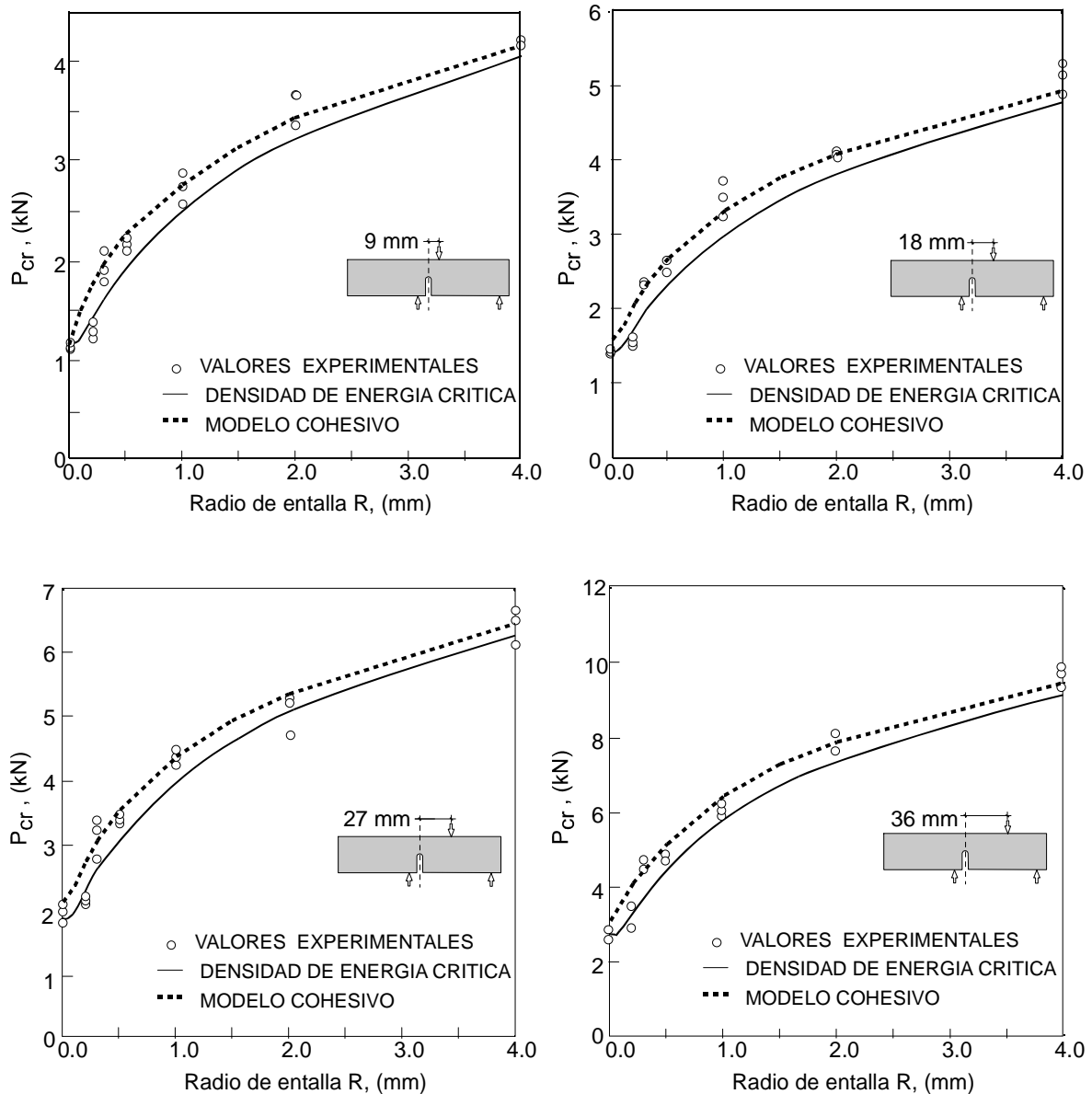


Figura 5. Valores numéricos y experimentales de la carga de rotura para distintos valores del radio de entalla y del punto de aplicación de carga.

6. CONCLUSIONES

Las dos teorías analizadas predicen el comportamiento mecánico en rotura de sólidos entallados en U en modo mixto en PMMA a -60°C . Aportan dos procedimientos para predecir la carga máxima que soporta un sólido entallado de material elástico lineal sometido a cualquier tipo de sollicitación.

Se ha llevado a cabo un programa experimental compuesto por 84 ensayos de rotura por flexión en tres puntos de probetas entalladas en U, donde se han considerado 4 tipos de sollicitación y en cada uno de ellos 7 valores del radio de entalla.

El criterio de densidad de energía crítica media y la teoría de la fisura cohesiva han sido extendidas a entallas en U bajo sollicitación en modo mixto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación recibida a través del proyecto ENE2005-06478/CON

REFERENCIAS

- [1] Elices M., "Mecánica de la Fractura aplicada a sólidos elásticos bidimensionales", Departamento

- de Ciencia de Materiales. E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos. U.P.M. (1996).
- [2] Carpinteri, A., "Stress singularity and generalized fracture toughness at the vertex of re-entrant corners", *Engineering Fracture Mechanics*, 26, pag 143-155, 1987.
- [3] Dini, D., Hills, D., "Asymptotic characterisation of nearly-sharp notch root stress fields", *International Journal of Fracture*, 130, pag. 651-666, 2004.
- [4] Seweryn, A., "Brittle fracture criterion for structures with sharp notches", *Engineering Fracture Mechanics*, 47, pag 673-681, 1994.
- [5] Taylor, D., "Predicting the static strength of ceramic materials", *Engineering Fracture Mechanics*, 71, pag 2407-2416, 2004.
- [6] Leguillon, D., "Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch", *European Journal of Mechanics and Physics A/Solids*, 21, pag 61-72, 2002.
- [7] Yosibash, Z., Bussiba, A. and Gilad, I., "Fracture criteria for brittle elastic materials", *International Journal of Fracture*, 125, pag 307-333, 2004.
- [8] Lazzarin, P., Zambardi, R., "A finite-volume-energy based approach to predict the static and fatigue behaviour of components with sharp V-shaped notches", *International Journal of Fracture*, 112, pag 275-298, 2001.
- [9] Lazzarin, P., Berto, F., "From Neuber's elementary volume to Kitagawa and Atzori's diagrams: an interpretation based on local energy", *International Journal of Fracture*, 135, pag L33-L38, 2005.
- [10] Berto, F., Lazzarin, P., "Relationships between J-integral and the strain energy evaluated in a finite volume surrounding the tip of sharp and blunt V-notches", *International Journal of Solids and Structures*, (in press).
- [11] Gómez, F.J., Elices, M., Planas, J., "The cohesive crack concept: application to PMMA at -60°C ", *Engineering Fracture Mechanics*, 72, pag 1268-1285, 2005.
- [12] Creager, M., Paris, P.C., "Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking", *International Journal of Fracture Mechanics*, 3, pag 247-252, 1967.
- [13] Lazzarin, P., and Tovo, R., "A unified approach to the evaluation of linear elastic stress fields in the neighborhood of cracks and notches", *International Journal of Fracture*, 78, pag 3-19, 1996.
- [14] Dugdale, D.S., "Yielding of steel sheets containing slits", *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 8, pag 100-108, 1960.
- [15] Barenblatt, G.I., "The mathematical theory of equilibrium of cracks in brittle fracture", *Advance Applied Mechanics*, 7, pag 55-129, 1962.
- [16] Hillerborg, A., Modéer, M., Petersson, P.E., "Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements", *Cement Concrete Res*, 6, pag 773-782, 1976.
- [17] Elices, M., Guinea, G.V., Gómez, F.J., Planas, J., "The cohesive zone model: advantages limitations and challenges", *Engineering Fracture Mechanics*, 69, pag 137-163, 2002.
- [18] Gálvez, J.C., Cendón, D.A., Planas, J. "Influence of shear parameters on mixed-mode fracture of concrete", *International Journal of Fracture*, 118, pag 163-189, 2002.
- [19] Sancho, J.M., Planas, J., Cendón, D.A., Reyes, E. and Gálvez, J.C., "An embedded crack model for finite element analysis of concrete fracture", *Engineering Fracture Mechanics*, 74, pp. 75-86, 2007.

POLIOLEFINAS Y ALEACIONES DE POLIOLEFINAS. EFECTO DEL PROCESADO SOBRE LAS PROPIEDADES

Valea ,A.; Mondragón,I.; Juanes, F.J.; González,M.L.

Escuela Univ. Ingeniería Técnica Industrial (Plaza de la Casilla,3)(48012-BILBAO)

e-mail: iapvapea@lg.ehu.es

RESUMEN

El objeto de este trabajo se centra en el estudio de poliolefinas y mezclas de poliolefinas (polietileno y polipropileno), materiales termoplásticos de gran consumo (commodities) debido a sus buenas propiedades, bajo precio y reciclabilidad. El trabajo tiene la doble intención de poder aportar resultados que sean útiles para incorporar reciclados en la formulación de blends de PE-PP. Los blends de polímeros son frecuentemente mezclas físicas. Para conseguir las mezclas se hará uso de técnicas apropiadas que permitan optimizar las formulaciones de un sistema PE/PP (de diferentes tipos y grados) capaces de ser utilizados industrialmente, para lo cual se prepararán los especímenes necesarios que posteriormente serán ensayados para determinar sus características.

ABSTRACT

The aim of this work is to study polyolefin and polyolefin blends (polyethylene and polypropylene). Nowadays, there are a great consumption of thermoplastic polymers due to its good properties, low price and the possibility of recycling. The work has as well the objective to contribute with results that are useful when recycled materials are incorporate in formulation of PE-PP blends. Polymers blends are frequently physical mixtures. Appropriate techniques have been used to achieve and optimize the formulations of PE/PP blends (with different types and degrees). The obtained mixtures, which can industrially be used, were tested to describe their characteristics.

PALABRAS CLAVE:

Blends PE/PP; Poliolefinas; Propiedades mecanodinámicas

1. INTRODUCCION

Los plásticos se suelen clasificar, según la estructura molecular de la matriz y el tipo de enlace químico que presentan, en Termoplásticos, Termoestables, Fibras y Elastómeros (1-3). Este trabajo , que es continuación de otro anterior en el que se estudiaron los resultados individuales obtenidos sobre los homopolímeros de polietileno y polipropileno de igual grado, va a centrar la atención sobre las aleaciones de estas poliolefinas (3-5). El trabajo tiene la doble intencionalidad de poder aportar resultados cara a la incorporación de estos materiales (procedentes de reciclados) (10,11) en la formulación de blends de PE-PP (5- 12).

Las aleaciones de polímeros (3, 12-14) son mezclas, frecuentemente físicas, que engloban y combinan las propiedades de los polímeros que las constituyen. Para conseguir la mezcla se hará uso de técnicas apropiadas que permitan optimizar una formulación de un sistema PE/PP susceptible de uso industrial, para lo cual se prepararán los especímenes necesarios que posteriormente serán ensayados para determinar sus características. En base a ellas se podrán establecer hipótesis micromorfológicas de su estructura (15-25).

2. EXPERIMENTAL

Han sido utilizados polietilenos de baja densidad (LDPE), Dow Plastics 7008 granza; Dow Plastics 352R granza; y polietileno de alta densidad HDPE Dow Plastics 08065 granza, así como polietileno superlineal de baja densidad Rigerplast 1263 micronizado y Verplast 3542 micronizado.

El polipropileno isotáctico empleado ha sido Hostalen 2150 granza. Con los materiales homogeneizados en rodillos, se procede a moldear en prensa de platos calientes (Moebius Prototipos, S.L.) de 30 t, sobre moldes metálicos, para obtener placas planas. El moldeo por compresión se llevó a cabo a 190°C (para los PE) y 200°C (para PP), procediendo a prensar a 100 bar (para PE y PP) manteniendo la presión durante 3 min. En el caso de las mezclas, las condiciones de compresión en caliente han sido 210°C procediendo a prensar a 100 bar manteniendo también la presión durante 3 minutos. Las placas se extraen de la prensa cuando se han enfriado (aprox. 90°C) anotando la temperatura en cada caso para poder asociar eventuales efectos de choque térmico a las características obtenidas. A partir de las placas así obtenidas se han cortado las probetas necesarias mediante una cortadora Bosch y posteriormente se fresan las geometrías adecuadas mediante una fresadora

ATC. Cuando ha sido necesario se ha procedido al entallado de las probetas mediante una máquina entalladora con muela de diamante para producir entalla en "V" estandar (45°). Las dimensiones de las probetas se han determinado mediante calibre digital Mitutoyo Digimatic ($\pm 0,01$ mm).

Los ensayos mecánicos en tracción se han llevado a cabo en una Máquina Universal de Ensayos Ibertest mod. Elib W50 siguiendo la norma UNE 53023. Los ensayos de impacto Charpy se han llevado a cabo en un péndulo Hoytom de 300 J, debidamente calibrado, siguiendo la norma UNE 53021.

La dureza superficial se ha llevado a cabo con un Durómetro Shore D sobre un soporte Bareiss B61, siguiendo UNE 53130.

Sobre los materiales homopolímeros se han llevado a cabo ensayos para determinar el índice de fluidez (MFI) utilizando un equipo Ray-Ran, siguiendo la norma ISO 1133 y los resultados se reflejan en la parte I del trabajo.

En todos los casos los ensayos se han realizado en las condiciones normalizadas de atmósferas que prevé UNE 53003-85.

3. RESULTADOS

3.1.- Ensayos en tracción para las aleaciones PE/PP

En la Tabla 1.A se recogen los resultados obtenidos en los ensayos en tracción para las diferentes aleaciones. La denominación se ha simbolizado mediante una letra (A= aleación) seguida de un número que indica el porcentaje en PP (Hostalen 2150) que contiene la mezcla. Así p.ej. A5 corresponde a una composición que contiene 5% de PP (Hostalen 2150), siendo el resto diferentes composiciones de PE de baja densidad y superlineal. En los casos que aparecen caracteres simbólicos adicionales significa diferentes placas de la misma composición de base.

3.2.- Densidad de las aleaciones PE-PP

En la Tabla 2.A se recogen los resultados encontrados para la densidad de las aleaciones PE-PP. La simbología utilizada es la misma que se ha expuesto en el apartado anterior referente a los resultados en tracción para las aleaciones.

3.3.- Dureza Shore D para las aleaciones PE-PP

En la Tabla 3.A se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de dureza, medidos en seis puntos (tres por cada cara) del material, siguiendo las indicaciones de la norma, así como los valores medios y las desviaciones estandar correspondientes. La simbología empleada para identificar las probetas es la misma que se ha utilizado al exponer los resultados de las propiedades anteriores.

Tabla 1 A.- Resultados obtenidos en los ensayos de tracción para las aleaciones.

	E(MPa)	Rmax (MPa)	Fmax (kN)	Ag (%)
A571	172,33	11,4000	0,43	8,2336
A5T2	178,13	11,4620	0,4777	13,8560
A5'T1	185,63	10,4620	0,4228	7,3339
A5'T2	1251,54	8,4680	0,2874	6,5196
A5T1(2)	131,06	11,8280	0,4348	23,1100
A5T1(2)	197,86	8,5720	0,3404	10,0940
A10T1	151,84	11,5000	0,389	8,4344
A10T2	427,05	15,6340	0,4942	4,6979
A10'T1	253,49	13,0360	0,4523	7,2744
A10'T2	184,48	10,1110	0,3487	6,3586
A20T1	181,97	11,1400	0,3993	7,0429
A20T2	196,15	11,0440	0,3898	6,9928
A25T1	130,6	6,4320	0,2791	5,0911
A35T1	306,25	9,6430	0,3854	3,6448
A35T2	357,7	14,5410	0,5079	4,8800
A35T3	343,94	13,8340	0,4588	4,6929
A50T1	403,33	18,4490	0,6161	7,2484
A50T2	432,68	17,4200	0,5769	5,8964
A50T1-210	455,42	17,9190	0,6978	6,0960
A50T2-210	412,58	17,7920	0,6427	5,6186
A50T3-210	529,85	15,4140	0,5681	3,7408
A50'T2	382,59	16,0450	0,6448	6,3813
A50'T3	257,32	14,9270	0,6245	7,0954
A'50'T3	401,58	15,7700	0,5137	5,4406
A60T1	443,78	22,6950	0,8365	8,9816
A60T2	385,11	22,4780	0,7462	9,5717
A60T3	457,14	10,0400	0,7282	5,3799
A60'T2	536,23	17,4200	0,6981	4,6480
A70T1	401,21	20,5620	0,8203	7,8985
A70T2	559,28	25,8260	0,9247	7,4931
A70T3	483,86	25,7610	0,8161	15,1900
A70T4	482,5	24,7110	0,9075	10,7330
A70T5	482,48	23,7670	0,9656	8,1415
A70'T2	638,66	26,9770	1,1174	9,9689
A70'T3	458,88	25,2560	0,8604	8,5362
A75T1	523,86	26,2430	0,7989	12,8500
A75T2	541,02	27,4120	0,7424	10,0650
A75T1(2)	532,44	27,0410	0,8673	9,1955
A75T2(2)	421,13	25,0020	0,8208	10,0440
A75T3(2)	474,03	21,4800	0,764	7,8853
A80T1	588,32	28,0080	1,0879	12,9030
A80T2	521,61	26,7640	0,95	11,3690
A80'T1	483	25,7040	0,889	10,9930
A80'T2	437	26,0040	0,7293	14,6380

Tabla 2.A.- Resultados para la densidad de las aleaciones PE-PP estudiadas.

	Masa (g)	Empuje	M/E	Densidad g/cc)
A5	0,4201	0,3705	1,13	0,9032
A10	0,0633	0,0551	1,15	0,9192
A20	0,1191	0,1030	1,16	0,9272

A25	0,2394	0,2081	1,15	0,9192
A35	0,0385	0,0333	1,16	0,9272
A45	0,0653	0,0576	1,13	0,9032
A50	0,0743	0,0647	1,15	0,9192
A60	0,0718	0,0626	1,15	0,9192
A70	0,0687	0,0606	1,13	0,9032
A75	0,0496	0,0432	1,15	0,9192
A80	0,1894	0,1660	1,14	0,9112

Tabla 3.A.- Valores de la dureza Shore D para las aleaciones estudiadas.

DUREZA	CARA A	CARA A prom	CARA B	CARA B prom	Media	σ
A5	48, 48, 50	48,67	50, 50, 51	50,33	49,40	1,12
A5'	48, 48, 48	48,00	50, 50, 51	50,33	49,17	1,07
A5 (2)	48, 49, 50	49,00	49, 50, 51	50,00	49,50	0,96
A10	49, 49, 50	49,33	48, 49, 49	48,66	49,00	0,58
A10'	52, 52, 52	52,00	43, 44, 51	46,00	49,00	3,92
A20	48, 52, 51	50,33	46, 53, 55	51,33	50,83	3,08
A25	48, 49, 55	50,67	49, 49, 47	48,33	49,50	2,57
A35	60, 58, 52	56,67	51, 56,60	55,67	56,17	3,52
A45	54, 52, 56	54,00	58, 47, 60	55,00	54,50	4,23
A50	55, 55, 59	56,33	55, 56, 57	56,00	56,17	1,33
A50210°C	58, 58, 59	58,33	56, 57, 58	57,00	57,67	0,71
A'50	53, 55, 57	55,00	56, 59, 59	58,00	56,50	2,14
A'50'	54, 54, 55	54,33	56, 58, 59	57,67	56,00	1,91
A60	55, 56, 58	56,33	56, 58, 59	57,67	57,00	1,41
A60'	59, 60,62	60,33	55, 56, 55	55,33	57,83	2,74
A70	61, 62, 64	62,63	56, 57, 56	56,33	59,33	3,21
A70'	60, 60, 61	60,33	59, 59, 57	57,33	58,83	1,88
A75	59, 63, 65	62,33	58, 60, 60	59,33	60,83	2,49
A75(2)	57, 61, 63	60,33	59, 63, 55	59,00	59,67	2,91
A80	59, 58, 62	59,67	61, 63, 63	62,33	61,00	1,91
A80'	57, 60, 60	59,00	60, 59, 62	60,33	59,67	1,35

3.4.-Resistencia a impacto Charpy para las aleaciones PE-PP

Este ensayo ha sido realizado, al igual que para los polipropilenos, utilizando el martillo de 300 J, y no es necesario entallar las probetas. Han sido ensayadas las probetas A5 (5% PP Hostalen 2150) y A80 (80% PP Hostalen 2150), pudiendo así extrapolar los resultados al resto de las aleaciones.

Tabla 4.A.- Resultados del ensayo de impacto Charpy para las diferentes series de aleaciones PE-PP.

	A5T1	A5T3	A5T4	A5T1 (2)	A5T2 (2)	A5'T1
Julios	5	5	4	6	10	8
Area	1772	1760	1665	1874	1788	1739
Julios/ Area. 10 ⁴)	28,22	28,41	24,02	32,01	55,91	45,99

En la Tabla 4.A se recogen los resultados obtenidos para la energía absorbida en impacto y la energía absorbida por unidad de área.

	A5'T 2	A5'T3	A5'T 4	A'5'T1 (2)	A'5'T2	A'5'T3
Julios	6	10	6	8	7	7
Area	1912	1853	1835	1951	1651	1842
Julios/ Area. 10 ⁴)	31,38	53,97	32,70	41,01	42,37	37,99

	A80T 1	A80T2	A80T 4	A80T5	Promed io A5	Promed io A80
Julios	2	2	2	2	6,83	2
Area	1716	1872	1781	1858	1805	1807
Julios/ Area. 10 ⁴)	11,65	10,68	11,23	10,76	37,83	11,08

4. CONCLUSIONES

1.- En las aleaciones de PE/PP las propiedades en tracción mejoran a medida que aumenta la proporción de PP en la aleación. El alargamiento en fuerza máxima disminuye a medida que aumenta la proporción de PP en la aleación, como cabe esperar.

2.- La incorporación de pequeñas proporciones de PE ($\leq 1\%$ w) no hace variar significativamente la dureza superficial del PP.

3.- La dureza superficial en las aleaciones aumenta al hacerlo la proporción de PP en la misma.

4.- Las diferentes aleaciones investigadas corroboran el hecho constatado para los homopolímeros individuales, esto es, su comportamiento a impacto es peor cuanto mayor es la proporción del PP en la composición.

4.- Se ha evidenciado la importancia decisiva en la optimización del método de procesamiento para obtener resultados reproducibles y razonables.

5.- A través de estudios simultáneos, que aquí no se presentan, no hay evidencias de segregación en las aleaciones con poca proporción de uno de los polímeros.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] Michaeli, Greif, Kaufmann; "Introduction to Plastics Technology". Ed. Hanser pp. 25-60 (1992).
- [2] Rotheiser, J.; "Joining of Plastics" pp.95-101. Ed. Hanser (1999).
- [3] Walsh, D.J.; Higgins, J.S.; Maconnachie, A.; "Polymer blends and mixtures" Martinus Nijhoff (1985).
- [4] Olabisi, O.; Robeson, L.M.; Shaw, M.T.; "Polymer-polymer miscibility". Academic Press, N.Y. (1997)
- [5] Harch, H.; "Guía de los materiales plásticos" pp.39-47. Ed. Hanser- Verlag (1985).
- [6] Rubin, P.; "Materiales Plásticos, propiedades y aplicaciones" pp.31-130, Ed. Limusa (1991).
- [7] Bym, J.B.; "Product design with plastics". pp.159-177, Ed. Industrial Press Inc. (1983).
- [8] <http://www.plastuniver.es/emitec/p/pu/r58s2024.htm>
- [9] Linazisoro, I.; "Las nuevas tecnologías para producir PP siguen aumentando el rendimiento de este material". Rev. Plásticos Universales n°243 (1997).
- [10] Tall, S.; Albertsson, A.C.; Karlsson, S.; "Recycling of mixed plastics fractions: Mechanical properties of multicomponent extruded polyolefin blends using response surface methodology" J. Applied Polymer Sci. Dec. 19, 70 (12) pp. 2381-2390 (1998).
- [11] Prasad, A.V.; Thanki, P.N.; Singh, R.P.; "Photo and Thermooxidative degradation of polyethylene-polypropylene blends: Comparison of oxidation products". J. Macromol. Sci. Pure and Applied Chemistry, A34 (2) (1997).
- [12] Paul, D.R.; Newman, S.; "Polymer Blends" pp.173-175, Academic Press (1991).
- [13] Strong, B.; "Plastics materials and processing" pp.176-178. Ed. Prentice Hall (1996)
- [14] <http://www.sercobe.es/espejo/materialesd/polimero/s/mezclaleac/tutorial/modifPolimero.htm>
- [15] Li, J.; Shanks, R.A.; Long, Y.; "Mechanical Properties and morphology of polyethylene-polypropylene blends with controlled thermal history" pp. 1109-1118, J. Appl. Polym. Sci., 39 (6) (2000).
- [16] Niebergall, U.; Bohse, J.; Seidler, S.; Grellmann, W.; Schurmann, B.L.; "Relationship of fracture behaviour and morphology in polyolefin blends" pp. 1151-1164, Polymer Engineering and Sci. 76 (7) (1999)
- [17] Dong, L.; Olley, R.; Bassett, D.; "On morphology and the competition between crystallization and phase separation in polypropylene-polyethylene blends" pp.4043-4048, J. Materials Sci. 33(16) (1998).
- [18] Tselios, C.; Bikiaris, D.; Maslis, V.; Panayiotou, C.; "In situ compatibilization of polypropylene-polyethylene blends: A thermomechanical and spectroscopic study" Polymer, pp.6807-6817 (1998)
- [19] <http://www.inti.gov.ar/GD/carrera/citip-00x.htm>
- [20] Li, J.; Shanks, R.A.; Long, Y.; "Miscibility and crystallization of polypropylene-linear low density polyethylene blends" Polymer 42 (5) pp.1941-1951 (2001).
- [21] Montes, P.; Rafiq, Y.A.; Hill, M.J.; "A study of blends of isotactic polypropylene with high density polyethylene by transmission electron microscopy" Polymer, 39 (25) pp.6669-6672 (1998).
- [22] Dong, L.S.; Bassett, D.C.; Olley, R.H.; "On nucleation and isothermal changes in supercooling in a partially miscible polypropylene/polyethylene blend". J. Macromolecular Sci. Physics B37 (4) (1998).
- [23] Doroudiani, S.; Park, C.B.; Kortschot, M.T.; "Processing and characterization of microcellular foamed high-density polyethylene/isotactic polypropylene blends" Polymer Engineering and Sci. 38 (7), pp. 1205-1215 (1998).
- [24] Andreopoulos, A.G.; Tarantili, P.A.; Anastassakis, P.; "Properties of low density polyethylene/polypropylene blends" J. Macromolecular Sci Pure and Applied Chemistry, A35 (5), pp.751-761 (1998).
- [25] Braun, D.; Richter, S.; Hellmann, G.P.; Ratzch, M.; "Peroxy-initiated chain degradation, crosslinking, and grafting in PP-PE blends" J. Applied Polymer Sci. 68 (12) pp.2019-2028 (1998)

SIMULACIÓN DE ENSAYOS DE IMPACTO TRACCIÓN SOBRE PROBETAS DE PLÁSTICO MEDIANTE EL MÉTODO DE ELEMENTOS FINITOS

L. Aretxabaleta, J. Aurrekoetxea, I. Urrutibeascoa, M. Mateos, G. Castillo

Departamento de Mecánica. Escuela Politécnica Superior de Mondragón Unibertsitatea.
C/Loramendi 4, 20500 Mondragón
E-mail: laretxabaleta@eps.mondragon.edu

RESUMEN

El objetivo principal de este trabajo consiste en simular el comportamiento de materiales plásticos sometidos a cargas impulsivas de tracción mediante el método de elementos finitos. Para ello, se parte de la caracterización a impacto del polipropileno mediante un método de caracterización propuesto previamente basado en la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado. Este método de caracterización proporciona las curvas de tensión-deformación a distintas velocidades de deformación comprendidas entre 15 y 120 s⁻¹. Dichas curvas se introducen en el programa de elementos finitos ABAQUS/Explicit para simular los ensayos de caracterización de impacto-tracción. Se realiza la correlación de las curvas fuerza-tiempo de cada ensayo, y se observan desviaciones máximas del orden de 10% en fuerza máxima y 15% en tiempo de contacto. Además, se predice la energía de impacto mínima necesaria para provocar la rotura de las probetas. Se concluye que la correcta caracterización de la rotura del material es fundamental a la hora de simular el impacto en materiales plásticos mediante el método de elementos finitos.

ABSTRACT

The main objective of this paper is to simulate the response of plastic materials subjected to tensile impulsive loads by finite element method. A previously proposed characterisation method is used to obtain the high strain-rate behaviour of polypropylene. This method is based on experimental instrumented tensile impact tests, and provides the material's stress-strain curves at strain rates comprise between 15 and 120 s⁻¹. Resulting curves are introduced in the finite element software ABAQUS/Explicit and characterisation tensile impact tests are simulated. Force-time curves are correlated and deviations of about 10% in maximum force and 15% in contact time are obtained. The minimum impact energy for breaking samples is also predicted. It is concluded that an adequate material rupture characterisation is fundamental for simulating impacts on plastic parts by the finite element method.

PALABRAS CLAVE: Polipropileno, Método de Elementos Finitos, Impacto.

1. INTRODUCCIÓN

La evolución tecnológica de los materiales plásticos, junto con las cada vez más exigentes directivas gubernamentales sobre la disminución del impacto ambiental de los vehículos han provocado que los fabricantes tiendan cada vez más a la sustitución de componentes tradicionalmente fabricados en materiales metálicos, por componentes fabricados en materiales plásticos. Las cada vez mejores propiedades mecánicas de algunos plásticos permiten importantes reducciones de peso tanto directas como indirectas (la reducción del peso de los componentes sustituidos posibilita la disminución de los requerimientos exigidos a otros componentes metálicos), lo cual se traduce en una reducción del consumo energético del vehículo. La posibilidad de un reciclaje relativamente sencillo y eficiente, su versatilidad en cuanto a diseño o los interesantes acabados superficiales que se pueden conseguir son otros de los argumentos que hacen de los plásticos un material idóneo para aplicaciones en

automoción. Entre los plásticos más utilizados en este tipo de aplicaciones se encuentra el polipropileno (PP), un termoplástico semicristalino empleado entre otros, en parachoques, conductos de ventilación, paneles interiores de puertas, etc.

De entre los requisitos que tienen que cumplir los materiales empleados en componentes de automoción, el comportamiento a impacto es clave, ya que al tratarse de un tipo de sollicitación muy severo se puede producir la rotura de los mismos y poner en peligro la integridad física de los ocupantes del vehículo y/o de los peatones que se encuentran fuera de él. El hecho de que el diseño a impacto de estos componentes se tenga que abordar desde puntos de vista como la maximización de la disipación de energía o la minimización del daño humano, ha llevado a que la fabricación y ensayo de prototipos sea el método más utilizado para la validación de un diseño, ya que se trata del método más fiable a pesar de los inconvenientes asociados a los costes y plazos elevados.

El Método de Elementos Finitos (MEF) puede ayudar a reducir los problemas asociados al diseño de componentes de automoción frente a impacto, ya que permite predecir la respuesta de los mismos e incluso del vehículo completo cuando éste es sometido a un impacto [1-3].

Cuando lo que se trata de simular son impactos sobre componentes de plástico, son 2 los factores principales a tener en cuenta: i) la caracterización del material y ii) la utilización de modelos de material adecuados [4]. Debido a la naturaleza de los plásticos, sus propiedades dependen en gran medida de la velocidad de deformación a la que están sometidos, por lo que una correcta simulación requiere de la utilización de parámetros del material obtenidos en el rango de velocidades de deformación en el que se dan los impactos que se desean simular. Además, también es imprescindible la utilización de modelos matemáticos de material que describan adecuadamente el comportamiento del material en dicho rango.

En lo referente a la caracterización de plásticos a elevadas velocidades de deformación, existen 2 planteamientos principales: El primero consiste en la realización de la caracterización a velocidades de deformación bajas y medias, y la extrapolación de los datos obtenidos a elevadas velocidades de deformación [4-6]. El principal inconveniente de este tipo de modelos es que para asegurar un resultado aceptable se deben realizar ensayos en un amplio rango de velocidades de deformación. Además, teniendo en cuenta que los micro-mecanismos de deformación y fractura en los materiales plásticos dependen de la velocidad de deformación, no se puede asegurar que la ley de extrapolación sea válida para cualquier condición de sollicitación.

El segundo planteamiento consiste en caracterizar el material mediante ensayos de impacto instrumentado, y realizar el tratamiento numérico de las curvas obtenidas [7,8] para obtener una ley de comportamiento correspondiente al rango de velocidades de deformación asociado a los ensayos realizados. Aunque se requieren muchos ensayos para obtener datos fiables del material, la sencillez de su realización hace que éste no sea un inconveniente importante; sin embargo, la puesta a punto del tratamiento numérico puede ser una tarea más complicada, dependiendo del material a estudiar, el tipo de ensayos realizados y el planteamiento a la hora de abordar el tratamiento numérico (utilización de modelos reológicos, obtención directa de las curvas tensión-deformación, etc.).

El objetivo de este trabajo consiste en evaluar, mediante el MEF, un método de caracterización a impacto del PP desarrollado previamente [8], basado en el tratamiento numérico de los resultados de ensayos de impacto tracción instrumentado. Para ello, se han simulado los ensayos de impacto-tracción y se han comparado las curvas de fuerza-tiempo resultantes de la simulación con las experimentales.

2. MODELO DE MATERIAL

La caracterización del PP se ha llevado a cabo mediante el tratamiento numérico de las curvas fuerza-tiempo resultantes de los ensayos instrumentados de impacto-tracción realizados a distintas energías de impacto [8]. Las curvas obtenidas se muestran en la figura 1.

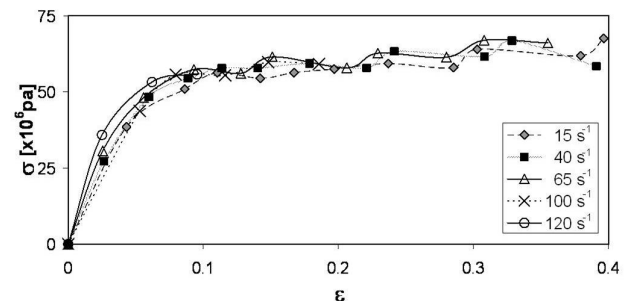


Figura 1: Curvas iso-strain rate del PP.

Para describir este comportamiento, en el programa de elementos finitos se ha optado por la utilización del modelo elastoplástico con endurecimiento dependiente de la velocidad de deformación mostrado en la figura 2. Se ha establecido un valor de módulo elástico de 1,2 GPa y un límite elástico de 54 MPa; este último valor se ha calculado a partir de la fuerza necesaria para provocar daño irreversible en las probetas ensayadas [8].

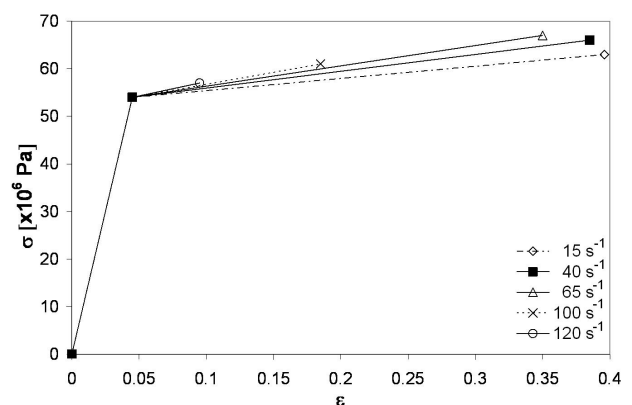


Figura 2: Modelo de material empleado en ABAQUS/Explicit.

3. MODELO DE ELEMENTOS FINITOS

En el programa de elementos finitos únicamente se ha modelizado la probeta. La discretización espacial se ha llevado a cabo mediante distintos tipos de elementos, tanto bidimensionales como tridimensionales. En la tabla 1 se muestran los distintos tipos de elementos empleados.

El modelo de la probeta se ha dividido en 3 partes, tal y como se muestra en la figura 3: i) extremo fijo, ii) centro y iii) extremo móvil.

Tabla 1. Distintos tipos de elementos utilizados en la simulación de los ensayos de impacto-tracción.

Dim.	Denominación	Descripción
2D	C3D8R	Paralelepípedo lineal de 8 nodos, de integración reducida con control de "hourglass".
	C3D4	Tetraedro lineal de 4 nodos.
3D	S4R	Placa de 4-nodos doblemente curvada de interés general e integración reducida con control de "hourglass" y deformaciones de membrana finitas.
	CPS3	Elemento lineal de tensión plana de 3 nodos.
	CPS4R	Elemento bilineal de tensión plana de 4 nodos, de integración reducida con control de "hourglass".

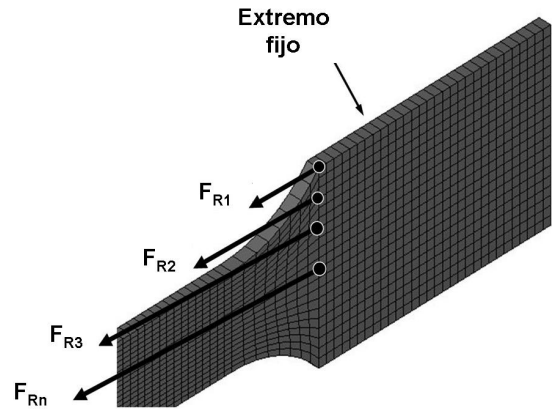


Figura 4: Fuerzas de reacción nodales de la intercara entre el centro y el extremo fijo de la probeta.

Se han simulado ensayos de impacto-tracción realizados con una masa del impactador de 1,091 kg y a velocidades de impacto comprendidas entre 0,5 y 3,5 m/s con incrementos de 0,2 m/s.

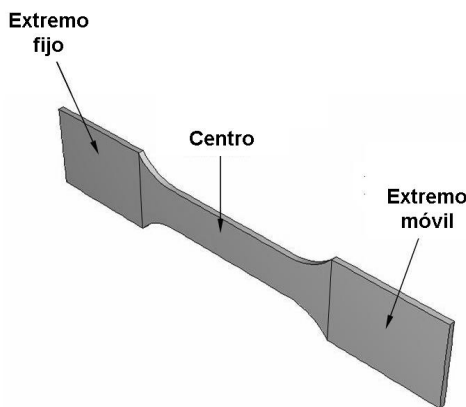


Figura 3: Modelo geométrico de la probeta.

La fijación entre la probeta y el utillaje de impacto tracción se ha modelizado restringiendo todos los grados de libertad del extremo fijo del modelo de la probeta. Al centro se le han aplicado las propiedades del PP mediante el modelo de material descrito previamente. En cuanto al extremo móvil, la acción del impactador se ha modelizado aumentando la densidad del extremo hasta tal punto que su masa sea igual a la del impactador, y aplicando una velocidad inicial a todos los nodos que lo componen igual a la que corresponde al impactador en el momento del impacto en cada ensayo; de esta manera, se aplica una energía a la probeta igual a la generada por el impacto en cada ensayo.

Para realizar la correlación numérico-experimental, en el modelo de la probeta se ha obtenido la fuerza de reacción total de los nodos de la intercara entre el centro y el extremo fijo mediante la suma de las fuerzas de reacción nodal mostradas la figura 4.

4. RESULTADOS OBTENIDOS Y DISCUSIÓN

En las figuras 5, 6 y 7 se muestran las correlaciones numérico-experimentales de las curvas fuerza-tiempo para velocidades de impacto de 0,7; 1,3 y 2,1 m/s respectivamente. Los ensayos corresponden a un comportamiento predominantemente elástico (0,7m/s) y elastoplástico (1,3 m/s y 2,1 m/s).

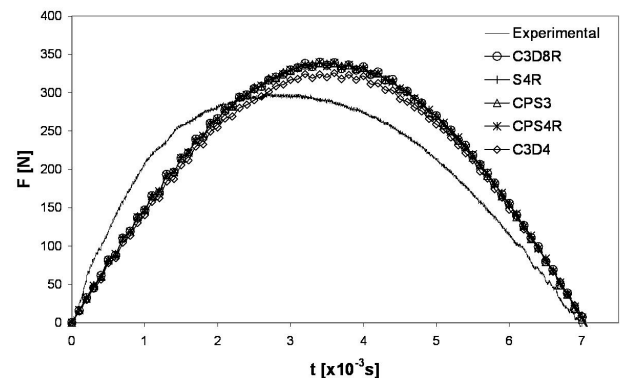


Figura 5: Correlación numérico-experimental para una masa del impactador de 1,091 kg y una velocidad de impacto de 0,7 m/s.

Para los ensayos realizados a la menor energía de impacto (0,7 m/s) se observa una forma más o menos simétrica tanto en la curva experimental como en la de simulación, lo cual implica que la respuesta en ambos casos es preferentemente elástica. Se obtiene una correlación excelente del tiempo de contacto, aunque la fuerza máxima se sobreestima en torno a un 15%. Los resultados de la simulación son idénticos independientemente del tipo de elemento empleado.

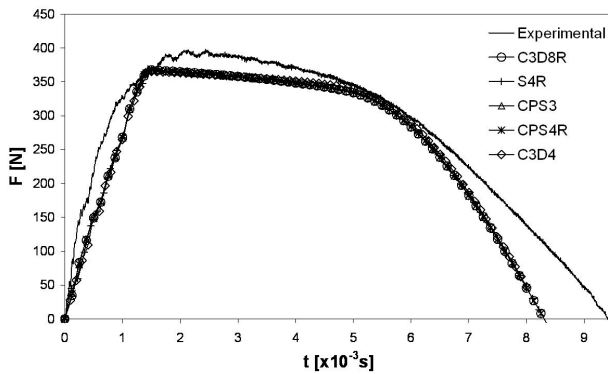


Figura 6 Correlación numérico-experimental para una masa del impactor de 1,091 kg y una velocidad de impacto de 1,3 m/s.

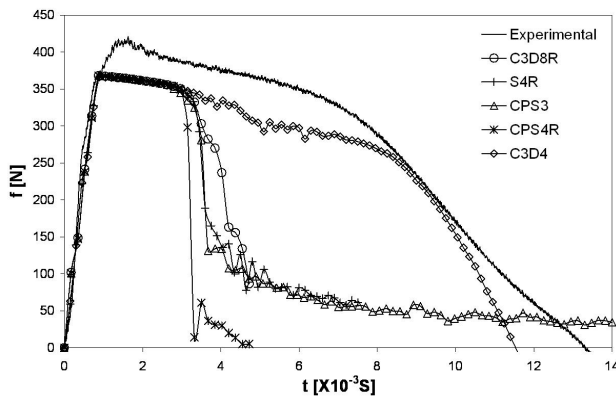


Figura 7: Correlación numérico-experimental para una masa del impactor de 1,091 kg y una velocidad de impacto de 2,1 m/s.

Para una velocidad de impacto de 1,3m/s se observa una gran asimetría tanto en la curva experimental como en las simulaciones, lo cual está asociado a que el comportamiento del material está en el rango elastoplástico. Se observa una buena correlación numérico-experimental en la forma de la curva, aunque tanto la fuerza máxima como el tiempo de contacto están ligeramente sobreestimados (8% y 11% respectivamente). Al igual que para la menor velocidad de impacto, los resultados de las simulaciones han resultado ser idénticos independientemente del tipo de elemento empleado.

El origen de la desviación tanto de la pendiente de la parte inicial de las curvas como del valor de la fuerza máxima reside en que en el modelo de material empleado, el módulo de elasticidad y el límite elástico no presentan una dependencia con la velocidad de deformación. Es de esperar que, utilizando un modelo de material que tenga en cuenta esta dependencia del módulo de elasticidad, se obtengan mejores correlaciones de la pendiente inicial de las curvas fuerza-tiempo.

En cuanto al límite elástico, debido al método empleado para su determinación [8], sólo se ha podido establecer un valor promedio único para todo el rango de velocidades de deformación analizado, independientemente de las mismas; cabe esperar que la utilización de un método alternativo que permita establecer la dependencia del límite elástico con la velocidad de deformación permita a su vez reducir las desviaciones de los valores de fuerza máxima de las simulaciones.

Por último, para una velocidad de impacto de 2,1m/s, se observa una buena correlación en la parte inicial de la curva, aunque el valor de la fuerza máxima se encuentra subestimado en aproximadamente un 13%. Sin embargo, a partir de un tiempo de entorno a $3 \cdot 10^{-3}$ s las curvas correspondientes a todas las simulaciones excepto una caen bruscamente; esta caída brusca de la fuerza se produce debido a que los elementos se colapsan por presentar un alargamiento demasiado grande, y en consecuencia, una sección nula, lo cual ha sido considerado como rotura de la probeta. El único modelo que ha seguido la forma de la curva experimental ha sido aquél en el que se han empleado elementos tetraédricos de 1^{er} orden C3D4; sin embargo, este tipo de elementos deben ser evitados a la hora de realizar simulaciones con integración temporal explícita, ya que tienden a rigidizar el modelo [9]; por lo tanto, a pesar de que la correlación con los elementos C3D4 es mejor que con el resto, este hecho se asocia al exceso de rigidez provocado por los citados elementos, motivo por el que han sido desechados para simular los ensayos de impacto-tracción. En cuanto al resto de elementos, a pesar de que hay pequeñas diferencias a partir de la caída brusca de la fuerza, se puede considerar que su respuesta es prácticamente idéntica en todos los casos.

Teniendo en cuenta que se observa un comportamiento idéntico independientemente de la dimensionalidad y tipo de los elementos del mallado, se ha tratado de buscar el origen de las diferencias entre las simulaciones y los resultados experimentales en el método de caracterización.

Este método fue propuesto con el objetivo de ser utilizado para simular el comportamiento elastoplástico del material, pero no la rotura. Un análisis de dicho comportamiento permite determinar que los puntos últimos de las curvas iso-strain rate representadas en la figura 1, a pesar de ser puntos cercanos, no corresponden exactamente con los puntos de rotura del material [8], ya que en los ensayos experimentales no se puede garantizar que la rotura se va a dar a una velocidad de deformación específica. Debido a ello, se han vuelto a analizar las curvas experimentales para determinar deformación y la velocidad de deformación a la que se da la rotura de las probetas en los diferentes ensayos. La tensión no se ha tenido en cuenta, debido a que en el modelo de material la pendiente de la zona plástica se considera constante para cada velocidad de

deformación, de manera que el criterio que se establece a la hora de definir la rotura del material es un criterio de deformación. Debido a la dispersión en los resultados de velocidad de deformación de rotura, éstos se han agrupado en 7 grupos distintos, correspondientes a valores en torno a 10, 30, 40, 50, 60, 70 y 95 s⁻¹. En la figura 8 se muestran los valores medios de deformación de rotura correspondientes a cada velocidad de deformación escogida. A pesar de que la dispersión de resultados es muy importante, se intuye una tendencia decreciente de la deformación de rotura media a medida que aumenta la velocidad de deformación.

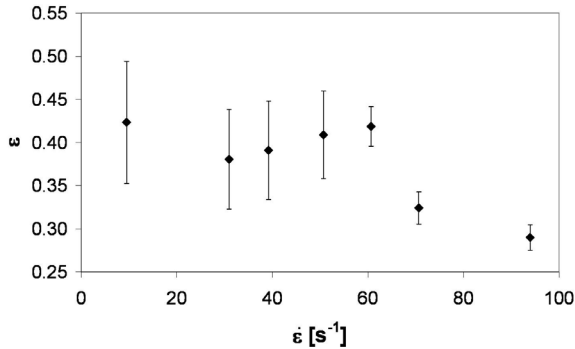


Figura 8: Deformaciones de rotura del PP para distintas velocidades de deformación.

A partir de la tendencia mostrada en la figura 8, se pueden estimar los valores de deformación de rotura correspondientes a las velocidades de deformación de interés, y a partir de estos, modificar el modelo de material en cuanto a los puntos de rotura, quedando éste tal y como se muestra en la figura 9.

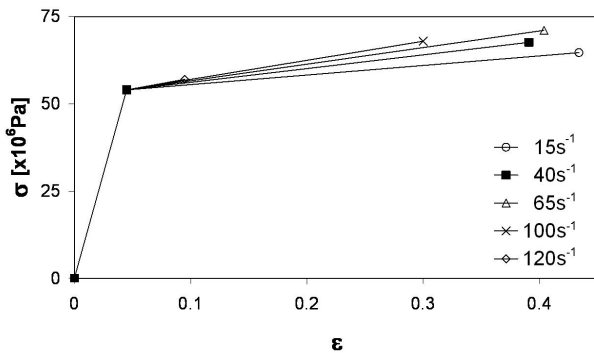


Figura 9: Modelo del material elastoplástico dependiente de la velocidad de deformación modificado.

Los resultados de las simulaciones para velocidades de impacto de 0,7 y 1,3 m/s con el modelo de material modificado son idénticos a los obtenidos con el modelo de material anterior, lo cual es lógico puesto que la modificación del modelo únicamente afecta a la rotura del material.

En la figura 10 se muestra la correlación numérico-experimental para una velocidad de impacto de 2,1 m/s. En este caso no se muestra la curva correspondiente a la simulación mediante elementos tetraédricos de 1^{er} orden C3D4 debido a que se ha demostrado que su comportamiento con integración temporal explícito no es adecuado. Se puede observar que la modificación del modelo de material corrige la correlación numérico-experimental obteniéndose sobreestimaciones del 13% en fuerza máxima y 16% en tiempo de contacto.

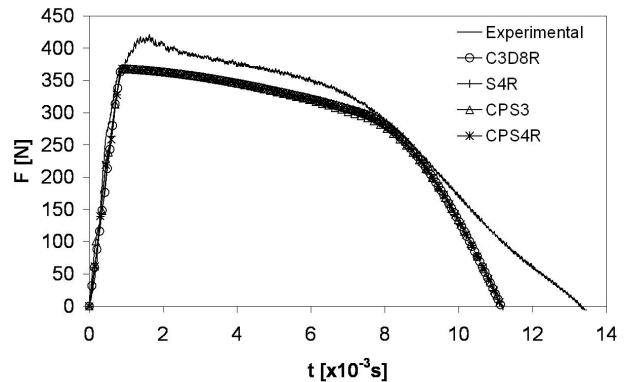


Figura 10: Correlación numérico-experimental con el modelo de material modificado para una masa del impactor de 1,091 kg y una velocidad de impacto de 2,1 m/s.

Para comprobar la capacidad del modelo de material corregido de predecir la rotura del material, se han realizado simulaciones con elementos C3D8R con una velocidad de impacto creciente hasta que para una velocidad de 2,5 m/s (correspondiente a una energía de impacto de 3,4 J) en la simulación se ha obtenido la rotura de la probeta, tal y como se muestra en la figura 11. Sin embargo, experimentalmente se ha establecido que la primera rotura se da para una velocidad de impacto de 2,7 m/s (correspondiente a 3,97 J), velocidad para la que se rompe 1 de las 2 probetas ensayadas en idénticas condiciones, como se observa en la figura 12.

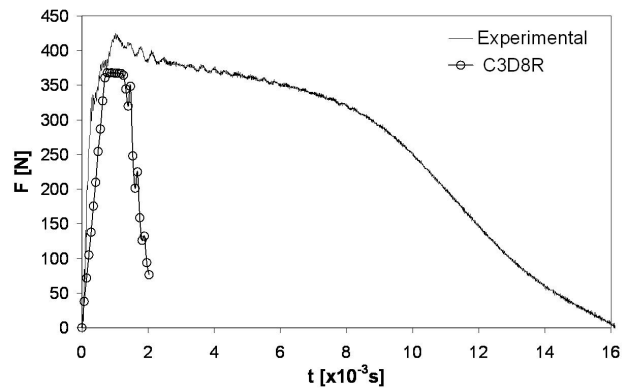


Figura 11: Correlación numérico-experimental con el modelo de material modificado para una masa del impactor de 1,091 kg y una velocidad de impacto de 2,5 m/s.

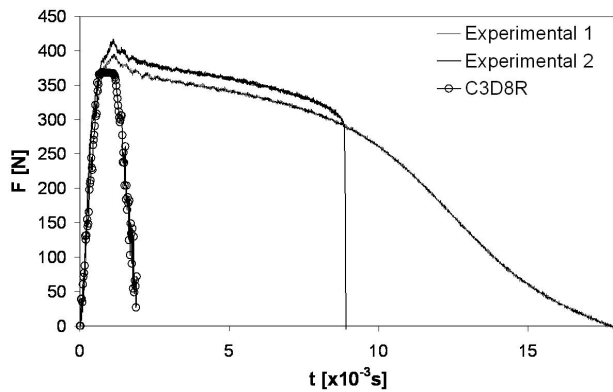


Figura 12: Correlación numérico-experimental con el modelo de material modificado para una masa del impactor de 1,091 kg y una velocidad de impacto de 2,7m/s.

Esto implica que mediante el modelo de material modificado, se predice, con un margen de error del 15% a favor de la seguridad, la energía mínima necesaria para provocar la rotura del material en ensayos de impacto tracción sobre probetas de PP.

5. CONCLUSIONES Y LINEAS FUTURAS

Se han simulado ensayos de impacto tracción sobre probetas de PP mediante MEF, utilizando un modelo sencillo de material elastoplástico dependiente de la velocidad de deformación; la caracterización a impacto del material se ha llevado a cabo a partir de ensayos de impacto-tracción según un método desarrollado por el equipo de investigación y ya publicado.

La dimensionalidad de la geometría del modelo y el tipo de elemento empleado en el MEF son indiferentes para simular piezas de geometría sencilla, a excepción de los tetraedros de 1^{er} orden, que tienden a rigidizar el modelo.

Se han obtenido correlaciones de fuerza máxima y tiempo de contacto con unos errores máximos en torno al 15%.

La caracterización a rotura del material es esencial para detectar la energía mínima necesaria a la que se produce la rotura del material. En el caso analizado, ésta se predice con un error de un 15%.

Como línea futura queda pendiente analizar la correlación numérico-experimental para validar tanto el modelo de material empleado en el MEF, como el método de caracterización a impacto propuesto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Gobierno Vasco por la financiación a través del programa de Becas para Formación de Investigadores y del programa de Investigación Básica y Aplicada (proyecto PI2003-13).

REFERENCIAS

- [1] Pickett, A.K., Pyttel, T., Payen, F., Lauro, F., Petrinic, N., Werner, H. and Christlein, J., *Failure prediction for advanced crashworthiness of transportation vehicles*, International Journal of Impact Engineering 30 (2004) 853-872.
- [2] Du Bois, P.A., Kolling, S., Koesters, M. and Frank, T., *Material behaviour of polymers under impact loading*, International Journal of Impact Engineering 32 (2006) 725-740.
- [3] Ren, Z. and Vesenjaj, M., *Computational and experimental crash analysis of the road safety barrier*, Engineering Failure Analysis 12 (2005) 963-973.
- [4] Dean, G. and Read, B., *Modelling the behaviour of plastics for design under impact*, Polymer Testing 20 (2001) 677-683.
- [5] Duan, Y., Saigal, A. and Greif, R., *A uniform phenomenological constitutive model for glassy and semicrystalline polymers*, Polymer Engineering and Science 41 (2001) 1322-1328.
- [6] Duan, Y., Saigal, A. and Greif, R., *Impact behaviour and modelling of engineering polymers*, Polymer Engineering and Science 43 (2003) 112-124.
- [7] Sahraoui, S. and Lataillade, J.L., *Analysis of load oscillations in instrumented impact testing*, Engineering Fracture Mechanics 60 (1998) 437-446.
- [8] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J., Urrutibeascoa, I. and Sánchez-Soto, M., *Characterisation of the impact behaviour of polymer thermoplastics*, Polymer Testing 24 (2005) 145-151.
- [9] Hibbit, Karlsson and Sorensen, *ABAQUS Analysis Users Manual*, Version 6.5, Pawtucket, Rhode Island (1998).

**FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS
Y PÉTREOS**

PROPAGACIÓN DE FISURAS EN MODO MIXTO EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN ARMADO SIN CERCOS

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

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

RESUMEN

El presente trabajo muestra los resultados obtenidos en una campaña experimental realizada recientemente con el objeto de estudiar la propagación de fisuras en modo mixto, es decir en presencia de tensiones normales y tangenciales, en elementos de hormigón armado sin cercos. Particularmente analizamos el efecto de la cuantía longitudinal de armado y del tamaño de las vigas. Hemos ensayado 24 vigas de tres tamaños diferentes y con diversas configuraciones de armado longitudinal. Los resultados muestran la influencia de la cuantía de armado y del tamaño de las vigas en la trayectoria de las fisuras, en la carga de inicio de propagación de la fisura y en la carga de fallo por tracción diagonal. Finalmente, se establece un modelo sencillo para analizar el efecto de la cuantía de armado y del tamaño de las vigas tanto en la carga de fisuración como en la de fallo del elemento. Los resultados obtenidos pueden ayudar a una mejor comprensión de los mecanismos de propagación de las fisuras en modo mixto o cortante y del fallo de elementos de hormigón armado únicamente con armadura longitudinal.

ABSTRACT

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

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fatiga y Fractura de Materiales Cerámicos y Pétreos.

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

1. INTRODUCCIÓN

El presente artículo muestra los resultados de un programa experimental realizado para estudiar la propagación de fisuras en modo mixto, es decir, en presencia de tensiones normales y tangenciales en elementos de hormigón armado sin cercos. Específicamente el programa ha sido diseñado para investigar la influencia del tamaño del elemento y de la cuantía de armado. Esta investigación la podemos considerar como una continuación de anteriores investigaciones realizadas para estudiar la formación y propagación de fisuras en modo I en elementos de hormigón armado [14, 13, 4]. Con este estudio pretendemos completar un análisis experimental sobre los diferentes tipos de fisuras que pueden aparecer en elementos de hormigón armado.

La propagación de fisuras en modo mixto en elementos de hormigón en masa ha sido extensamente estudiada [15]. Por el contrario, en hormigón armado los estudios no son

tan numerosos y en la mayoría de los casos están enfocados a la obtención de la carga máxima y no al estudio del proceso de fisuración en sí. En estos estudios, generalmente, los ensayos se realizan con vigas considerablemente armadas, de tal forma que se produce una alta densidad de fisuras en el momento del fallo, lo cual dificulta, en nuestra opinión, el estudio del proceso de fractura y fallo. No obstante, se han realizado algunos estudios muy interesantes para analizar el efecto del tamaño en la rotura por tracción diagonal y sus causas, como por ejemplo los realizados por Bažant y Kazemi [2] y por Kim y White [8, 9].

El artículo tiene el siguiente esquema. En la Sección 2 describimos el planteamiento de la campaña experimental y la geometría de los elementos ensayados. Los resultados de la caracterización de los materiales se exponen en la Sección 3. En la Sección 4 se presentan y discuten los resultados obtenidos al ensayar las vigas armadas. Un modelo analítico para estudiar el efecto del tamaño y el

de la cuantía de armado es presentado en la Sección 5. Finalmente en la Sección 6 mostramos las conclusiones del estudio realizado.

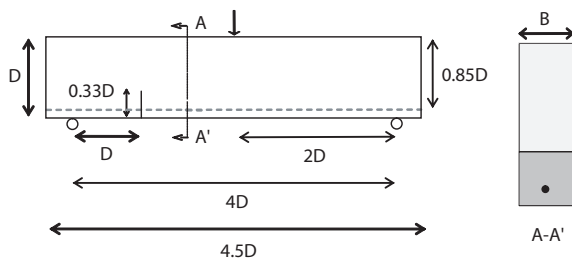


Figura 1: Geometría de los elementos ensayados.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROGRAMA EXPERIMENTAL

La campaña de ensayos fue planteada para estudiar la propagación de fisuras en modo mixto en elementos de hormigón armado únicamente con barras longitudinales, observando la influencia del tamaño del elemento y de la cuantía de armado. La geometría seleccionada para realizar los ensayos es la mostrada en la Fig. 1. Esta geometría fue utilizada para el estudio de la propagación de fisuras en modo mixto en hormigón en masa por Jenq y Shah [7]. La entalla representa a una fisura que ya ha atravesado el armado. Con estos ensayos se pretende estudiar la propagación de una fisura cuyo proceso de iniciación, producido predominantemente en modo I , ya ha ocurrido, pudiéndose considerar que a partir de la entalla la fisura progresará en condiciones de modo mixto.

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

El estudio se ha planteado de tal forma que el comportamiento de las vigas ensayadas reproduzca el comportamiento de vigas de tamaño ordinario y al mismo tiempo de modo que la mayor de las vigas tuviera un tamaño tal que su manipulación en el laboratorio fuera razonablemente sencilla. Como parámetro de comparación entre las vigas ensayadas y las vigas de tamaño ordinario adoptamos el denominado número de fragilidad de Hillerborg [3], β_H , el cual se define como el cociente entre el tamaño del elemento, representado en este caso por el canto D , y la longitud característica del material, l_{ch} [10]. Dos elementos con un valor similar de β_H presentan un comportamiento similar en fractura, [3].

Para analizar el efecto de tamaño hemos realizado vigas de tres cantos diferentes, $D = 75$ mm, 150 mm, y 300

mm. El ancho de las vigas se ha mantenido constante y es igual a 50 mm. También hemos considerado diferentes cuantías de armado longitudinal para estudiar su efecto, incluyendo vigas sin ninguna barra de armado. Cada una de las vigas ensayadas se identifica por medio de una letra S, M, o L dependiendo del tamaño de la viga, $D = 75$ mm, 150 mm y 300 mm respectivamente. Esta letra va seguida de un número que indica el número de barras longitudinales. Por ejemplo, la denominación M2 indica una viga de canto 150 mm, armada con dos barras longitudinales.

Las vigas de hormigón armado fueron ensayadas a flexión en tres puntos, véase la Fig. 1, midiéndose el desplazamiento en el punto de aplicación de la carga, δ , y el valor de ésta, P . Se dispuso un extensómetro centrado en el ancho de la viga, sobre la cara traccionada en la entalla realizada, con el fin de medir el desplazamiento entre los labios de la misma, $CMOD$. El ensayo se ha realizado controlando la velocidad del desplazamiento vertical del punto de aplicación de la carga asegurando que el crecimiento de la fisura se realizaba en un régimen quasi-estático.

3. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES

3.1. Micro-hormigón

Se ha utilizado un micro-hormigón con un tamaño máximo de árido de 5 mm. La curva de compacidad para diseñar la mezcla se ajustaba al huso recomendado por la norma ASTM C33. El cemento utilizado ha sido pórtland con una adición de puzolana, (ASTM II/A). Las proporciones de la mezcla finalmente utilizada en peso fueron 3.2:0.45:1 (áridos : agua : cemento). Se ha realizado un control estricto de todo el proceso de fabricación de las probetas, para poder minimizar las inevitables desviaciones de los resultados. En la Tabla 1 exponemos los resultados obtenidos en la caracterización del micro-hormigón.

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

(a) Probeta cilíndrica, ensayo a compresión.

(b) Probeta cilíndrica, ensayo brasileño.

Tabla 1: Características del micro-hormigón

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

también sobre cilindros de 75×100 mm. Para obtener las propiedades en fractura del hormigón se realizaron ensayos a flexión en tres puntos sobre probetas de hormigón en masa entalladas. El método utilizado es el recomendado por Elices, Planas y Guinea [3].

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

Tabla 2: Características del acero.

3.2. Acero

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

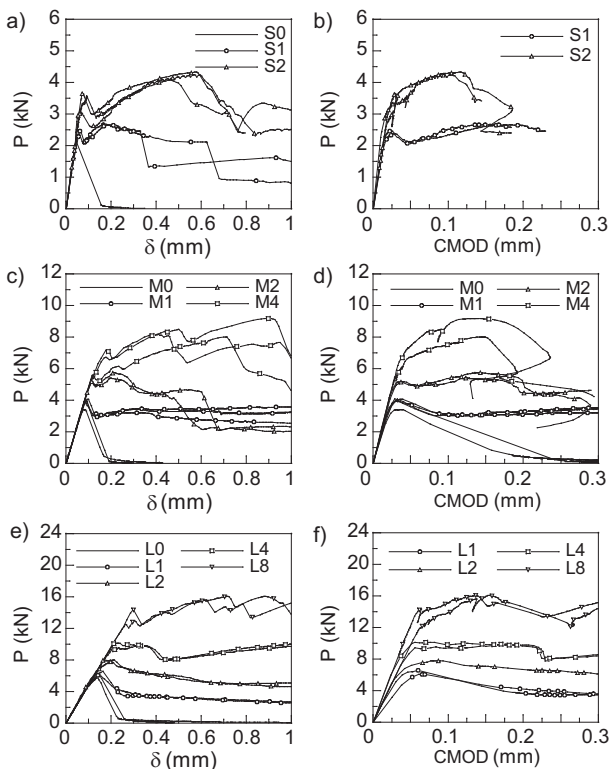


Figura 2: Resultados experimentales en vigas armadas: (a) curvas $P-\delta$ de vigas de 75 mm de canto; (b) curvas $P-CMOD$ de vigas de 75 mm de canto; (c) curvas $P-\delta$ de vigas de 150 mm de canto; (d) curvas $P-CMOD$ de vigas de 150 mm de canto; (e) curvas $P-\delta$ de vigas de 300 mm de canto; (f) curvas $P-CMOD$ de vigas de 300 mm de canto.

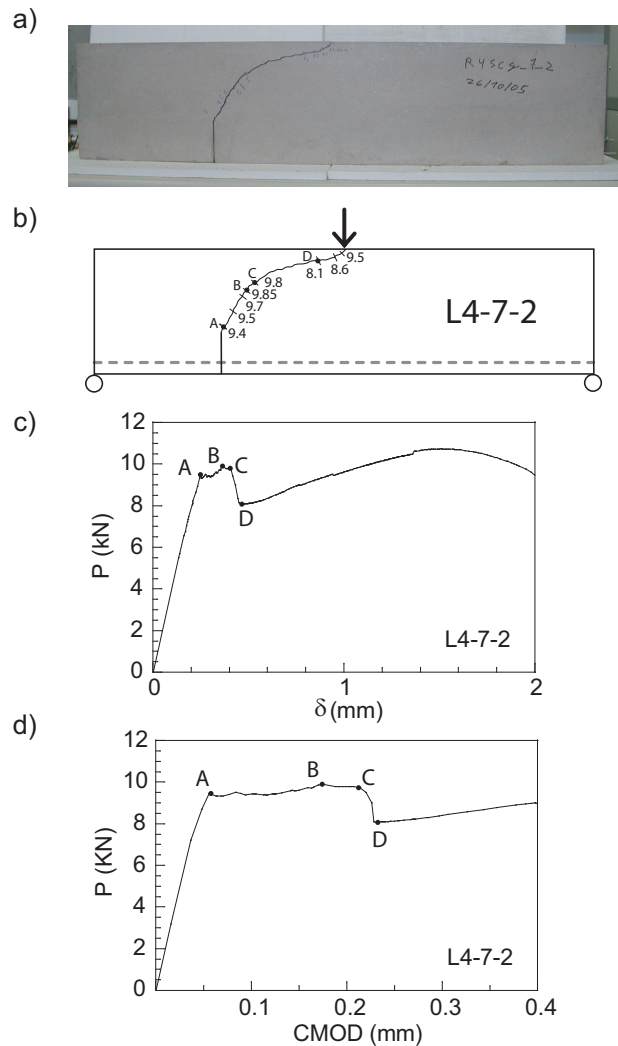


Figura 3: Proceso de propagación para la viga L40: (a) fotografía; (b) trayectoria de la fisura (los números indican la carga en kN); (c) curva $P-\delta$; (d) curva $P-CMOD$.

La deformación de rotura en las barras roscadas es sensiblemente inferior a la que se esperaría si fueran lisas debido a los defectos producidos en el material por el proceso de realización del roscado. Estos defectos hacen que el daño se localice más rápidamente, produciéndose la rotura con una deformación inferior. Los datos mostrados en la Tabla 2 están referidos a la sección nominal adoptada, cuyo diámetro es 2.5 mm.

El valor de la adherencia entre acero y hormigón se ha determinado mediante unos ensayos de arrancamiento, obteniéndose una tensión de adherencia para la interacción hormigón acero de 5 – 8 MPa.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Fig. 2 muestra las curvas $P-\delta$ y $P-CMOD$ obtenidas en los ensayos realizados. Se incluyen también como caso límite vigas que no contienen armado alguno. Al menos se han ensayado dos probetas por cada tipo de viga. Los

resultados muestran la precisión con la que se han llevado a cabo los ensayos, ya que la dispersión entre las curvas obtenidas para cada tipo de probeta es baja.

El proceso de propagación puede ser explicado con la ayuda de las Figs. 3 y 4. En ellas se muestra la evolución de la propagación de la fisura relacionándola con las curvas $P-\delta$ y $P-CMOD$.

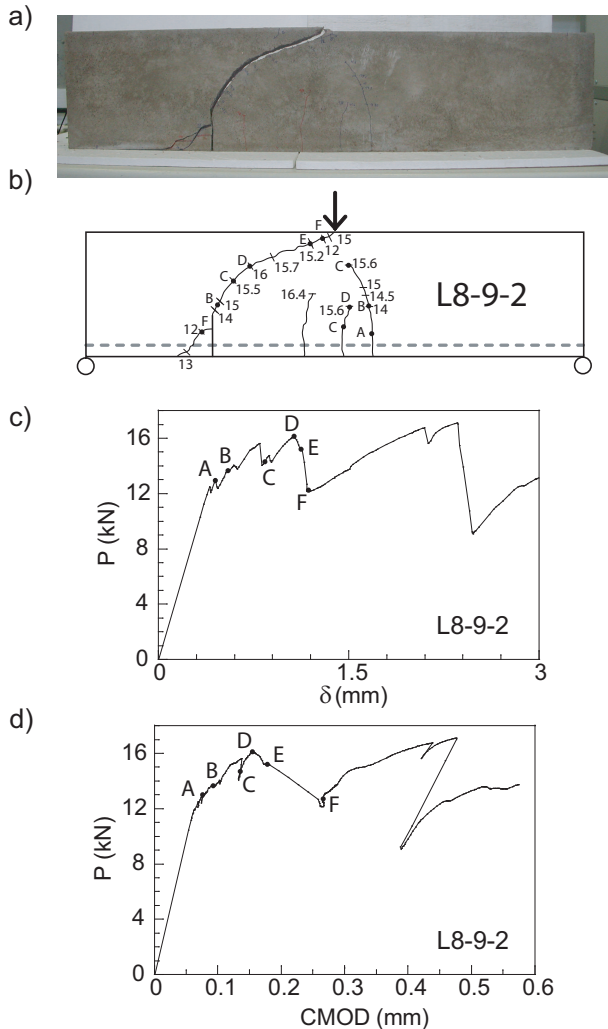


Figura 4: Proceso de propagación para la viga L80: (a) fotografía; (b) trayectoria de la fisura (los números indican la carga en kN); (c) curva $P-\delta$; (d) curva $P-CMOD$.

En la Fig 3 mostramos los resultados obtenidos para una de las vigas L40. El comportamiento en la primera fase de la carga es prácticamente lineal hasta alcanzarse el punto A. En ese momento se localiza el daño en la entalla y comienza una fase de propagación estable, es decir, cada incremento en la longitud de la fisura esta asociado a un incremento en el desplazamiento bajo el punto de carga, δ , y a un aumento en la apertura del extensómetro sito en la entalla, $CMOD$. Este tipo de propagación se muestra hasta que alcanzamos el punto C. En ese momento cambia el tipo de propagación pues los incrementos en la longitud de la fisura se producen sin apenas aumento de los desplazamientos medidos. Este cambio en la naturaleza de la

propagación también influye en la trayectoria de la fisura, como puede observarse en la Figura 3b, [5]. El comportamiento anteriormente descrito coincide con el fallo por tracción diagonal observado en vigas sin armadura transversal.

La Fig. 4 muestra otros aspectos en la propagación de las fisuras. En este caso los resultados mostrados corresponden a una viga tipo L80.

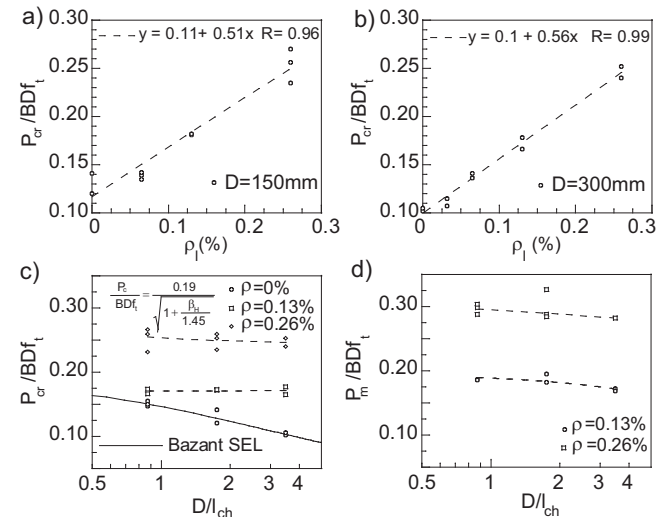


Figura 5: (a) Influencia de la cuantía de armado en la carga de fisuración para vigas de 150 mm de canto; (b) Influencia de la cuantía de armado en la carga de fisuración para vigas de 300 mm de canto; (c) Influencia del tamaño en la carga de fisuración; (d) Influencia del tamaño en la carga máxima.

El aumento en la cuantía de armado provoca un aumento en la carga necesaria para que comience la propagación de la fisura en la entalla. Por esta razón progresa inicialmente una fisura en el centro del vano, punto A. Posteriormente se localiza el daño en la entalla, punto B, y progresa la fisura de la entalla conjuntamente con las fisuras que se formaron en el centro de vano. Al igual que en el caso anterior, las fisuras crecen inicialmente de forma asociada a los desplazamientos medidos, hasta que se alcanza el punto D. A partir de ese momento la fisura que progresaba desde la entalla avanza rápidamente sin que aumenten apenas ni δ ni el $CMOD$. Durante esta fase de la propagación se produce una redistribución en la forma en que es soportada la carga por el elemento, pasando la carga que era resistida mediante un mecanismo de flexión por el conjunto cabeza comprimida-armadura, a ser resistida principalmente mediante un mecanismo basado en el efecto pasador de la armadura que atraviesa la entalla. En la viga L80, debido a que la carga que es transferida a la barra durante el proceso de fisuración no es soportada por el recubrimiento, aparece una fisura longitudinal a la altura del armado. Esta secuencia de fallo está típicamente asociada al fallo por tracción diagonal.

La influencia de la cuantía de armado se muestra en la

Figs. 5a y b. En ellas se representa en abscisas la cuantía de armado, ρ_l , y en ordenadas la carga para la que se localiza el daño en la entalla, P_{cr} . La geometría entallada que hemos utilizado en la campaña experimental, hace que las barras de acero trabajen desde el comienzo del ensayo. Este efecto provoca una hiper-resistencia en la carga resistida por las vigas, asociada a la cuantía de armado. El ajuste lineal mostrado en las Figs. 5a y b representa de forma bastante aproximada la tendencia experimental observada. En la Fig. 5c representamos la carga a la que se produce la localización del daño en la entalla (carga de fisuración), frente al tamaño del elemento, adimensionalizadas. El efecto de escala observado en vigas armadas es sensiblemente más suave que en las vigas sin armadura. Asimismo es destacable que la carga no parece tender hacia una resistencia nula al aumentar el tamaño, sino hacia una resistencia residual, función de la cuantía de armado. Esta misma tendencia es observada en la Fig. 5d donde representamos la carga para la que se detecto el cambio de naturaleza en la propagación de las fisuras frente al tamaño.

5. MODELADO DE LA HIPER-RESISTENCIA Y EL EFECTO DE ESCALA

En la sección anterior hemos observado la existencia de un aumento en la carga crítica o de fisura al aumentar la cuantía de armado. De acuerdo con [12], la carga durante un proceso de fractura en un elemento de hormigón armado es función de la geometría del elemento, de las condiciones de contorno y de las propiedades de los materiales, incluyendo la adherencia hormigón-acero. En nuestra investigación hemos mantenido todos estos parámetros constantes con la excepción de la cuantía de armado y del tamaño del elemento.

Para determinar una expresión sencilla puede expresarse usando que permita evaluar la influencia del armado en la carga durante el proceso de fractura, vamos descomponer la tensión nominal que resiste el elemento, $\sigma_N = \frac{P}{Area}$, en dos terminos. El primero representará la capacidad resistente del hormigón, σ_c y el segundo la hiper-resistencia debida a la presencia del armado, σ_Δ . Así pues podemos escribir:

$$\sigma_N = \sigma_c + \sigma_\Delta \tag{1}$$

La capacidad del hormigón puede expresarse usando la mecánica de fractura elástica lineal. La aplicación de esta teoría al estudio de la carga máxima en hormigón armado fue propuesta por Reinhardt [11]. Debemos enfatizar que esta es una hipótesis para captar una tendencia experimental observada y que la respuesta del hormigón puede ser modelada a través de otras expresiones, como por ejemplo la ley universal de efecto de escala propuesta por Bazant [1] o las expresiones propuestas por Hillerborg y Gustaffson [6]. La capacidad del acero puede ser representada por una relación lineal entre la hiper-resistencia y la cuantía de armado, tal y como se observa en las Figs. 5a

y b. La tensión nominal durante el proceso de fisuración queda entonces descrita de la siguiente forma:

$$\sigma_N = \sigma_0 + \sigma_\Delta = K_0 \beta_H^{-\frac{1}{2}} f_t + K_\Delta \rho f_y, \tag{2}$$

donde K_0 y K_Δ son unas constantes empíricas adimensionales, independientes del tamaño del elemento. Estas constantes son determinadas a través de los resultados experimentales. La aplicación de la Eq. (2) requiere que los mapas de fisuración para las cargas consideradas sean similares y que los elementos estén escalados entre si. En nuestra campaña experimental los mapas de fisuración obtenidos se pueden considerar similares y entre vigas escaladas [5].

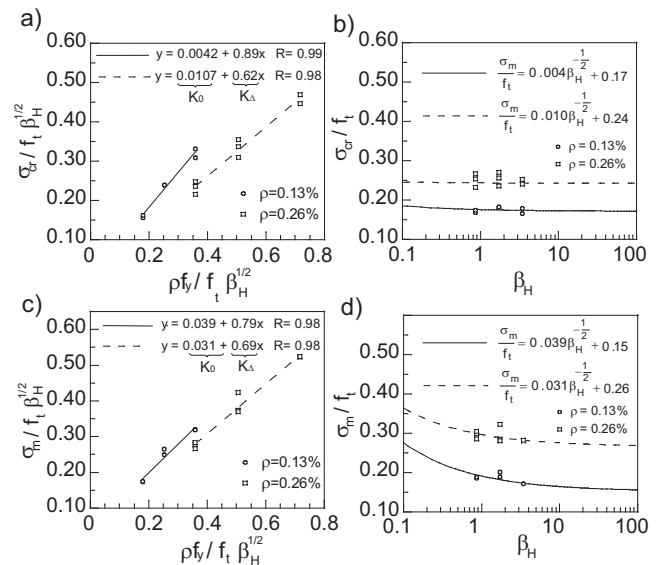


Figura 6: Efecto de tamaño: (a) resultados de la regresión para calibrar K_0 y K_Δ para la carga de fisuración; (b) Efecto de tamaño en la carga de fisuración (localización de daño en la entalla);(c) resultados de la regresión para calibrar K_0 y K_Δ para la carga máxima; (d) Efecto de tamaño en la carga máxima.

En la Fig. 6a y 6c mostramos las regresiones realizadas para determinar las constantes K_0 y K_Δ . En la Fig. 6a mostramos la regresión para las cargas que provocan la localización del daño en la entalla, mientras que en la Fig. 6c para las cargas que corresponden con el cambio de naturaleza en la propagación (fallo por tracción diagonal). Las leyes resultantes, comparadas con los resultados experimentales son mostradas en las Figs. 6b y 6d.

Los resultados obtenidos muestran que el efecto de escala tiende a desaparecer cuando $D \rightarrow \infty$, véanse las Figs. 6b y 6d. La tensión nominal converge a un valor diferente de cero y función de la cuantía de armado. La influencia de la adherencia y de la esbeltez del elemento no están todavía recogidas en la expresión propuesta. A partir de esta formulación teórica puede evaluarse la capacidad mecánica frente al esfuerzo cortante en elementos de hormigón armado sin cercos.

6. CONCLUSIONES

Este artículo presenta los resultados de una reciente campaña experimental realizada para estudiar la propagación de fisuras en modo mixto en elementos de hormigón armado. Analizamos la influencia del tamaño del elemento y de diferentes disposiciones de armado en la respuesta en fractura. Los ensayos fueron diseñados de tal forma que se generaran unos mapas de fisuración lo más sencillos posibles y así poder estudiar de forma aislada el progreso de las fisuras que se formarían. Hemos colocado una entalla en las vigas de hormigón armado, situada asimétricamente a un canto del apoyo. Diferentes cuantías de armadura longitudinal (flexión) fueron dispuestas para realizar los ensayos. Todos los ensayos fueron realizados a flexión en tres puntos. Tres tamaños diferentes y diversas cuantías de armado han sido dispuestas en las vigas ensayadas, incluyendo vigas sin ningún armado como caso límite.

Los ensayos han mostrado que la carga de localización del daño en la entalla durante el proceso de fisuración es muy sensible al aumento de la cuantía de armado. Por otra, parte el efecto de tamaño para esta carga inicial se atenúa respecto al que existiría sino se dispusieran armaduras. Este tipo de vigas siempre rompen por una fisura que va desde el fondo de la entalla al punto de aplicación de la carga. Además se ha observado un cambio en la naturaleza de la propagación de la fisura, acompañado por un cambio en los mecanismos resistentes del elemento. Este fenómeno es similar al descrito en tecnología de estructuras de hormigón como fallo por tracción diagonal.

El efecto de tamaño y la influencia de la cuantía de armado secribe con un modelo sencillo, aplicación directa de conceptos de la mecánica de la fractura y de las observaciones experimentales realizadas. El modelo se basa en sumar a la capacidad portante del hormigón una componente adicional debida al acero.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento al Ministerio de Educación y Ciencia por la financiación concedida a través del Proyecto MAT2003-00843 y a la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha por el Proyecto PAI05-028.

REFERENCIAS

- [1] Z. P. Bažant, Size effect in blunt fracture: Concrete, rock, metal. *Journal of Engineering Mechanics-ASCE*, 110:518–535, 1984.
- [2] Z. P. Bažant, and M. P. Kazemi, Size effect in diagonal shear failure. *ACI Structural Journal*, 88(3):268–276, 1991.
- [3] Z. P. Bažant, and J. Planas, *Fracture Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials*. CRC Press, Boca Raton. 1998.
- [4] J. R. Carmona, and G. Ruiz, Influencia de la forma de la sección y la distribución de las barras en la fractura de vigas de hormigón débilmente armadas con barras adherentes. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 22:146–151, 2005.
- [5] J. R. Carmona, G. Ruiz and J. R. del Viso, Mixed-mode crack propagation through reinforced concrete. *Engineering Fracture Mechanics*, En imprenta, 2007.
- [6] A. Hillerborg and Gustaffson, P. J., Sensitivity in shear strength of longitudinally reinforced concrete beams. *ACI Structural Journal*, 11(3):2286–2294, 1988.
- [7] Y. S. Jenq and S. P. Shah, Mixed mode fracture of concrete. *International Journal of Fracture*, 38:123–142, 1988.
- [8] W. Kim, and R. N. White, Shear-critical cracking in slender reinforced concrete beams. *ACI Structural Journal*, 96(5):757–765, 1999.
- [9] W. Kim, and R. N. White, Hypothesis for localized horizontal shearing failure mechanism of slender RC beams. *Journal of Structural Engineering*, 125(10):1126–1135, 1999.
- [10] P. E. Petersson, *Crack Growth and Development of Fracture Zones in Plain Concrete and Similar Materials*. Report No. TVBM-1006, Division of Building Materials, Lund Institute of Technology, Lund, Sweden. 1981.
- [11] Reinhardt, Similitude of brittle fracture of structural concrete. In *Advanced Mechanics of Reinforced Concrete*, (Delf, 1981), IASBE Colloquium pp. 117-130.
- [12] G. Ruiz, Propagation of a cohesive crack crossing a reinforcement layer. *International Journal of Fracture*, 11:265–282, 1984.
- [13] G. Ruiz, and J. R. Carmona, Experimental study on the influence of the shape of the cross-section and of the rebar arrangement on the fracture of lightly reinforced beams. *Materials and Structures*, 39,343–352, 2006.
- [14] G. Ruiz, M. Elices, and J. Planas, Experimental study of fracture of lightly reinforced concrete beams. *Materials and Structures*, 31:683–691, 1998.
- [15] S. P. Shah, S. E. Swartz, and C. Ouyang, *Fracture Mechanics of Concrete*. Wiley, New York. 1995.

FRACTURA DE HORMIGONES REFORZADOS CON AGREGADOS CERÁMICOS DE DISTINTO TAMAÑO

C. G. Rocco¹, y M. Elices²

¹ Área Departamental Construcciones, Facultad de Ingeniería,
Universidad Nacional de La Plata. Calle 48 y 115 s/n, 1900 La Plata, Argentina.
E-mail: claudiorocco@sinectis.com.ar

² Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.
melices@mater.upm.es

RESUMEN

En este trabajo se analiza el comportamiento en fractura de hormigones elaborados con agregados cerámicos de diferentes tamaños. Los estudios incluyeron la caracterización y ensayo de nueve hormigones fabricados con agregados esféricos monogranulares de 3, 9 y 14 mm de diámetro, dos matrices de diferente nivel de resistencia y dos condiciones de adherencia en la interface-matriz agregado. Los niveles de resistencia de la matriz y las condiciones de adherencia de la interface fueron diseñados para provocar en el material dos mecanismos de rotura bien diferenciados: intergranular e intragranular. Los agregados fueron fabricados de forma artificial con el objeto de controlar y poder mantener constantes sus propiedades intrínsecas con independencia del tamaño. Las propiedades medidas en los hormigones incluyeron resultados de energía específica de fractura, resistencia a la tracción indirecta, módulo de elasticidad estático y función de ablandamiento de acuerdo con el modelo de fisura cohesiva. Los resultados muestran que, para un mismo tipo de matriz y una misma calidad de interface matriz-agregado, mientras la resistencia a la tracción y el módulo de elasticidad se ven muy poco afectados por el tamaño del agregado, la energía específica de fractura y la apertura crítica de fisura de la función de ablandamiento se incrementan con el tamaño del agregado.

ABSTRACT

In this paper, the fracture behaviour of concretes elaborated with ceramics aggregate of various sizes are analyzed. The studies included the characterization and testing of nine concrete elaborated with spherical aggregates of 3, 9 and 14 mm diameter, two matrix of different strength level and two types of aggregate-matrix interface. The strength of the matrix face and the aggregate-matrix interface conditions were designed to improved in the concretes two fracture mechanism: intergranular and transgranular. The aggregate were artificially manufactured to controller and maintain constant our intrinsic properties with independence of the size. The properties measured in the concretes included specific fracture energy, splitting tensile strength, static modulus of elasticity and the bilinear softening curve according with the cohesive crack model. For both identical matrix and aggregate-matrix interface, the results showed that while the tensile strength and the elastic modulus of elasticity non depended to the aggregate size, the specific fracture energy and the critical crack opening in the softening curve increased as the aggregate size increased

PALABRAS CLAVE: Hormigones, propiedades en fractura, modelo de fisura cohesiva.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón con matriz a base de cemento Portland es uno de los materiales de mayor uso en la industria de la construcción de obras civiles. Desde sus primeras aplicaciones en el siglo XIX, este material ha ido mejorando notablemente sus prestaciones, en particular, debido a los avances tecnológicos de la industria del cemento y la aplicación de aditivos químicos y adiciones minerales activas que reducen la porosidad del material y contribuyen a mejorar la calidad de los productos de hidratación del cemento. En la actualidad es posible construir estructuras con hormigones de hasta

200 MPa de resistencia a la compresión, capaces de resistir la acción de distintos tipos de medio ambientes agresivos (ambiente marino, atmósferas industriales, climas con temperaturas extremas, etc.) y mantenerse en óptimas condiciones de servicio por más de 200 años.

Si bien los avances en la tecnología del hormigón han sido significativos en los últimos 50 años, los criterios y procedimientos utilizados para diseñar este material no han sufrido cambios importantes y se basan en formulaciones de tipo empíricas, ajustadas a partir de resultados de desempeño del material, que requieren una fuerte base experimental y en muchos casos no

permiten alcanzar un diseño óptimo del mismo desaprovechando las propiedades intrínsecas de los materiales o fases que componen al hormigón.

Para poder establecer procedimientos de diseño más racionales y eficientes resulta necesario avanzar en el conocimiento de las leyes y mecanismos que relacionan las propiedades del material con el de sus fases componentes (matriz, agregados e interfases) y desarrollar modelos matemáticos que permitan describir la respuesta del material en función de las propiedades de las distintas fases que lo componen.

En este trabajo se presentan resultados experimentales sobre propiedades mecánicas y de fractura de hormigones de cemento portland elaborados con agregados gruesos cerámicos de diferente tamaño máximo (3, 9 y 13 mm.). El estudio se enfocó en un nivel de observación mesoscópico donde el hormigón se encuentra constituido por una matriz continua o mortero de pasta de cemento Portland hidratado y agregado mineral silícico con partículas de hasta 0,4 mm., y una fase dispersa constituida en este caso por las partículas de agregado grueso. Las propiedades estudiadas en el hormigón incluyeron: resistencia a la tracción indirecta, módulo de elasticidad, energía específica de fractura y función de ablandamiento según el modelo de fisura cohesiva [1]. Con el objeto de caracterizar las propiedades de las fases componentes, las mismas propiedades fueron determinadas en la matriz mientras que en el agregado grueso se realizaron determinaciones de resistencia a la tracción indirecta, módulo de elasticidad y energía específica de fractura.

En el apartado 2 se describe el programa experimental incluyendo las características de los materiales y fases componentes, la composición de los hormigones estudiados y los ensayos realizados. En el apartado 3 se presentan los resultados de los ensayos realizados a nivel del hormigón y las fases componentes. En el apartado 4 se incluye el análisis de los resultados. En el apartado 5 se establecen las conclusiones del trabajo.

2. EXPERIMENTACIÓN

2.1. Materiales

Se estudiaron 9 hormigones elaborados con 2 tipos de matriz de diferente nivel de resistencia, 3 tamaños máximos de agregados gruesos y 2 tipos de interfaces matriz-agregado. Las características de los materiales componentes y de los hormigones estudiados se indican a continuación

Agregados: como agregados gruesos se emplearon esferas de mulita monogranulares del tipo de las empleadas comercialmente para la construcción de filtros catalíticos. Para la elaboración de los hormigones se utilizaron 3 tamaños de esferas: 3, 9 y 14 mm. Debido a que las propiedades resistentes de este tipo de agregado depende fuertemente de la historia térmica

durante su proceso de fabricación, para asegurar similares niveles de resistencias las esferas fueron sometidas a diferentes temperatura de calcinación según su tamaño: 525 °C para las esferas de 3 mm, 625 °C para las esferas de 9mm y 800 °C para las esferas de 14 mm. En la referencia [2] se dan detalles de la composición química de las esferas. Para su identificación las bolas se designaron en función de su tamaño como B₃, B₉ y B₁₄

Matriz: para la elaboración de los hormigones se utilizaron 2 tipos de matrices, identificadas como M₂ y M₃, con diferentes niveles de resistencia. Ambas matrices fueron elaboradas con cemento portland de alta resistencia inicial, similar al Tipo III según norma ASTM, y arena natural silicia con un tamaño de partícula comprendido entre 0,2 y 0,4 mm. Las relaciones agua material cementicio fueron 0,42 en la matriz M₂ y 0,70 en la matriz M₃. En la matriz M₂ se utilizaron adicionalmente humo de sílice, como adición mineral activa en una dosis del 6,5% respecto del peso de cemento, y aditivo superfluidificante marca Sikament 300^E para mejorar la trabajabilidad de la mezcla.

Hormigones: Los hormigones se obtuvieron combinando las distintas matrices y los distintos tamaños de agregados. Con la matriz de mayor resistencia, M₂, se elaboraron hormigones con dos tipos de interfaces: sin tratar, ST, y tratada con un agente anti-adherente, T. El agente anti-adherente utilizado fue un aceite mineral de baja viscosidad. En los hormigones elaborados con la matriz de menor resistencia, M₃, la interface matriz-agregado fue sin tratar. El volumen de agregado grueso se mantuvo constante en todos los hormigones y fue igual a 0,258 m³ por m³ de hormigón.

Para la fabricación de los hormigones se elaboró en primer lugar la matriz mezclando sus materiales componentes en una mezcladora de velocidad forzada y eje vertical durante un tiempo de mezclado de 5 minutos. Posteriormente se incorporó a la matriz el agregado grueso mezclándolo manualmente para evitar la rotura de las partículas esféricas. En la referencia [2] se describe en detalle el proceso de mezclado y el tratamiento aplicado a las interfaces.

2.2. Ensayos

Para determinar las propiedades de los hormigones y la matriz se realizaron dos tipos de ensayos: a) ensayos de rotura estable en flexión en tres puntos de acuerdo a las recomendaciones establecidas en RILEM TC 50 [3] y b) ensayos de compresión diametral de probetas cúbicas. Para evitar posibles fuentes de error experimental, para los ensayos de flexión se tuvieron en cuenta además las recomendaciones indicadas por Planas, Elices and Guinea [4,5]

Los ensayos de flexión se realizaron en una máquina servo-hidráulica de 1 MN de capacidad marca INSTRON 1275. Los ensayos se realizaron controlando la velocidad de apertura de la entalla (CMOD) a una

velocidad de 0.01 mm/minuto. Durante los ensayos se registraron de manera continua la carga, el desplazamiento relativo del punto de aplicación de la carga respecto de los puntos de apoyo de la probeta y la apertura de la entalla. Las cargas se midieron con una celda de 5 kN de capacidad, 5 N de resolución y una exactitud de 0,25%. La apertura de la entalla se midió con un extensómetro resistivo marca INSTRON con un rango de medición de ± 2.5 mm y $\pm 0.2\%$ de error a fondo de escala. Los desplazamientos relativos del punto de aplicación de la carga se midieron con dos transductores inductivos de ± 2.0 mm de rango y $\pm 0.2\%$ de error a fondo de escala, montados sobre un bastidor especialmente diseñado y colocados a ambos lados de la probeta.

Los ensayos de compresión diametral se realizaron siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM C496 con excepción del tamaño de probeta y ancho de apoyo el cual fue de 4 mm. Trabajos realizados por los autores han mostrado que cuando el ancho de apoyo es mayor al 8% del tamaño de la probeta en la dirección de aplicación de la carga los valores de la resistencia a compresión diametral obtenidos en el ensayo tiende a sobrestimar el valor de la resistencia e introducir errores importantes en la estimación de la resistencia a la tracción. El ancho relativo de apoyo empleado en los ensayos fue del 4%.

Para determinar la energía de fractura de las bolas, se realizaron ensayos estables de rotura por flexión en tres puntos de probetas cilíndricas con una bola embebida en su sección central y entallada en correspondencia con la misma. Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento a una velocidad de 0,05 mm/minuto. Durante los ensayos se registraron de manera continua la carga y el desplazamiento relativo del punto de aplicación de la carga respecto de los puntos de apoyo de la probeta. Las cargas se midieron con una celda de 1 kN de capacidad, 1 N de resolución y una exactitud de 0,25%. Los desplazamientos relativos del punto de aplicación de la carga se midieron con transductores inductivos de ± 2.0 mm de rango y $\pm 0.2\%$ de error a fondo de escala, montados sobre sendos bastidores colocados a ambos lados de la probeta.

Para determinar la resistencia a la tracción y el módulo de elasticidad de las bolas, se realizaron ensayos de compresión diametral siguiendo el procedimiento que se indica en la referencia [2].

2.3. Probetas

Para los ensayos de flexión de los hormigones y matriz se moldearon prismas de 100x100x450 mm los cuales fueron posteriormente entallados en su sección central con una entalla de 2mm de espesor y 30mm de profundidad. Para el moldeo de las probetas se emplearon moldes metálicos y la compactación del hormigón se realizó por vibración externa. Durante las primeras 24 horas después del moldeo, para evitar la

posible microfisuración superficial del hormigón por secado, las probetas fueron mantenidas en sus moldes dentro de una cámara de temperatura y humedad controlada a 20°C y 100% de humedad relativa. Posteriormente la probetas fueron retiradas de sus moldes y acondicionadas bajo agua saturada de cal a 20 °C hasta su edad de ensayo a los 60 días. El entallado de las probetas se realizó inmediatamente antes del ensayo mediante corte húmedo con disco diamantado de 2mm de espesor.

Para los ensayos de compresión diametral se fabricaron probetas cúbicas de 100x100x100 mm. Dichas probetas se obtuvieron por aserrado vía húmeda a partir de las mitades de probetas resultantes de los ensayos de flexión. Para determinar la energía de fractura de las bolas empleadas como agregado grueso, se fabricaron probetas cilíndricas de resina epoxi con una bola embebida en su sección central. Las dimensiones de las probetas fueron de 14mm de diámetro por 200 mm de longitud. Las probetas fueron entalladas en su sección central en correspondencia con el plano medio de la bola hasta una profundidad de 4,2 mm ($a/D = 0,30$). La entalla se realizó mediante aserrado vía húmeda con hilo de diamante de 0,3 mm.

3. RESULTADOS DE ENSAYOS

A continuación se muestran los resultados de los ensayos realizados a nivel de las fases componentes y de los hormigones.

3.1. Propiedades de las fases componentes

En la tabla 1 se indican las propiedades correspondientes a las matrices y agregados gruesos que componen los hormigones estudiados. Se incluyen los resultados de resistencia a la tracción indirecta, f_{st} , módulo de elasticidad, E , y energía específica de fractura, G_F . Los valores de módulo de elasticidad estático se determinaron a partir de la pendiente inicial de la curva carga CMOD de las probetas ensayadas a flexión, siguiendo la recomendación [6]. En el caso de la energía de fractura del agregado, la misma fue determinada a partir del ensayo de las bolas de mayor tamaño..

Tabla 1. Propiedades de las matrices y agregados

Face	Resistencia tracción indirecta (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Energía específica de fractura J/m^2
Matriz	M ₂	3,23	26,6
	M ₃	2,18	23,8
Agregado	B ₃	3,0	----
	B ₉	2,6	5,4
	B ₁₄	2,8	6,2
			46,2 (1)

(1) Medida sobre muestras de partículas de agregado de 14 mm de tamaño

En la tabla 2 se indican los valores de los parámetros de la función de ablandamiento bilineal correspondientes a las dos matrices. Se incluyen los valores promedio de la resistencia a la tracción, σ_t , coordenadas del punto de quiebre, σ_k y w_k , y valor crítico de la apertura de fisura, w_c , correspondientes al ensayo de cuatro probetas.

Los parámetros fueron calculados siguiendo el procedimiento general descrito en [7]. Como valor de la resistencia a la tracción se adoptó el valor de la resistencia a la tracción indirecta. Según [8, 9], se puede asumir que con el ancho de apoyo utilizado en los ensayos de tracción indirecta, los valores obtenidos se aproximan a los de tracción directa

Tabla 2. Parámetros de la función de ablandamiento bilineal de las matrices

Matriz	σ_t (MPa)	σ_k (MPa)	w_k (μm)	w_c (μm)
M ₂	3,23	0,3	9,9	123
M ₃	2,18	0,1	17,0	183

3.2. Propiedades de los hormigones

En la tabla 3 se indican las propiedades medidas en los hormigones estudiados. Se incluyen los resultados de resistencia a la tracción indirecta, f_{st} , módulo de elasticidad, E , y energía específica de fractura, G_F .

Debido a las características propias de la matriz y el tratamiento de la interface, los hormigones elaborados con matriz M₃ y los elaborados con matriz M₂ e interface tratada presentaron una rotura predominantemente intergranular, (a través de la matriz y la interface) mientras que en los hormigones con matriz M₂ e interface sin tratar la rotura fue predominantemente intragranular, (a través de la matriz y el agregado grueso)

Tabla 3. Propiedades de los hormigones

Matriz	Agregado	Interface	Resistencia tracción indirecta (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Energía específica de fractura (J/m ²)
M ₂	B ₃	T	2,62	20,9	44,6
		ST	3,25	24,5	40,0
	B ₉	T	2,19	20,3	41,2
		ST	3,00	23,4	43,3
	B ₁₄	T	1,91	20,9	41,9
		ST	3,10	22,9	48,3
M ₃	B ₃	ST	1,78	20,0	31,1
	B ₉	ST	1,40	16,7	35,3
	B ₁₄	ST	1,70	17,9	35,5

ST sin tratar, T tratada

En la tabla 4 se indican los valores de los parámetros de la función de ablandamiento bilineal correspondientes a las dos matrices. Se incluyen los valores promedio de la resistencia a la tracción, σ_t , coordenadas del punto de

quiebre, σ_k y w_k , y valor crítico de la apertura de fisura, w_c , correspondientes al ensayo de cuatro probetas.

Tabla 4. Parámetros de la función de ablandamiento bilineal de los hormigones

Matriz	Agregado	Interface	σ_t (MPa)	σ_k (MPa)	w_k (μm)	w_c (μm)
M ₂	B ₃	T	2,62	0,13	16,8	348
		ST	3,25	0,14	15,7	196
	B ₉	T	2,19	0,06	30,7	456
		ST	3,00	0,08	22,3	285
	B ₁₄	T	1,91	0,07	27,9	488
		ST	3,10	0,08	22,6	357
M ₃	B ₃	ST	1,78	0,14	20,1	187
	B ₉	ST	1,40	0,11	21,3	265
	B ₁₄	ST	1,70	0,09	19,5	344

ST sin tratar, T tratada

4. ANALISIS DE RESULTADOS

En las figuras 1 y 2 se representan, para los distintos tamaños de agregado, los valores relativos de resistencia a la tracción indirecta, f_{st} , y módulo de elasticidad, E , referidos a los respectivos valores de la matriz.

Los resultados de resistencia muestran el efecto importante que ejerce la interface matriz agregado en el comportamiento del hormigón. En los hormigones con rotura transgranular los valores de resistencia resultaron similares a los de la matriz, mientras que en los hormigones con rotura intergranular la resistencia varió entre el 60 y 80% del valor medido en la matriz. Los valores de módulo de elasticidad mostraron una tendencia similar. En este caso, en los hormigones con rotura transgranular los módulos de elasticidad variaron entre el 85 y 95% del valor de la matriz mientras que en los hormigones con rotura intergranular los valores se ubicaron entre el 75 y 85%. Respecto al efecto del tamaño de agregado los resultados de resistencia y módulo de elasticidad no mostraron una tendencia definida.

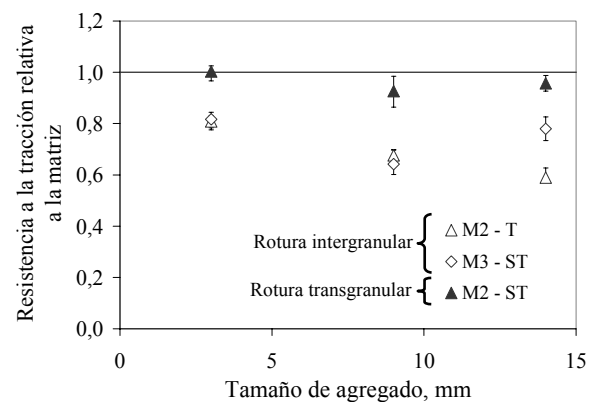


Figura 1. Resistencia a la tracción indirecta del hormigón, relativa a la matriz

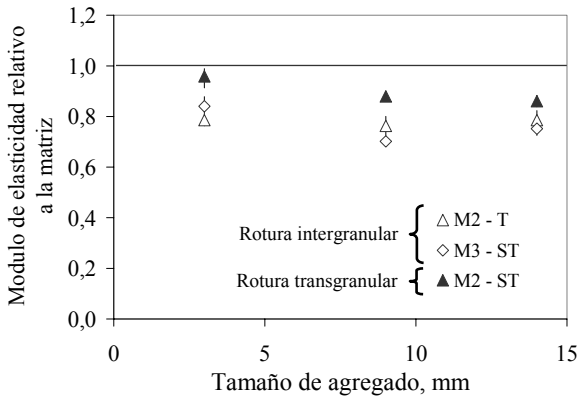


Figura 2. Módulo de elasticidad del hormigón relativo a la matriz.

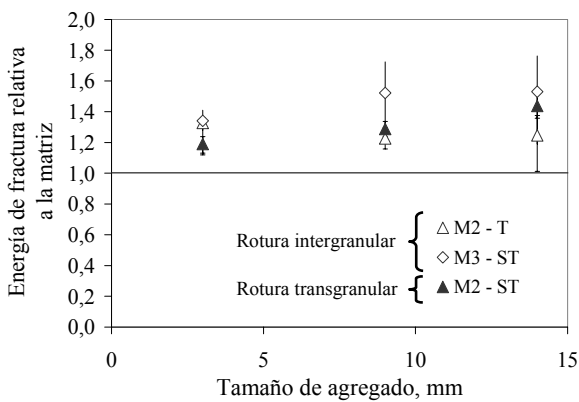


Figura 3. Energía específica de fractura del hormigón relativa a la matriz.

En las figura 3 se muestran los valores relativos de la energía específica de fractura, G_F de los hormigones respecto de la matriz. Se puede observar que, tanto para el caso de rotura transgranular como intergranular, los hormigones presentaron una energía de fractura superior a la matriz en un porcentaje que varió entre el 20 y el 50%. Respecto al efecto del tamaño de agregado se observó, en el caso de rotura intergranular, una tendencia creciente de la energía de fractura con el tamaño del agregado.

Respecto al incremento de la energía de fractura de los hormigones respecto de la matriz, se deben consignar dos causas diferentes. En el caso de los hormigones con rotura transgranular la mayor energía de fractura observada en el hormigón debe atribuirse a la mayor tenacidad de los agregados (los alegrados presentaron una energía de fractura mayor que la matriz), mientras que en los hormigones con rotura intergranular la mayor energía de fractura se debe atribuir a una mayor rugosidad del plano de fractura.

En las figuras 4 a 6 se muestran las funciones bilineales de ablandamiento de los hormigones. Se incluyen en las mismas la función de ablandamiento correspondiente a la matriz de cada hormigón.

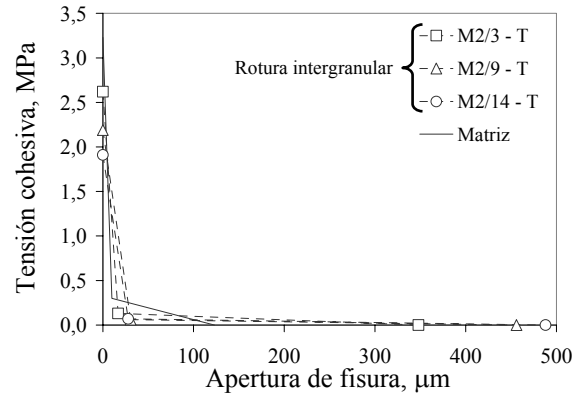


Figura 4. Función de ablandamiento hormigones con matriz M_2 e interface tratada

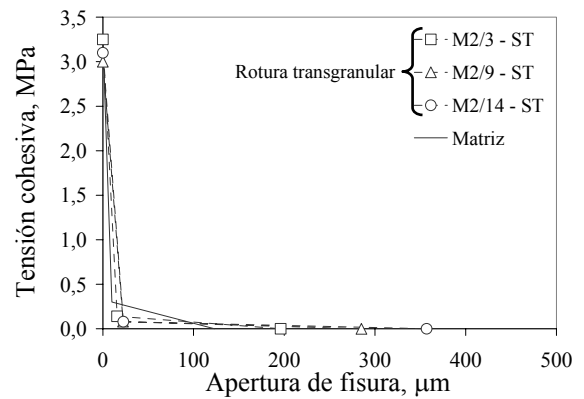


Figura 5. Función de ablandamiento hormigones con matriz M_2 e interface sin tratar

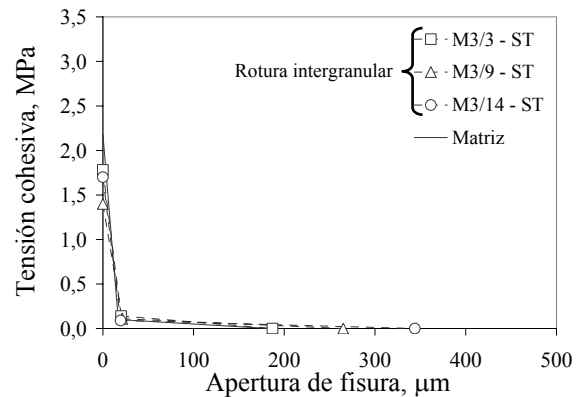


Figura 6. Función de ablandamiento hormigones con matriz M_3 e interface sin tratar

El análisis de las funciones de ablandamiento muestra que todos los hormigones ensayados presentaron una apertura crítica de fisura, w_c , mayor que la matriz, con valores que se incrementan con el tamaño del agregado. Respecto a la influencia de la interface matriz-agregado y del mecanismo de rotura, los resultados de ensayo de los hormigones elaborados con la matriz M_2 mostraron que cuando la rotura es de tipo intergranular, —el plano de fractura se propaga a través de la matriz y la interface matriz-agregado— los hormigones presentaron

una apertura crítica de fisura mayor que en el caso en donde la rotura es de tipo transgranular –el plano de fractura se propaga a través de la matriz y los agregados–.

5. CONCLUSIONES

En base a los resultados del presente trabajo se establecen las siguientes conclusiones de aplicación a los hormigones estudiados:

- ✓ El trabajo aporta resultados de parámetros de fractura del hormigón y de sus respectivas fases componentes, los cuales pueden ser utilizados para contrastar modelos del material a nivel mesoscópico.
- ✓ Los hormigones donde la rotura fue de tipo intergranular –el plano de fractura se propaga a través de la matriz y la interface matriz-agregado– presentaron una resistencia a la tracción y un módulo de elasticidad significativamente inferiores al de la matriz. Respecto a la influencia del tamaño de agregado no se observaron tendencias.
- ✓ En todos los hormigones la energía específica de fractura resultó mayor que la correspondiente a la matriz. Se observó que en los hormigones con rotura intergranular la energía de fractura se incrementó con el tamaño del agregado.
- ✓ Las funciones de ablandamiento de todos los hormigones ensayados presentaron una apertura crítica de fisura, w_c , mayor que la matriz, con valores que se incrementaron con el tamaño del agregado.

REFERENCIAS

- [1] Planas, J. and Elices, M. *Nonlinear fracture of cohesive materials*, International Journal of Fracture 51, pp 139-157, 1991.
- [2] Rosselló, C. and Elices M. *Fracture of model concrete: 1. Types of fracture and crack paths*, Cement and Concrete Research 34, pp. 1441-1450, 2004.
- [3] RILEM 50-FMC Committee. *Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three point bend tests on notched beams*, Materials and Structures, RILEM, Paris, V 18, N° 106, pp. 285-290, 1985.
- [4] Guinea, G. V., Planas, J. and Elices, M. *Measurement of the fracture energy using three-point venid test: Part 1-Influence of experimental procedure*. Materials and Structures, 25, pp. 212-218, 1992.
- [5] Elices, M., Guinea, G. V. and Planas, J. *Measurement of the fracture energy using three-point venid test: Part 3-Influence of cutting the P- δ tail*. Materials and Structures, 25, pp. 327-334, 1992.
- [6] Planas J., Guinea G., Elices M. *"SF-1. Draft test method for flexural strength and elastic modulus of notched concrete beams tested in three-point bending*, Draft Proposal to the Committee of the JCI International Collaboration Project on Size Effect in Concrete Structures, 1994.
- [7] Guinea, G., Planas, J. and Elices, M. *A general bilinear fit for the softening curve of concrete*, Materials and Structures, 27, pp 99-105, 1994.
- [8] C. Rocco, G. Guinea, J. Planas and M. Elices. *Size effect and boundary conditions in the brazilian test: theoretycal analysis*. Materials and Structures. V32, pp-210-217, 1999.
- [9] C. Rocco, G. Guinea, J. Planas and M. Elices. *Size effect and boundary conditions in the brazilian test: experimental validation*. Materials and Structures. V32, pp-210-217, 1999.

COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE HORMIGONES REFRACTARIOS DE CORDIERITA-MULLITA Y LIGA QUÍMICA**C. G. Rocco¹, N.E Hipedinger², A.N. Scian², E.F. Aglietti², M. Elices³**

¹ Área Departamental Construcciones, Facultad de Ingeniería,
Universidad Nacional de La Plata. Calle 48 y 115 s/n, 1900 La Plata, Argentina.
E-mail: claudiorocco@sinectis.com.ar

² Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica (CIC-CONICET-UNLP).
Camino Centenario y 506, C.C. 49, 1897 M.B.Gonnet, Argentina.
E-mail: norahipe@ing.unlp.edu.ar

³ Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
E-mail: melices@mater.upm.es

RESUMEN

En este trabajo se prepararon hormigones refractarios de cordierita-mullita empleando la liga química magnesia-fosfato. Dichos hormigones estaban constituidos por agregados cordieríticos, una matriz de alúmina, microsilice y óxido de magnesio y distintos ligantes (solución de ácido fosfórico, de fosfato de monoaluminio o de fosfato de monoamonio). El fraguado ocurrió a temperatura ambiente en pocos minutos y luego, por calentamiento a 1350 °C, se generó cordierita-mullita. Estos materiales fueron comparados con un hormigón cordierítico similar obtenido por el método tradicional (liga cerámica sin fosfato). La caracterización de estos materiales incluyó medidas de porosidad, densidad, coeficiente de expansión térmica y módulo de elasticidad. El comportamiento en fractura fue evaluado a través de la energía específica de fractura, resistencia a la tracción indirecta y función de ablandamiento, obtenidos a partir de ensayos de fractura estable de probetas entalladas sometidas a flexión en tres puntos y ensayos de compresión diametral. Dichos parámetros fueron determinados en el marco del modelo de fisura cohesiva. Los resultados obtenidos aportan información experimental respecto al comportamiento en fractura de estos hormigones refractarios y permiten describir la influencia del tipo de liga sobre la resistencia a la fisuración del material.

ABSTRACT

In this paper cordierite-mullite refractory concretes were prepared using the magnesia-phosphate chemical bond. Such concretes were constituted by cordieritic aggregates, a matrix of alumina, silica fumed and magnesium oxide, and different bonds (phosphoric acid, monoaluminum phosphate or monoammonium phosphate solutions). The setting occurred at room temperature in few minutes and then, cordierite-mullite was generated for heating at 1350 °C. These materials were compared with a similar cordieritic concrete obtained by traditional method (ceramic bond without phosphate). Materials characterization included measures of porosity, density, thermal expansion coefficient and modulus of elasticity. Fracture behaviour was evaluated through the specific fracture energy, tensile strength and softening function, obtained by stable fracture test from three-point bend notched beams and by splitting test. These parameters were determined within the frame of the cohesive crack model. The obtained results give experimental information regarding to the fracture behavior of these refractory concretes and they allow to describe the type bond influence on the cracking resistance of the material.

PALABRAS CLAVE: Hormigones refractarios, propiedades en fractura, modelo de fisura cohesiva.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales de cordierita ($2\text{MgO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5\text{SiO}_2$), debido a su bajo coeficiente de expansión térmica ($\alpha=1-3 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) y buenas propiedades termomecánicas, son extensamente usados en aplicaciones de alta temperatura donde se requiere buena resistencia al choque térmico, como por ejemplo en recubrimiento y moblaje de hornos, quemadores de gas, soportes de

catalizadores, intercambiadores de calor, bujías, etc. Asimismo, la baja constante dieléctrica y alta resistividad, sumadas a su elevada estabilidad (tanto térmica como química) y menores costos de procesamiento, hacen que la cordierita sea de interés como sustrato en microelectrónica. La relativamente baja resistencia mecánica de la cordierita puede ser mejorada por la presencia de mullita ($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$), formando un material compuesto que permite extender

su uso a temperaturas más elevadas (hasta 1300 °C) sin afectar significativamente su capacidad de soportar cambios bruscos de temperatura. [1-3]. Generalmente estos materiales se obtienen por reacción en estado sólido a alta temperatura, a partir de mezclas de materias primas que contengan silice, magnesia y alúmina en las proporciones adecuadas (óxidos puros, hidróxidos, carbonatos, arcillas, talco).

Por otra parte, los cerámicos químicamente ligados (conocidos como CBC) están siendo de gran aplicación porque pueden ser preparados a baja temperatura aproximándose su resistencia a la de muchos cerámicos tradicionales de alta temperatura. O sea, la liga se produce por reacción química a temperatura ambiente, en oposición a la fusión o sinterizado a elevadas temperaturas. A esta familia pertenece la liga magnesia-fosfato que se forma por la reacción ácido-base entre ciertos compuestos de magnesio y fosfatos generalmente en solución acuosa. Los productos de las reacciones son inicialmente un gel de fosfatos de magnesio hidratados que luego cristalizan parcialmente como fosfatos insolubles. Por lo general presentan un exceso de magnesia, resultando un producto en el cual las partículas de óxido no reaccionadas son embebidas en una matriz de hidratos. Las reacciones de hidratación son exotérmicas y pueden ser controladas por el tipo de magnesia, la concentración de fosfato, la relación magnesia/fosfato y por el uso de diversos tipos y cantidades de retardadores y rellenos. La liga química magnesia-fosfato ha sido principalmente aplicada en cementos (llamados MPC) para reparaciones rápidas de estructuras de hormigón (carreteras, puentes, muelles, pistas de aterrizaje, pisos industriales, sellado de perforaciones, etc.) donde importa que el tiempo fuera de servicio sea el menor posible, horas en vez de días [4-6]. La liga magnesia-fosfato también fue empleada en cementos dentales y en los últimos años para estabilizar y encapsular residuos peligrosos. Debido al alto punto de fusión de varios fosfatos, esta liga también se aplica a materiales cerámicos [7-9].

En este trabajo se prepararon hormigones refractarios de cordierita-mullita empleando la liga química magnesia-fosfato y se caracterizó su comportamiento en fractura. Se presentan resultados de resistencia a la tracción, energía específica de fractura, módulo de elasticidad y parámetros de la función de ablandamiento del material, determinados en el marco del modelo de fisura cohesiva. Los resultados obtenidos se comparan con los de un hormigón cordierítico similar obtenido por el método tradicional (sin fosfato).

2. MODELO DE FISURA COHESIVA

Para caracterizar el comportamiento en fractura de los hormigones estudiados en este trabajo se adoptó el modelo de fisura cohesiva introducido por Hillerborg en la década del '70 y desarrollado por J. Planas y M. Elices [10] en los últimos años. El modelo es en esencia una extensión del modelo clásico de Barenblatt [11], en

el cual la zona de procesos de fractura del hormigón (zona de microfisuración y crecimiento de fisuras) se representa mediante una fisura entre cuyas caras se pueden transferir tensiones, tal como se representa esquemáticamente en la figura 1a. A esta fisura se la denomina fisura cohesiva, y la magnitud de las tensiones σ entre sus caras depende de la apertura w a través de una función denominada función o curva de ablandamiento. Esta curva es una propiedad del material, que se determina experimentalmente y caracteriza su comportamiento en fractura.

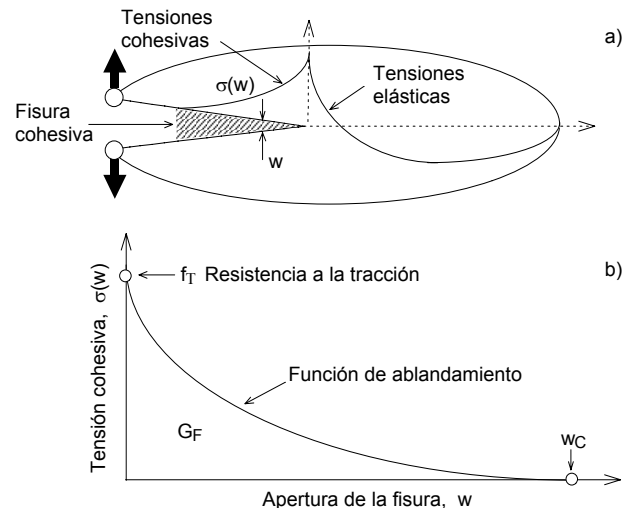


Figura 1. a) Fisura cohesiva y b) Función de ablandamiento

En la figura 1b se muestra una curva de ablandamiento típica para el hormigón donde se puede observar que dos propiedades del material asociadas con dicha curva son la resistencia a la tracción, f_t , y la energía específica de fractura, G_F . Otro valor característico de la función de ablandamiento es la apertura crítica de fisura w_C que representa el valor de la apertura a partir del cual no se pueden transferir tensiones entre las caras de la fisura.

En el caso del hormigón la función de ablandamiento se puede aproximar apropiadamente mediante una función bilineal como la indicada en la figura 2. En la referencia [12] se describe en detalle el procedimiento experimental para la determinación de los cuatro parámetros de la función de ablandamiento bilineal.

Un parámetro propio del modelo, que se define a partir de las propiedades del material, es la longitud característica l_{ch} , que está directamente relacionada con la fragilidad del material y se determina a través de la siguiente expresión:

$$l_{ch} = EG_F/f_t^2 \quad (1)$$

donde E es el módulo de elasticidad, G_F es la energía específica de fractura y f_t es la resistencia a la tracción del material.

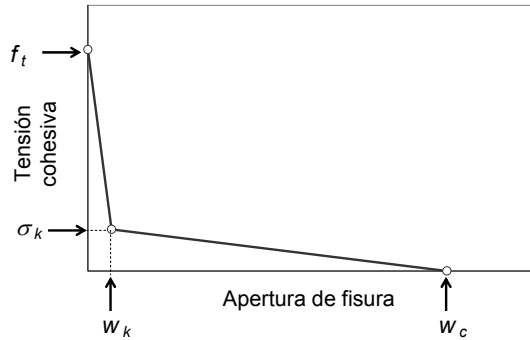


Figura 2. Función de ablandamiento bilineal

3. EXPERIMENTACIÓN

3.1. Materiales

Se prepararon 4 tipos de hormigones con agregados refractarios de cordierita-mullita de adecuada distribución de tamaño de partícula (entre mallas 8 y 50 ASTM), provenientes de material de desecho de la industria cerámica. En todos los hormigones se utilizó la misma proporción de agregados: 60% en peso del total de sólidos. Los hormigones se diferenciaron por la composición de la matriz y el tipo de liga (liga magnesia-fosfato y liga cerámica).

La matriz de los tres hormigones de liga magnesia-fosfato fue diseñada con alúmina calcinada, óxido de magnesio y microsílíce, en proporciones tales de generar cordierita durante el calentamiento (34,8% Al_2O_3 ; 13,8% MgO y 51,4% SiO_2). La alúmina empleada fue Alcan tipo S3G, con un tamaño medio de partícula de 5 μm , superficie específica (BET) de 1 m^2g^{-1} y 0,49% de Na_2O . La magnesia empleada estaba calcinada a muerte y tenía un contenido de MgO de 93,3%, un tamaño de partícula $< 75 \mu\text{m}$, y una superficie específica de 0,35 m^2g^{-1} . La microsílíce empleada fue de Elkem Materials (EMS 965). Los agregados y la matriz fueron mezclados en seco y ligados con distintas soluciones acuosas de ácido fosfórico (H_3PO_4 al 85%, de Cicarelli), de fosfato de monoaluminio ($\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$, densidad 1,48 g cm^{-3} , 100L) o de fosfato de monoamonio ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, 99,3%, de J.T.Baker). Estos hormigones de liga magnesia-fosfato se denominaron Fh, Fal y Fam, respectivamente. La relación molar $\text{MgO}/\text{P}_2\text{O}_5$ empleada en todos los hormigones fosfáticos fue 4,5. La pasta obtenida fue rápidamente mezclada en una mezcladora tipo Hobart durante 2 minutos, vertida en moldes metálicos de 25x25x150 mm y vibrada 1 minuto. Las probetas desmoldadas permanecieron 24 horas al aire a temperatura ambiente, luego se secaron a 110 $^\circ\text{C}$ durante 24 horas y se calcinaron a 1350 $^\circ\text{C}$ durante 2 horas en horno eléctrico y atmósfera de aire.

El hormigón obtenido por el método tradicional (liga cerámica), denominado Hc, fue preparado con una matriz compuesta por 24,6% de Al_2O_3 (Alcan S3G),

34,6% de caolín (Tincar Super de Piedra Grande, Argentina) y 40,8% de talco (chino, $< 44 \mu\text{m}$). Estos sólidos fueron mezclados con agua y vertidos en moldes de yeso de 25x25x150 mm. Las probetas fueron desmoldadas a las 24 horas y sometidas al mismo tratamiento de secado y calcinación que los hormigones fosfáticos.

3.2. Ensayos

Para determinar los parámetros de fractura se realizaron ensayos estables de flexión en tres puntos y ensayos de compresión diametral.

Los ensayos de flexión se realizaron sobre probetas prismáticas de 25x25x150 $\pm 0,5$ mm entalladas en correspondencia con el plano de aplicación de la carga con una profundidad de entalla de 6,5 $\pm 0,3$ mm. Las entallas se fabricaron mediante corte con un hilo diamantado de 0,2 mm de espesor. Los ensayos se realizaron en una máquina Instron en control de apertura de entalla siguiendo la recomendación RILEM TC-50 [13] y con las modificaciones propuestas en [14, 15]. La velocidad de ensayo fue de 5 $\mu\text{m min}^{-1}$ y durante el mismo se realizó un registro continuo de la carga, del desplazamiento relativo del punto de aplicación de la carga y de la apertura de la entalla en correspondencia con el canto inferior de la probeta, CMOD. Las probetas se ensayaron con compensación del peso propio y para cada tipo de hormigón se ensayaron 4 probetas.

Los ensayos de compresión diametral se realizaron sobre probetas cúbicas de 25 $\pm 0,5$ mm obtenidas mediante corte con disco diamantado a partir de las mitades resultantes de las probetas ensayadas a flexión. Los ensayos se realizaron con una velocidad de aplicación de la carga de 2 MPa min^{-1} , siguiendo los lineamientos de la norma ASTM C496 excepto por el tipo y tamaño de la probeta. Para la aplicación de la carga, teniendo en cuenta las recomendaciones propuestas en [16,17], se adoptó un ancho de apoyo relativo igual al 8% de la altura de la probeta. Para cada tipo de hormigón se ensayaron 4 probetas.

Complementariamente se realizaron determinaciones del módulo de elasticidad dinámico con las mitades de las probetas resultantes del ensayo de flexión en tres puntos, usando el método de frecuencia de resonancia (equipo Grindo Sonic, modelo MK5). La porosidad abierta se determinó por el método de inmersión en agua (ASTM C20). El coeficiente de expansión térmica se midió en un dilatómetro Netzsch a 5 $^\circ\text{C min}^{-1}$ sobre probetas de 10x10x50 mm.

4. RESULTADOS DE ENSAYOS

4.1. Propiedades físicas

En la tabla 1 se muestran resultados de ensayos de caracterización de propiedades físicas de los

hormigones estudiados. Se incluyen valores de porosidad abierta, densidad aparente y coeficiente de expansión térmica determinado entre 25 y 1000 °C.

Tabla 1. Propiedades físicas

Material	Densidad aparente g cm^{-3}	Porosidad abierta %	Coef. de expansión térmica $^{\circ}\text{C}^{-1} \times 10^6$
Hc	1,8	32,4	1,3
Fam	1,7	29,7	2,3
Fh	1,7	29,4	0,9
Fal	1,8	29,4	1,0

4.2. Propiedades Mecánicas y de Fractura

En la tabla 2 se indican los resultados de las propiedades mecánicas y de fractura de los cuatro hormigones ensayados. En la misma se incluyen los valores promedio de módulo de elasticidad dinámico, E_D , y estático, E_S , energía específica de fractura, G_F y resistencia a la tracción indirecta, f_{st} , correspondientes al ensayo de cuatro probetas. En la tabla se incluye además el rango de variación de los resultados obtenidos a partir de los valores extremos medidos en cada ensayo. Los valores de módulo de elasticidad estático se determinaron a partir de la pendiente inicial de la curva carga-CMOD de las probetas ensayadas a flexión, siguiendo la recomendación [18].

Tabla 2. Propiedades mecánicas y de fractura

Material	E_D , GPa		E_S , GPa		G_F , N m^{-1}		f_{st} , MPa	
	Valor medio	+ -	Valor medio	+ -	Valor medio	+ -	Valor medio	+ -
Hc	22,8	0,6 0,8	23,2	0,5 0,9	58,0	3,5 3,5	4,5	0,6 0,5
Fam	26,4	0,7 0,8	25,3	0,5 1,5	61,3	5,8 8,8	5,7	0,2 0,7
Fh	31,3	0,2 0,6	32,6	0,9 0,9	70,0	3,7 5,0	6,4	0,9 0,5
Fal	30,3	1,4 1,4	30,6	1,5 1,0	67,2	7,0 5,2	6,4	0,2 0,3

Respecto a la longitud característica, determinada según la expresión (1), los hormigones fosfáticos presentaron valores comprendidos entre 48 y 56 mm mientras que el hormigón refractario presentó un valor de 66 mm.

En la tabla 3 se indican los resultados de los parámetros de la función de ablandamiento bilineal de los cuatro hormigones ensayados. En la misma se incluyen los valores promedio de la resistencia a la tracción, f_t , las coordenadas del punto de quiebre, σ_k y w_k , y el valor crítico de la apertura de fisura, w_c , correspondientes al ensayo de cuatro probetas. Los parámetros fueron calculados siguiendo el procedimiento general descrito

en [12]. Como valor de la resistencia a la tracción se adoptó el valor de la resistencia a la tracción indirecta. Según [16,17], se puede asumir que con el ancho de apoyo utilizado en los ensayos de tracción indirecta, los valores obtenidos se aproximan a los de tracción directa. Al igual que en la tabla anterior, se incluye el rango de variación de los resultados obtenidos.

Tabla 3. Parámetros de la función de ablandamiento bilineal

Material	f_t , MPa		σ_k , MPa		w_k , μm		w_c , μm	
	Valor medio	+ -	Valor medio	+ -	Valor medio	+ -	Valor medio	+ -
Hc	4,5	0,6 0,5	0,73	0,15 0,15	9,6	0,8 1,1	110	15 14
Fam	5,7	0,2 0,7	1,12	0,10 0,08	2,6	0,5 0,3	97	15 16
Fh	6,4	0,9 0,5	1,24	0,05 0,09	6,4	1,4 0,7	81	9 9
Fal	6,4	0,2 0,3	1,17	0,16 0,18	6,0	1,2 1,0	84	17 12

5. ANALISIS DE RESULTADOS

En los diagramas de barras de las figuras 3 a 5 se muestran para los diferentes hormigones, los valores medios de la resistencia a la tracción indirecta, f_{st} , la energía específica de fractura, G_F y el módulo de elasticidad estático, E_S , medidos en los ensayos. Se incluye en las figuras las barras de error correspondiente al rango de variación de los resultados individuales de ensayo.

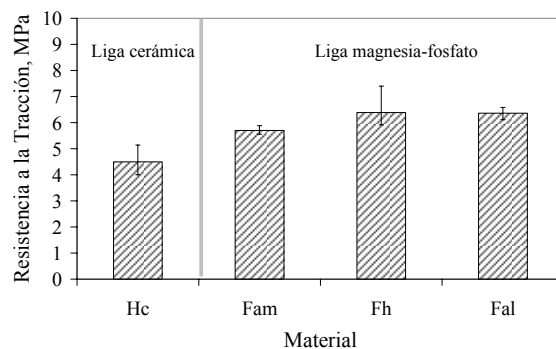


Figura 3. Resistencia a la tracción indirecta

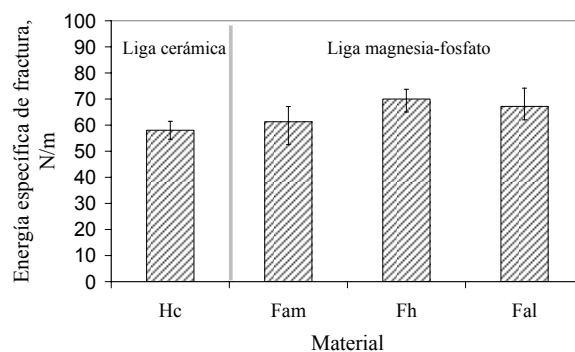


Figura 4. Energía específica de fractura

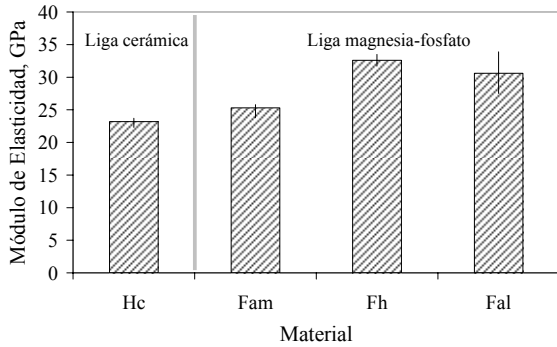


Figura 5. Módulo de elasticidad estático

Como se puede observar en las figuras los hormigones preparados con liga magnesia-fosfato presentaron valores que se encuentran por encima del hormigón de liga cerámica. En particular, en los hormigones Fh y Fal (liga ácido fosfórico y liga fosfato de mono-aluminio respectivamente) los valores de f_{st} , G_F y E_S se encuentran alrededor de un 42%, 18% y 35%, respectivamente, por encima del valor de referencia del hormigón de liga cerámica.

Respecto a los resultados de módulo de elasticidad dinámico, los resultados medidos resultaron similares a los valores estáticos determinados a partir de las curvas carga-CMOD de los ensayos de fractura. En la figura 6 se muestra la correlación entre ambos módulos de elasticidad en donde se puede observar una muy buena correspondencia. En la figura se han incluido las barras de error obtenidas a partir de los valores extremos de los resultados individuales del ensayo.

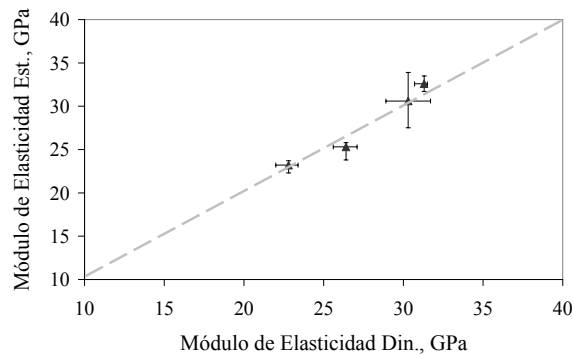


Figura 6. Correspondencia entre módulo de elasticidad estático y dinámico

En la figura 7 se muestran las funciones de ablandamiento que representan el comportamiento medio de los 4 hormigones ensayados. Los valores correspondientes a los parámetros característicos de dichas curvas se indicaron en la tabla 3. Como se puede observar en la figura, los hormigones presentaron en general un comportamiento en fractura similar con valores de apertura crítica de fisura, w_c , que se incrementan a medida que disminuye la resistencia a la tracción. Este comportamiento, característico en otros materiales casi-frágiles como el hormigón y las rocas, se puede observar en la figura 8 donde se representan los

valores de la apertura crítica de fisura en función de la resistencia a la tracción. Como se puede observar existe una correspondencia lineal entre ambas propiedades.

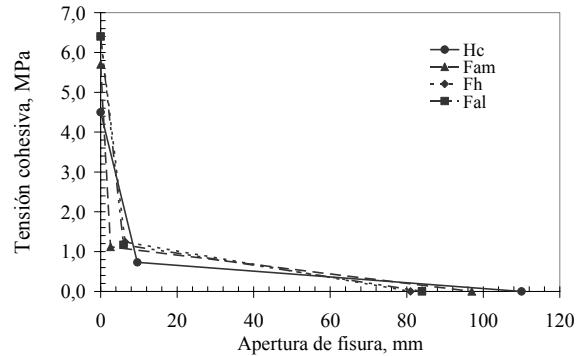


Figura 7. Funciones de ablandamiento

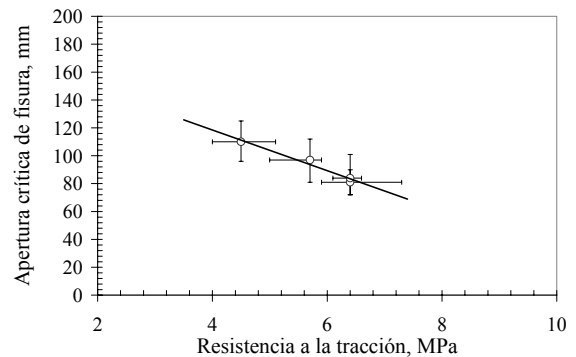


Figura 8. Variación de la apertura crítica de fisura en función de la resistencia a la tracción

En la figura 9 se muestran las mismas curvas de ablandamiento de la figura 7, adimensionalizadas a partir de la energía específica de fractura y la resistencia a la tracción según se indica en (2). En la figura se incluye, en línea de trazo grueso, la curva que representa el comportamiento medio de todos los hormigones. Como se puede observar la curva de ablandamiento adimensional de todos los hormigones resulta similar y puede ser representada por una única curva.

$$\sigma^* = \sigma / f_t \quad \text{y} \quad w^* = w f_t / G_F \quad (2)$$

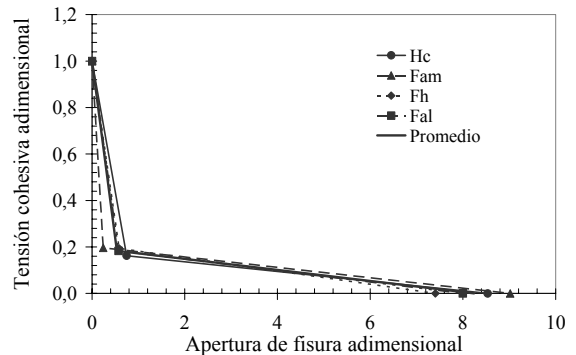


Figura 9. Funciones de ablandamiento adimensional

6. CONCLUSIONES

A partir de los resultados de los ensayos se pueden establecer para los hormigones estudiados las siguientes conclusiones:

- ✓ El trabajo aporta resultados de parámetros de fractura a partir de los cuales se puede caracterizar el comportamiento de hormigones refractarios de cordierita-mulita y liga magnesia-fosfato frente a procesos de propagación de fisuras.
- ✓ Respecto a los valores de resistencia a la tracción, energía específica de fractura y módulo de elasticidad, los hormigones de liga magnesia-fosfato presentaron valores superiores al hormigón de liga cerámica obtenido mediante el método tradicional. Los incrementos respectivos, medidos en las mencionadas propiedades, fueron alrededor de 42%, 18% y 35%.
- ✓ Según los valores de longitud característica, los hormigones con liga fosfática presentaron una mayor fragilidad que el hormigón de liga cerámica.
- ✓ Independientemente del tipo de liga, todos los hormigones presentaron una función de ablandamiento adimensional similar, indicativo de un similar mecanismo de fractura.

REFERENCIAS

- [1] Mussler B., Shafer M. *Preparation and properties of mullite-cordierite composites*, American Ceramic Society Bulletin 63, pp.705-710, 1984.
- [2] Grosjean P. *Cordierite ceramics*, Interceram 42, pp.11-15, 1993.
- [3] Ebadzadeh T., Lee W. *Processing-microstructure-property relations in mullite-cordierite composites*, Journal of the European Ceramic Society 18, pp.837-848, 1998.
- [4] Sharp J., Winbow H. *Magnesia-Phosphate Cements*, Cement Research Progress, American Ceramic Society, P.W. Brown ed., pp.233-264, 1989.
- [5] Popovics S., Rajendran N., Penko M. *Rapid hardening cements for repair of concrete*, ACI Materials Journal 84, pp.64-73, 1987.
- [6] Abdelrazig B., Sharp J. *Phase changes on heating ammonium magnesium phosphate hydrates*, Thermochemica Acta 129, pp.197-215, 1988.
- [7] Cassidy J. *Phosphate bonding then and now*, American Ceramic Society Bulletin 56, pp.640-643, 1977.
- [8] Hipedinger N., Scian A., Aglietti E. *Magnesia-phosphate bond for cold-setting cordierite based refractories*, Cement and Concrete Research 32, pp.675-682, 2002.
- [9] Hipedinger N., Scian A., Aglietti E. *Magnesia-ammonium phosphate-bonded cordierite refractory castables: Phase evolution on heating and mechanical properties*, Cement and Concrete Research 34, pp.157-164, 2004.
- [10] Planas J., Elices M. *Nonlinear fracture of cohesive materials*, International Journal of Fracture 51, pp.139-157, 1991.
- [11] Barenblatt G. *The mathematical theory of equilibrium crack in brittle fracture*, Advance Applied Mechanics 7, pp.55-129, 1962.
- [12] Guinea G., Planas J., Elices M. *A general bilinear fit for the softening curve of concrete*, Materials and Structures 27, pp.99-105, 1994.
- [13] RILEM 50-FMC Committee. *Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three point bend tests on notched beams*, Materials and Structures, RILEM, Paris, V.18, N°106, pp.85-290, 1985.
- [14] Guinea G., Planas J., Elices M. *Measurement of the fracture energy using three-point bend test: Part 1- Influence of experimental procedure*, Materials and Structures 25, pp.212-218, 1992.
- [15] Elices M., Guinea G., Planas J. *Measurement of the fracture energy using three-point bend test: Part 3- Influence of cutting the P- δ tail*, Materials and Structures 25, pp.327-334, 1992.
- [16] Rocco C., Guinea G., Planas J., Elices M. *Size effect and boundary conditions in the brazilian test: theoretical analysis*, Materials and Structures 32, pp.210-217, 1999.
- [17] Rocco C., Guinea G., Planas J., Elices M. *Review of the splitting-test standards from a fracture mechanics point of view*, Cement and Concrete Research 31, pp.73-82, 2001.
- [18] Planas J., Guinea G., Elices M. *"SF-1. Draft test method for flexural strength and elastic modulus of notched concrete beams tested in three-point bending*, Draft Proposal to the Committee of the JCI International Collaboration Project on Size Effect in Concrete Structures, 1994.

MODELO ANALÍTICO PARA ESTUDIAR EL FALLO POR COMPRESIÓN EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN ARMADO. APLICACIÓN DEL *BRIDGED CRACK MODEL*

A. Carpinteri¹, J. R. Carmona² y G. Ventura¹

¹Dept. Structural and Geotechnical Engineering,
Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi, 24,
10129 Torino, Italia.

²E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad de Castilla la Mancha
Avenida Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real
E-mail: jacinto.ruiz@uclm.es
Tfno: 926 29 53 00 Ext. 3276. Fax: 926 29 53 91

RESUMEN

El bridge crack model fue desarrollado para la modelación del comportamiento en flexión de elementos de hormigón armado utilizando herramientas de Mecánica de Fractura Elástica Lineal. Posteriormente la propagación de fisuras en modo mixto y el fallo por tracción diagonal (cortante) también fue analizado con este método. En la presente ponencia el modelo se extiende para poder reproducir el fallo por compresiones excesivas en la parte superior de la sección de un elemento de hormigón armado sometido a flexión. Proponemos una formulación compatible con la propuesta para modelar el fallo por flexión. De esta forma los dos fallos quedan encuadrados dentro del mismo marco teórico. El modelo permite comparar la carga necesaria para cada tipo de fallo, pudiéndose determinar tanto la carga última como el tipo de fallo del elemento. Los resultados obtenidos con el modelo pueden ayudar a una mejor comprensión de los mecanismos de fallo y transiciones entre éstos, en elementos de hormigón armado sin cercos.

ABSTRACT

The bridged crack model has been developed for modelling the flexural behaviour of reinforced concrete beams and related size effects explaining brittle-ductile-brittle failures modes transitions. In the present paper the model is extended to compression failure modelling, introducing a given shape functions to determine the stress at the top of the beam. The proposed formulation reproduces the pure Mode I, so that the flexural and compression failure modes can be immediately compared to detect which one dominates and determine the relevant failure load. The model is analyzed by varying the governing non-dimensional parameters. The mutual transitions between different collapse mechanics can be predicted. The model may help to understand the failure transitions in reinforced concrete elements without stirrups.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Métodos analíticos y numéricos.

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

1. INTRODUCCIÓN

El denominado bridged crack model [1, 2] fue originalmente propuesto para el estudio de elementos de hormigón armado por medio de un análisis basado en conceptos de Mecánica de Fractura Elástica y Lineal (*LEFM*). El efecto de tamaño y las transiciones entre fallos frágiles y dúctiles son fácilmente analizados con este modelo, con especial atención a los problemas de cuantía mínima mecánica. Posteriormente se introdujo en el modelo la acción de tensiones cohesivas en la zona del fondo de fisura durante la propagación de la misma [3]. Recientemente, el modelo ha sido extendido para analizar la rotura por compresión mediante *LEFM* con una metodología similar a la seguida en el modelo original [4]. El progreso de fisuras de cortante (modo mixto) y el fallo por tracción diagonal también ha sido analizado utilizando esta metodología [5].

En este artículo presentamos un análisis conjunto del fallo por compresiones excesivas y del fallo por flexión. Estudiamos el comportamiento de una viga sin cercos sometida a flexión en tres puntos, usando conceptos aplicados en el ya mencionado "bridged crack model". Consideraremos el estudio clásico del progreso de una fisura en el centro de vano comparando la carga necesaria para que se produzca el crecimiento de la fisura con la carga necesaria para que se produzca el fallo por compresión. Asumimos que únicamente se propagará una fisura en modo I en el centro de vano. El objeto del estudio es mostrar como el comportamiento a flexión de una sección de hormigón armado puede ser estudiado teóricamente desde el punto de la mecánica de la fractura y como este punto de vista puede enriquecer el conocimiento sobre los mecanismos resistentes y los tipos de fallo.

2. MODELADO DEL PROCESO DE FRACTURA DE UNA FISURA EN FLEXIÓN

El brige crack model es aplicado para determinar la carga que provoca el crecimiento de una fisura que progresa a través de un elemento de hormigón armado. El modelo se basa en la aplicación de conceptos sencillos de mecánica de fractura elástica lineal, mediante la comparación del factor de intensidad de tensiones K_I para la geometría y condiciones de carga expuestas en la Fig. 1 con la tenacidad del hormigón K_{IC} .

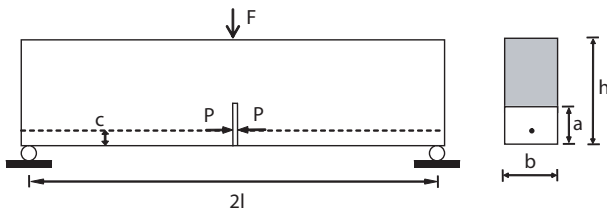


Figura 1: Geometría del elemento fisurado.

En la Fig. 1 mostramos el elemento modelado. Únicamente se considerará el progreso de una fisura vertical en el centro de vano. La viga tiene un canto h , un ancho b y una luz entre apoyos igual a $2l$, siendo l la denominada luz de cortante (distancia horizontal entre la carga y el apoyo). La profundidad de la fisura viene representada por la letra a y el recubrimiento de las barras de acero por la letra c . Todas estas dimensiones geométricas pueden ser transformadas en una cuantías adimensionales dividiendo por el canto h . De este modo definimos: $\xi = \frac{a}{h}$ como la profundidad relativa de la fisura adimensionalizada y $\zeta = \frac{c}{h}$ como el recubrimiento expresado en forma adimensional; estos parámetros tienen un valor comprendido entre 0 y 1. También consideraremos otro parámetro adicional que nos define la esbeltez del elemento $\lambda_l = \frac{l}{h}$.

El comportamiento del acero de las barras es considerado como rígido plástico sin límite de deformación tras alcanzarse el límite elástico. La máxima tensión que podrá soportar el refuerzo es igual a $P_P = A_s \sigma_y$ siendo A_s el área de acero y σ_y el máximo entre el límite elástico o la tensión que produce el deslizamiento de las barras.

El factor de intensidad de tensiones K_I es igual a la suma del factor de intensidad de tensiones debido al cortante, K_{IV} , generado por la carga exterior F y del factor de intensidad de tensiones debido a la reacción al armado, K_{IP} . La siguiente ecuación de equilibrio es definida:

$$K_{IC} = K_I = K_{IV} - K_{IP} \quad (1)$$

el valor de K_{IC} en la Eq. (1) puede ser determinado mediante las recomendaciones dadas por la RILEM [6, 7].

El factor de intensidad de tensiones K_{IV} se deduce a partir del factor de intensidad de tensiones de una fisura que progresa cuando actúa un momento flector K_{IM} , véase la referencia [5]. La expresión que define K_{IV} es:

$$K_{IV} = K_{IM} = \frac{Vl}{h^{\frac{3}{2}}b} Y_M(\xi) = \frac{V}{h^{\frac{1}{2}}b} Y_M(\zeta, \xi) \lambda_l \quad (2)$$

M es el momento flector en la sección bajo el punto de aplicación de la carga y V es el cortante o reacción en el apoyo. Por otra parte el factor de intensidad de tensiones K_{IP} debido a la aplicación de la reacción, P , producida por el refuerzo viene dado por la expresión:

$$K_{IP} = \frac{P}{h^{\frac{1}{2}}b} Y_P(\zeta, \xi) \quad (3)$$

Las funciones de forma $Y_M(\xi)$ e $Y_P(\zeta, \xi)$ pueden encontrarse en la referencia [8] o en manuales de mecánica de fractura [9].

Si definimos la cuantía de armado como $\rho = \frac{A_s}{bh}$ y w como la apertura de fisura en la posición del armado, podemos escribir los siguientes parámetros adimensionales:

$$N_P = \frac{\sigma_y h^{\frac{1}{2}}}{K_{IC}} \rho; \quad \tilde{w} = \frac{wE}{K_{IC} h^{\frac{1}{2}}} \quad (4)$$

donde N_P es definido como un número de fragilidad para el fallo por flexión en vigas de hormigón armado y E es el modulo de elasticidad del hormigón. Sustituyendo los factores de intensidad de tensiones K_{IV} y K_{IP} en la Eq. (1) por sus expresiones definidas en las Eqs. (2) y (3), obtenemos:

$$\tilde{V}_F = \frac{1}{\lambda_l Y_M(\xi)} \left[1 + N_P \tilde{P} Y_P(\zeta, \xi) \right] \quad (5)$$

donde,

$$\tilde{V}_F = \frac{V_F}{K_{IC} h^{\frac{1}{2}}b}; \quad \tilde{P} = \frac{P}{P_P} = \frac{\sigma_s}{\sigma_y} \quad (6)$$

La Eq. (5) nos da el cortante o reacción en el apoyo V_F durante el progreso de la fisura como función de la tensión en la barra de acero σ_s . Tanto el cortante como la reacción del armado han sido adimensionalizados. En el caso del cortante la expresión de éste en forma adimensionalizada, \tilde{V}_F es expuesta en la Eq. (6). La reacción del armado es adimensionalizada dividiendo su valor por el máximo posible P_P , de esta forma el rango de variación del parámetro \tilde{P} está comprendido entre 0 y 1.

Para hallar el valor de la tracción o reacción en el refuerzo, \tilde{P} , tenemos que imponer una ecuación de compatibilidad. En este caso se va a realizar en función de la apertura de fisura \tilde{w} a la altura del refuerzo. La apertura de la fisura

es determinada como la suma de la contribución debida a la carga exterior \tilde{V}_F y a la tracción del refuerzo \tilde{P} [2, 5]:

$$\tilde{w} = \tilde{w}_V - \tilde{w}_P = 2\lambda_l \tilde{V}_F \int_{\zeta}^{\xi} Y_M(z) Y_P(\zeta, z) dz - 2N_P \tilde{P} \int_{\zeta}^{\xi} Y_P^2(\zeta, z) dz \quad (7)$$

La apertura de la fisura va a ser nula hasta que el acero plastifique o deslice, es decir hasta que la tensión en el mismo alcance el valor σ_y . Imponiendo que $w = 0$, la reacción del refuerzo \tilde{P} queda determinada en función del cortante en la Eq. (7) para el caso del acero sin plastificar.

En el caso de que el acero esté plastificado la reacción transmitida por el mismo es igual a $P_P = \sigma_y A_s$. El valor de la reacción en su forma adimensionalizada, \tilde{P} , es igual a 1. Sustituyendo en la Eq. (5) obtenemos que:

$$\tilde{V}_F = \frac{1}{\lambda_l Y_M(\xi)} \left[1 + N_P Y_P(\zeta, \xi) \right] \quad \text{para } \tilde{V}_F \geq \tilde{V}_P \quad (8)$$

\tilde{V}_P es el cortante o reacción necesaria para que el refuerzo alcance su límite elástico [2]. En el caso de que el acero se encuentre en la zona elástica la carga durante el proceso de fractura viene definida por:

$$\tilde{V}_F = \frac{1}{\lambda_l \left[Y_M(\xi) - \frac{Y_P(\zeta, \xi)}{r''(\zeta, \xi)} \right]} \quad \text{para } \tilde{V}_F < \tilde{V}_P \quad (9)$$

donde

$$r''(\zeta, \xi) = \frac{\int_{\zeta}^{\xi} Y_P^2(\zeta, z) dz}{\int_{\zeta}^{\xi} Y_M(z) Y_P(\zeta, z) dz} \quad (10)$$

3. MODELACIÓN DEL FALLO POR COMPRESIÓN

El problema del fallo por compresión en la parte superior del elemento es analizado evaluando las tensiones de compresión en la fibra superior de un elemento fisurado. La evaluación de la tensión en la fibra superior de la viga se basa en expresar el estado tensional como la suma de la contribución debida la fuerza exterior, representada por el cortante, más la componente debida al refuerzo, representada por unas fuerzas, P situadas en la posición de

éste. La metodología seguida es similar al caso anterior, de esta forma ambos modelos pueden encuadrarse dentro de una mismo marco teórico, obteniendo resultados comparables entre sí.

$$\sigma_c = \sigma_c^V + \sigma_c^P \quad (11)$$

El fallo por compresión se producirá cuando el valor de la tensión en la fibra superior, σ_c sea igual a la resistencia a compresión del hormigón, σ_{cu} , que es considerada una propiedad del mismo.

Para evaluar las tensiones vamos a definir dos funciones de forma, independientes del tamaño, $Y_{\sigma}^M(\xi)$ y $Y_{\sigma}^P(\zeta, \xi)$ que nos van a permitir determinar las contribuciones a la tensión en la la parte superior de la viga de la carga exterior y del refuerzo. Las siguientes relaciones son propuestas:

$$\sigma_c^V = \frac{M}{bh^2} Y_{\sigma}^M(\xi) = \frac{Vl}{bh^2} Y_{\sigma}^M(\xi) = \lambda_1 \frac{V}{bh} Y_{\sigma}^M(\xi) \quad (12)$$

$$\sigma_c^P = -\frac{P}{bh} Y_{\sigma}^P(\zeta, \xi) \quad (13)$$

La determinación de las funciones $Y_{\sigma}^M(\xi)$ y $Y_{\sigma}^P(\zeta, \xi)$ se ha llevado a cabo realizando una serie de regresiones no lineales con las tensiones obtenidas para diferentes profundidades de fisura en cada una de las contribuciones a la tensión en la fibra superior [4]. Las tensiones se determinaron para una sección de canto unidad mediante cálculos elásticos lineales resueltos con el método de los elementos finitos. El fondo de fisura fue representado con un elemento cuártico isoparamétrico. El progreso de la fisura es vertical y esta situada bajo el punto de aplicación de la carga. Una vez determinadas las funciones $Y_{\sigma}^M(\xi)$ y $Y_{\sigma}^P(\zeta, \xi)$ sustituyendo las Eqs. (12) y (13) en la Eq. (11) obtenemos:

$$\sigma_c = \lambda_l \frac{V}{bh} Y_{\sigma}^V(\xi) - \frac{P}{bh} Y_{\sigma}^P(\zeta, \xi) \quad (14)$$

Asumimos que el fallo se produce cuando σ_c es igual a σ_{cu} . Bajo esta condición podemos hallar el cortante necesario para provocar el fallo del elemento para cada una de las profundidades de fisura ξ . Expresando la Eq. (14) en forma adimensional al multiplicar ambos términos por $h^{\frac{1}{2}}/K_{IC}$ y usando las relaciones definidas en las Eqs.(4) y (6) definimos:

$$\frac{\sigma_{cu} h^{\frac{1}{2}}}{K_{IC}} = \tilde{V} \lambda_l Y_{\sigma}^{Mc}(\xi) - N_P \tilde{P} Y_{\sigma}^P(\zeta, \xi) \quad (15)$$

De igual forma que en el análisis de la propagación y el fallo por flexión habíamos definido un número de fragilidad N_P , para el fallo por compresión es definido el siguiente número de fragilidad:

$$N_C = \frac{\sigma_{cu} h^{\frac{1}{2}}}{K_{IC}} \quad (16)$$

El cortante expresado en forma adimensional, \tilde{V}_C para que se produzca el fallo por compresión para cada profundidad relativa de fisura ξ , viene dado por la expresión:

$$\tilde{V}_C = \frac{1}{\lambda_l Y_\sigma^M(\xi)} \left[N_C + N_P \tilde{P} Y_\sigma^P(\zeta, \xi) \right] \quad (17)$$

El valor de la reacción en el armado en la Eq. (17), \tilde{P} , viene dado por el proceso de propagación de la fisura. Si el acero ha plastificado, $\tilde{P}=1$, podemos reescribir la Eq. (17) de la siguiente forma:

$$\tilde{V}_C = \frac{1}{\lambda_l Y_\sigma^M(\xi)} \left[N_C + N_P Y_\sigma^P(\zeta, \xi) \right] \quad \text{para } \tilde{V}_F \geq \tilde{V}_P \quad (18)$$

En el caso en el que el acero este en régimen elástico y utilizando las expresiones obtenidas en la sección anterior obtenemos:

$$\tilde{V}_C = \frac{1}{\lambda_l Y_\sigma^M(\xi)} \left[N_C + \frac{Y_\sigma^P(\zeta, \xi)}{[Y_M(\xi)r''(\zeta, \xi) - Y_P(\zeta, \xi)]} \right] \quad \text{para } \tilde{V}_F < \tilde{V}_P \quad (19)$$

El cortante de forma adimensional que provoca para una cierta profundidad de fisura el fallo por compresión, $\sigma_c = \sigma_{cu}$, en la parte superior de la viga es calculado mediante las Eqs. (18) y (19). En la Sección 2 habíamos evaluado el cortante necesario para que se produzca la propagación de la fisura. El fallo del elemento por compresión quedará definido en aquel punto en el que la carga para provocar el fallo por compresión sea igual a la carga durante el proceso de propagación de la fisura, de esta forma obtenemos:

Para $\tilde{V}_C = \tilde{V}_F \geq \tilde{V}_P$:

$$\frac{1}{Y_\sigma^M(\xi)} \left[N_C + N_P Y_\sigma^P(\zeta, \xi) \right] = \frac{1}{Y_M(\xi)} \left[1 + N_P Y_P(\zeta, \xi) \right] \quad (20)$$

y para $\tilde{V}_C = \tilde{V}_F < \tilde{V}_P$:

$$\frac{1}{\lambda_l Y_\sigma^M(\xi)} \left[N_C + \frac{Y_\sigma^P(\zeta, \xi)}{[Y_M(\xi)r''(\zeta, \xi) - Y_P(\zeta, \xi)]} \right] = \frac{1}{[Y_M(\xi) - \frac{Y_P(\zeta, \xi)}{r''(\zeta, \xi)}]} \quad (21)$$

Las Eqs. (20) y (21) pueden ser gráficamente representadas en unos diagramas profundidad de fisura adimensionalizada ξ frente al cortante también en forma adimensional, \tilde{V}_F . El fallo se producirá cuando la curva que define el cortante para fallo por compresión interseccione la curva que define la carga necesaria para la propagación. Este concepto es mostrado de forma gráfica en la siguiente sección.

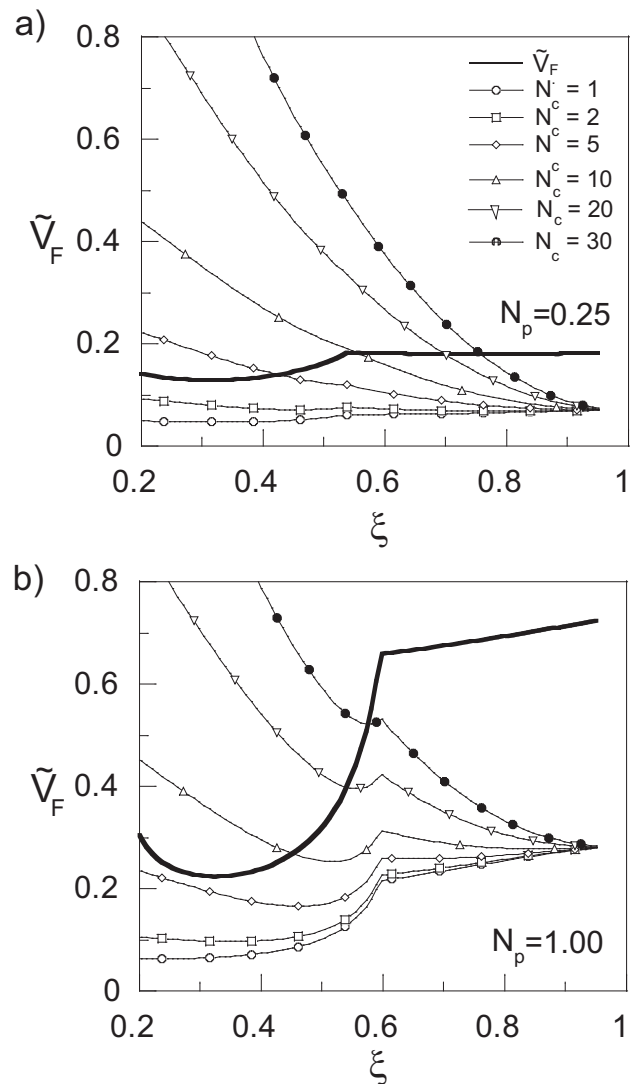


Figura 2: Influencia de N_C en la carga (cortante) como función de la profundidad de fisura ξ para una esbeltez $\lambda_l=3$: (a) $N_P=0.25$; (b) $N_P=1.0$

4. INTERPRETACIÓN GRÁFICA DEL FALLO POR COMPRESIÓN

Tal y como hemos introducido en las Secciones anteriores el fallo por compresión es dependiente de la resistencia a compresión del hormigón y de las variables que intervienen en el propio proceso de fisuración. Dada una profundidad de fisura, ξ hemos propuesto un modelo con el que podemos evaluar el cortante que produce el fallo por compresión \tilde{V}_C y el cortante necesario para que se produzca la propagación de la fisura, \tilde{V}_F . Las características geométricas y mecánicas del elemento de hormigón quedan descritas por los números de fragilidad N_C y N_P y por la esbeltez λ_l . Dibujando las curvas definidas por las Eqs. 18 y 19 para unos diferentes valores de N_C y observando donde cortan a la curva definida por las Eqs. 8 y 9, $\tilde{V}_F = \tilde{V}_C$, podemos determinar la profundidad de fisura a la que se produce el fallo por compresión, la carga a la que se produce y si éste tiene lugar antes o después de que plastifique o deslice el refuerzo. En este trabajo hemos supuesto que el fallo por compresión ocurre en la sección central, bajo el punto de carga. Este concepto se puede aplicar a cualquier otra fisura, no obstante por facilitar la comprensión del modelo nos vamos a restringir a la sección bajo el punto de carga.

En la Fig. 2a la línea con trazo más grueso representa el cortante adimensionalizado \tilde{V}_F necesario para que la fisura situada en el centro de vano progrese. El elemento modelado está definido por $N_P=0.25$ y $\lambda_l=3.0$. Las curvas con trazo más fino representan el cortante adimensional para que se produzca el fallo por compresión para diferentes valores de N_C . Debido a la utilización de mecánica de fractura elástica lineal las curvas presentan dos singularidades una al inicio de la propagación $\xi=0$ y otra al atravesar la fisura el armado $\xi=0.1$. Por ello tomamos como válida la parte de las curvas que se encuentra a partir de una profundidad de fisura de $\xi=0.1$. La aplicación de mecánica de fractura elástica lineal no permite el estudio de fallos asociados a una iniciación de un proceso de fisuración ya que se necesita que exista la fisura de forma discreta.

En la Fig. 2a observamos que si N_C es menor de 2 el proceso de fractura no llega a iniciarse ya que la carga necesaria para que se produzca el progreso de la fisura es mayor que la necesaria para que se produzca el fallo por compresión. Para un valor de $N_C=5$, el punto de corte, $\xi \approx 0.43$, se produce antes de la plastificación del acero. Si aumentamos N_C hasta un valor de 10, observamos que simultáneamente para $\xi \approx 0.5$, se produce el fallo por plastificación y por rotura a compresión. Tras este punto vemos como las curvas más finas, $N_C=20$ y $N_C=30$ intersectan con la que define la carga de propagación para profundidades de fisura mayores, aunque la carga de fallo se mantiene prácticamente constante. Con este ejemplo Fig. 2a, vemos como aumentar la calidad del hormigón, traducida en un aumento de N_C , una vez producido el fallo por flexión no mejora sensiblemente la capacidad portante del elemento.

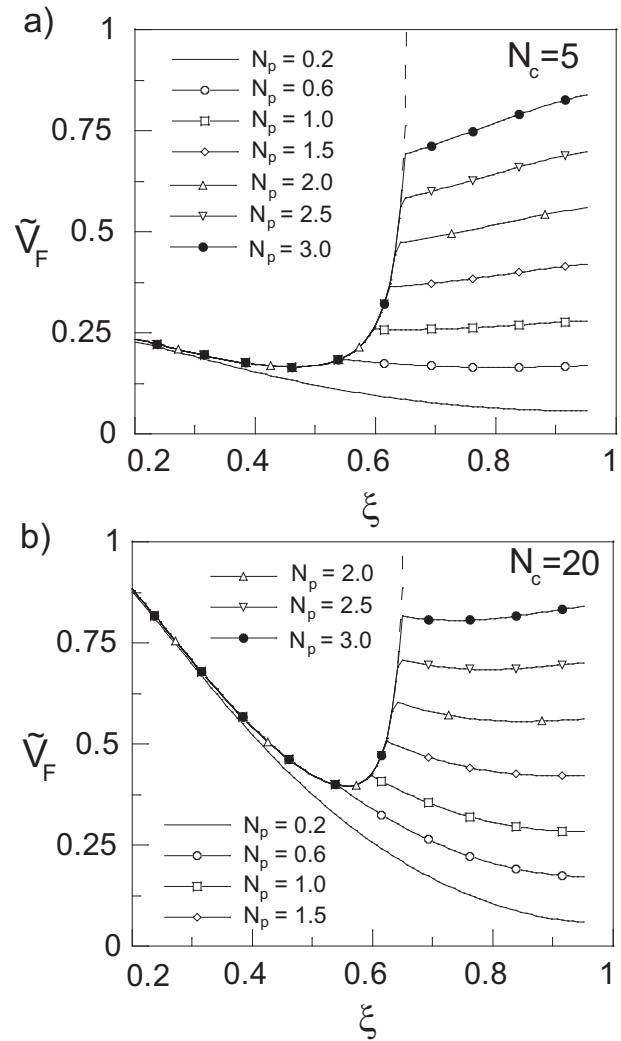


Figura 3: Influencia de N_P en la carga (cortante) como función de la profundidad de fisura ξ para una esbeltez $\lambda_l=3$: (a) $N_C=5$; (b) $N_C=20$

En la Fig. 2b mostramos el resultado para un caso similar al anterior pero en el que el número de fragilidad N_P es aumentado de 0.25 a 1.0. Observamos como la carga para la que se produce la plastificación del acero aumenta de 0.2 a 0.67. Igual que en el caso anterior para los valores de N_C menores de 2 la viga no puede iniciar el proceso de fractura ya que la carga necesaria para la propagación es superior a la carga de fallo por compresión. Al aumentar el valor de N_C observamos que el fallo por compresión se produce en todos los casos antes que la plastificación del acero, aumentando sensiblemente la carga de fallo. Si el refuerzo no ha alcanzado la tensión σ_y un incremento en resistencia a compresión del hormigón provoca un aumento de la carga necesaria para que se produzca el fallo a compresión. De igual forma un aumento de N_C supone un incremento en la profundidad de la fisura en el momento del fallo. En las Figs. 2a y b observamos que para profundidades de fisura elevadas todas las curvas de trazo fino convergen en un mismo punto.

En la Fig. 3 analizamos la influencia de N_P en la car-

ga necesaria para provocar el fallo por compresión. Para ello hemos realizado diferentes cálculos considerando N_C constante e igual a 5 en la Fig. 3a e igual a 20 en la Fig. 3b. El valor de N_P varía desde 0.2 hasta 3. En la parte inicial del proceso de fisuración y tras alcanzar la fisura el nivel del armado, observamos como la carga va descendiendo al aumentar la profundidad relativa de la fisura, ξ . En este tramo la carga de fallo por compresión es prácticamente independiente del valor de N_P . Para valores bajos de N_P en los que la plastificación del acero se produce a profundidades de fisura relativamente bajas la curva es descendente durante todo el proceso de fractura. Al aumentar el valor de N_P , aparece un mínimo, en el caso analizado para $N_C=5$ para una profundidad relativa de fisura de $\xi \approx 0.47$ y en el caso de $N_C=20$ para $\xi \approx 0,54$. A partir de este punto la carga necesaria para provocar el fallo aumenta al incrementarse la profundidad de fisura, debido a la resistencia que opone el armado al progreso de la fisura. La carga continua incrementándose hasta que se produce la plastificación del acero y comienza a abrirse la fisura al nivel del refuerzo. A partir de ese punto cambia la tendencia ascendente y prácticamente se mantiene constante la carga necesaria para provocar el fallo. Observamos como la parte final de las curvas está muy influenciada por el valor de N_P aumentando la carga necesaria para provocar el fallo al aumentar el valor de N_P . En casos prácticos la rotura del elemento se produce para unos valores de la profundidad relativa donde la carga de fallo por compresión esta influenciada por N_C .

El modelo propuesto cubre los fallos por flexión (plastificación de la armadura) y por compresiones excesivas en la parte superior de la viga. Con el modelo se puede estudiar la transición entre estos fallos. Hemos visto como al variar los parámetros con los que definimos el comportamiento del elemento podemos cambiar el tipo de fallo. Este modelo de forma sencilla puede ayudar a una mejor comprensión de las transiciones entre fallos y de los factores que en ellas intervienen. Nuevos estudios son necesarios para cotejar los resultados dados por el modelo con resultados experimentales y poder afrontar el estudio de las transiciones entre los diferentes tipos de fallo, que aparecen en elementos de hormigón armado sin cercos, dentro de un marco teórico.

5. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

En este artículo presentamos un modelo basado en conceptos de mecánica de fractura elástica lineal para analizar el fallo por compresión en la fibra superior de un elemento de hormigón armado sin cercos. Hemos establecido una formulación similar a la propuesta por el denominado bridge crack model, para poder comparar la carga necesaria para la propagación de una fisura con la que produce el fallo por compresión. De esta forma la carga de fallo, el tipo de fallo y la profundidad de fisura son evaluadas simultáneamente. El modelo describe correctamente el fallo del elemento, la influencia que tiene la resistencia a compresión del hormigón, σ_{cu} , la cuantía de armado, ρ y el tamaño del elemento a través de los parámetros N_P y N_C . El modelo puede ayudar a enten-

der mejor las relaciones entre procesos de fisuración y fallos en elementos de hormigón armado y las transiciones entre los diferentes tipos de fallo.

Como trabajo futuro establecemos el contrastar los resultados generados con el modelo con la experimentación realizada. Asimismo se podrán establecer relaciones entre el tipo de fallo, la carga y los parámetros N_P , N_C y λ_l .

AGRADECIMIENTOS

Jacinto Ruiz Carmona agradece a la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha por el Proyecto PAI05-028 la financiación concedida.

REFERENCIAS

- [1] A. Carpinteri, Stability of fracturing process in RC beams. *Journal of Structural Engineering*, 110:544–558, 1984.
- [2] C. Bosco, and A. Carpinteri, Fracture mechanics evaluation of minimum reinforcement in concrete structures. In *Applications of Fracture Mechanics to Reinforced Concrete*, A. Carpinteri, Ed., Elsevier Applied Science, London (1992), pp. 347–377.
- [3] A. Carpinteri, and R. Massabo, Continuous vs. discontinuous bridged-crack model for fiber-reinforced materials in flexure. *International Journal of Solids and Structures*, 34(21):2321–2338, 1997.
- [4] A. Carpinteri, G. Ferro, and G. Ventura, A fracture mechanics approach to over-reinforced concrete beams. In *Fracture Mechanics of Concrete Structures*, Li et al. Eds. (2004), pp. 903–910.
- [5] A. Carpinteri, J. R. Carmona y G. Ventura, Modelo analítico para estudiar la propagación de fisuras en modo-mixto en elementos de hormigón armado. Aplicación del bridge crack model. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 23:103–108, 2006.
- [6] RILEM TC 50-FMC, Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of the three-point bend test on notched beams. *Materials & Structures*, 18:285–290, 1985.
- [7] RILEM TC 50-FMC, Determination of the fracture energy of plain concrete using three-point bend tests. *Materials & Structures*, 23:457–460, 1990.
- [8] H. Okamura, K. Watanabe and T. Takano, Deformation and strength of cracked member under bending moment and axial force. *Engineering Fracture Mechanics*, 7:531–539, 1975.
- [9] H. Tada, P. Paris and G. Irwin. *The Stress Analysis of Cracks Handbook*. Del Research Corporation, 1973.

NANOINDENTACIÓN DE CIRCONA DOPADA CON ITRIA EXPUESTA A DEGRADACIÓN HIDROTÉRMICA

Y. Gaillard, E. Jiménez-Piqué, J. A. Muñoz-Tabarés, J. Valle, M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universitat Politècnica de Catalunya
Avda. Diagonal 647 (ETSEIB), 08028 Barcelona
e-mail: emilio.jimenez@upc.es

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es evaluar la respuesta mecánica de la superficie degradada de circonita dopada con itria mediante técnicas de nanoindentación y de microscopía de fuerza atómica. Partiendo de un material de circonita tetragonal dopada con 2.5% itria, se realizan tratamientos térmicos para generar microestructuras con granos tetragonales y cúbicos. Los materiales así obtenidos se someten a ensayos de degradación acelerada en agua (131 °C, 1.7 bar) durante diferentes periodos de tiempo para conseguir diferentes niveles de degradación. Las propiedades mecánicas de la superficie son evaluadas mediante ensayos de nanoindentación con el objeto de determinar la dependencia de módulo elástico y dureza con el tiempo de degradación, observando al mismo tiempo la evolución de la degradación mediante AFM, Raman y microscopía electrónica de secciones preparadas por haz de iones. A partir de los resultados obtenidos se propone un mecanismo de microagrietamiento como principal responsable de la caída en propiedades mecánicas. Así mismo la evolución de los parámetros de dureza y módulo elástico se relacionan con el espesor de la capa degradada.

ABSTRACT

The objective of this work is to evaluate the mechanical response obtained by nanoindentation and atomic force microscopy of degraded surfaces of zirconia doped with yttria. The starting material is a polycrystalline tetragonal zirconia doped with 2.5% yttria, which is subjected to different thermal treatments to produce duplex microstructures with both tetragonal and cubic grains. The obtained materials are treated in a water atmosphere (131 °C at 1.7 bar) during different times in order to produce different amount of degradation. The mechanical properties of the surface are evaluated by nanoindentation tests in order to assess the dependence of the measured Young's modulus and hardness with the time of exposure to degradation, observing at the same time the evolution of the degradation volume by AFM, Raman and SEM on slices prepared by FIB. From the obtained results, it is proposed that the existence of microcracking is the mechanism responsible of the drop in mechanical properties. Finally, the evolution of hardness and Young's modulus is correlated with the depth of the degraded layer.

PALABRAS CLAVE: Nanoindentación, circonita, degradación

1. INTRODUCCIÓN

Las cerámicas de base circonita dopadas con itria han demostrado poseer unas excelentes propiedades mecánicas gracias a la transformación de fase de tetragonal a monoclinica que produce un cierre de grieta debido al incremento de volumen de aproximadamente 4% que tiene lugar durante la transformación. Esto se traduce en una tenacidad de fractura alta, por lo que la circonita se emplea hoy en día en varias aplicaciones estructurales, tales como rodamientos, herramientas de corte e implantes biomédicos, especialmente bolas de cadera y prótesis dentales [1, 2 y 3].

Sin embargo, la circonita puede sufrir una transformación espontánea de fase tetragonal a fase monoclinica (*t-m*) en presencia de humedad, fenómeno conocido como degradación hidrotérmica. Esta transformación

espontánea implica la aparición de tensiones residuales que se traducirán en un microagrietamiento en la superficie y una posterior pérdida de integridad estructural del componente [4].

Aunque la degradación de cerámicas de base circonita en servicio es generalmente tolerable para la vida media de los implantes, existen casos de fallos prematuros de prótesis que han sido relacionados a una degradación acelerada. Debido a estos fallos se ha reconocido la importancia de caracterizar y cuantificar la evolución de la degradación en función del tiempo con el objeto de evitar fallos prematuros de las prótesis [5].

Existen varios estudios que cuantifican la cantidad de degradación en el material en función del tiempo de degradación, principalmente por microscopía de fuerza atómica (AFM), electrónica de barrido (SEM), y

difracción de rayos X (XRD) [4]. En estos estudios, se demuestra que es posible acelerar la degradación del material mediante tratamientos térmicos en atmósferas ricas en vapor de agua (principalmente, mediante tratamientos en autoclave), y poder simular la degradación del material que sufriría a lo largo de varios años a temperaturas menores (por ejemplo 37 °C dentro del cuerpo humano).

Sin embargo, no existen demasiados ejemplos en la literatura sobre la respuesta de circona policristalina degradada y sin degradar a ensayos de nanoindentación, con la excepción de Catledge y colaboradores [6] que estudiaron dicha respuesta sobre varias cabezas de fémur explantado al cabo de diferentes tiempos. Estos autores demostraron que la dureza medida con nanoindentación decrecía conforme el tiempo de permanencia en el cuerpo era más largo, en coherencia con una mayor degradación confirmada por difracción de rayos X. Así pues, pusieron de manifiesto que los ensayos de nanoindentación son capaces de detectar la degradación, pero estos autores no indagaron en los mecanismos de decrecimiento de dureza ni en cuantificar la variación de daño con el envejecimiento.

La técnica de nanoindentación presenta varias ventajas para la evaluación del estado de degradación de cerámicas de base circona. En primer lugar, es una técnica local que permite evaluar las propiedades del material en diferentes zonas del componente. En segundo lugar, es sensible a la profundidad, con lo que se puede caracterizar el estado de un volumen de material y no sólo la superficie (en contraposición a AFM). Y finalmente señalar que es una metodología que, en principio, podría aplicarse también in-vivo con una intrusión mínima.

Así pues, el objetivo de este estudio es evaluar las diferentes respuestas obtenidas bajo nanoindentación de cerámicas de base circona con diferente tamaño de grano, sometidas a distintos grados de degradación hidrotérmica. También se pretende correlacionar el diferente grado de envejecimiento con las mediciones de módulo elástico y dureza.

2. MATERIALES Y MÉTODOS EXPERIMENTALES

2.1. Materiales

El material de partida es una circona tetragonal dopada con itria (2.5Y-TZP) con un tamaño de grano medio de 0.30µm (material AR). Este material se somete a tratamientos térmicos de 1650 °C durante dos horas (material 2H) y diez horas (material 10H) para obtener diferentes microestructuras. Así, el material 2H consiste en granos tetragonales de 1.37 µm de diámetro y granos cúbicos con precipitados tetragonales de 3.84 µm de diámetro. El material 10 H consiste en granos tetragonales de 2.33 µm de diámetro y granos cúbicos con precipitados tetragonales de 4.63 µm de diámetro.

En la referencia [2] se pueden encontrar más detalles de estos materiales.

2.2 Tratamientos hidrotérmicos

Las muestras fueron sometidas a un proceso de pulido con suspensiones de diamante de tamaño decreciente (30, 6 y 3 µm) finalizando con una suspensión de sílice coloidal. A continuación se sometieron a un proceso de degradación acelerado en un autoclave a 131°C en vapor de agua durante 1, 2, 3, 5, 10, 30 y 60 horas para el material AR y 5 y 14 horas para los materiales 2H y 10H. Estos tiempos son equivalentes a mantener los materiales a temperatura corporal durante varios años [4].

2.3 Ensayos de nanoindentación

Los ensayos de nanoindentación fueron efectuados en un equipo Nanoindenter XP de MTS equipado con un módulo de registro continuo de rigidez de contacto (*Continuous Stiffness Measurement*), gracias al cual se mide tanto la carga (P) como la rigidez de descarga (S) en función de la profundidad de penetración (h) para un ciclo completo de carga-descarga con profundidad máxima de hasta 1600nm y cargas máximas de 650mN. Las indentaciones se efectuaron a velocidad de deformación constante de 0.05 s⁻¹ con un indentador Berkovich con su función de área calibrada con un patrón de sílice amorfa. La rigidez de la máquina y la deriva térmica se corrigieron para cada ensayo. Se efectuaron nueve indentaciones para cada condición y los valores obtenidos se promediaron.

A partir de los valores experimentales obtenidos se calculó el valor de la dureza (H) y del módulo elástico (E) en función de la profundidad de penetración, mediante el modelo de Oliver y Pharr [7].

2.4 Observaciones microestructurales

Las muestras fueron sometidas a observaciones de AFM con un microscopio Digital Instruments Multimode en modo de contacto. La cantidad de fase monoclinica y tetragonal fue cuantificada mediante microscopía Raman (Renishaw Raman (system 2000) equipado con un láser de $\lambda=632.8\text{nm}$ y microscopio óptico y con un tamaño de sonda de 1 µm³. Finalmente, algunas muestras fueron seccionadas mediante un haz de iones focalizado (FIB, *Focused Ion Beam*), con el objeto de observar los cambios microestructurales producidos bajo una indentación.

3. RESULTADOS

En la figura 1 se presentan las observaciones realizadas por AFM sobre una muestra de AR sometida a 1, 2 y 3 horas de degradación. En esta figura se puede evidenciar la aparición de fase monoclinica por la generación de maclas que, a su vez, producen una rugosidad en la superficie. Esta altura extra se

representa en la figura 1 como una zona más brillante. También se aprecia como la transformación de tetragonal a monoclinica ocurre de manera autocatalítica, es decir, la transformación ocurre en la frontera de zonas ya transformadas. Así, si partimos de una muestra completamente tetragonal, la transformación empezará en zonas con mayores tensiones residuales (poros, defectos,...) afectando a los granos tetragonales cercanos. Conforme se aumente el tiempo de degradación, los granos tetragonales cercanos a la zona monoclinica se transformarán a su vez debido a la tensión generada por sus granos vecinos al aumentar el volumen. Al cabo de unas pocas horas, toda la superficie será monoclinica y la degradación empezará a afectar a los granos por debajo de la superficie, generando una capa de granos transformados, es decir, una capa degradada. Las tensiones generadas por la expansión de volumen asociada a la transformación *t-m* se traducirán en la generación de microfisuras en el material.

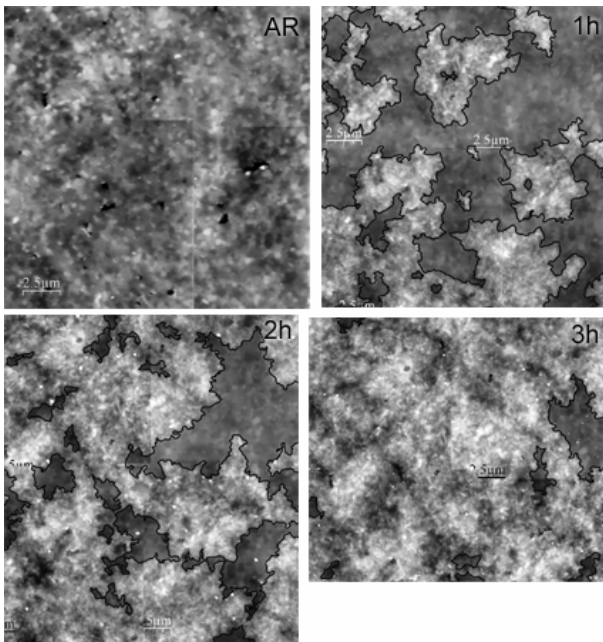


Figura 1. Superficie de un material AR sometido a diferentes tiempos de degradación. La transformación a fase monoclinica se puede observar por el relieve generado por las maclas.

En el caso de los materiales 2H y 10H la dinámica de la degradación superficial es similar al material AR pero más severa ya que los granos tetragonales son mayores y más inestables. Por otra parte, los granos cúbicos no parecen transformarse en la superficie. Esto se puede apreciar en la figura 2, donde se presenta la superficie de un material 2H y uno 10H sometidos a una degradación hidrotérmica de 1 hora. Comparando con el caso del material AR, se observa que la transformación de los granos tetragonales a monoclinicos ha sido mucho más rápida que en el caso del material AR.

Conforme el tiempo en el que el material está sometido a degradación aumenta, la cantidad de transformación espontánea *t-m* también aumenta. Al haberse transformado todos los granos superficiales, esta transformación proseguirá en profundidad. Obviamente esta capa transformada no será observable por AFM ya que esta es una técnica estrictamente superficial. Así, la capa de degradación tendrá que ser observada mediante técnicas capaces de detectar fase monoclinica en volumen y no en superficie, como por ejemplo difracción de rayos X o microscopia Raman. El espectro Raman obtenido para el material AR se presenta en la figura 3. En esta figura se puede observar que la capa monoclinica generada durante los tratamientos de degradación hidrotérmica de menos de 10 horas no es detectable por Raman, aunque se pueda observar claramente por AFM que toda la superficie ya está degradada. Sólo a partir de que la capa degradada alcanza un cierto espesor, es posible adquirir el espectro de fase monoclinica.

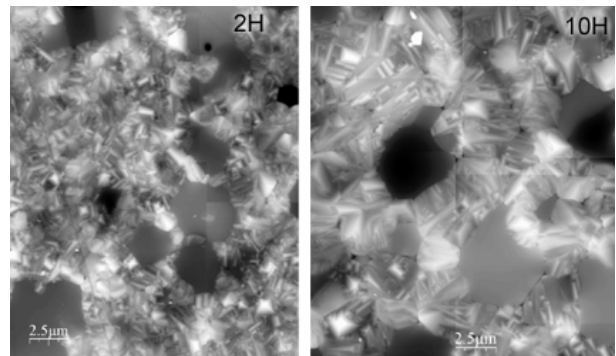


Figura 2. Superficie de un material 2H y un material 10H sometidos a degradación hidrotérmica, donde se observa que los granos tetragonales han transformado y los granos cúbicos no.

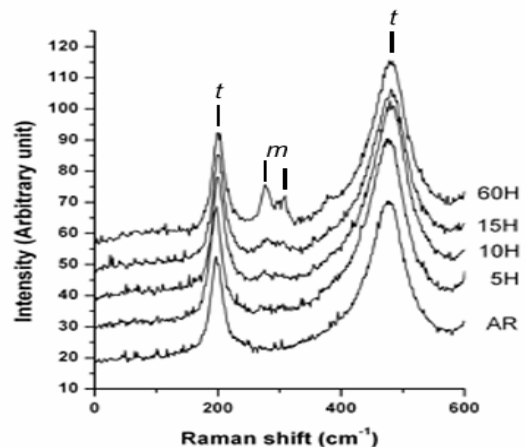


Figura 3. Espectro Raman de una muestra AR sometida a distintos tiempos de degradación hidrotérmica, donde se indican los picos correspondientes a la fase tetragonal (t) y monoclinica (m). Obsérvese que no se detecta fase m para tiempos cortos, aunque por AFM se comprueba que toda la superficie ha transformado.

En la tabla 1 se muestran los valores de módulo elástico y dureza obtenidos mediante nanoindentación para los tres materiales en ausencia de tratamientos hidrotérmicos. Se puede apreciar que los valores obtenidos son similares para los tres materiales. También se observa una cierta sobrevaloración del módulo elástico. Esta sobrevaloración puede ser debida a que el método de Oliver & Pharr no toma en cuenta los esfuerzos laterales en la deformación del material [7,8].

Tabla 1. Módulo elástico y dureza de los materiales AR, 2h y 10H sin tratamientos de degradación hidrotérmica

	E [GPa]	H [GPa]
AR	254 ± 12	17.7 ± 0.2
2H	253 ± 17	17.6 ± 0.6
10H	255 ± 14	17.3 ± 0.5

Los valores de dureza y módulo elástico del material AR sometido a diferentes tiempos de tratamiento hidrotérmico se presentan en las figuras 4 (dureza) y 5 (módulo elástico). Los resultados para los tiempos de 1, 2 y 3 horas no se presentan ya que los valores obtenidos son similares a los del material sin ningún tratamiento. En estas figuras se puede ver que, cuanto mayor es el tiempo de degradación, más caen los valores tanto de E como de H . También se puede apreciar que la caída en E y H se produce para profundidades de penetración pequeñas, y que a partir de una cierta profundidad tienden al valor de la circona sin degradar. Conforme los materiales están más degradados, tienden más tarde y más lentamente a los valores sin degradar.

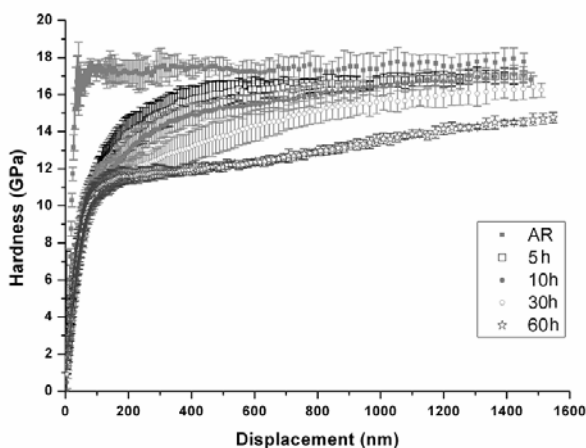


Figura 4. Variación de la dureza con la profundidad de penetración en función de diversos tiempos de degradación hidrotérmica para un material AR.

Además, si se inspeccionan las curvas P - h se puede observar que aparecen fenómenos de penetración repentina (*pop-in*) para las muestras con mayor degradación (figura 6). Estos fenómenos pueden ser asociados con eventos de fractura dentro del material,

tal y como se muestra en la figura 7, donde se puede apreciar que varios granos cercanos a una huella efectuada sobre un material 10H han saltado.

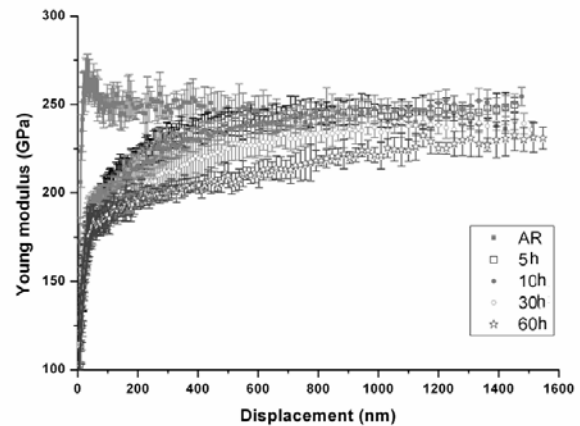


Figura 5. Variación del módulo elástico con la profundidad de penetración en función de diversos tiempos de degradación hidrotérmica para un material AR.

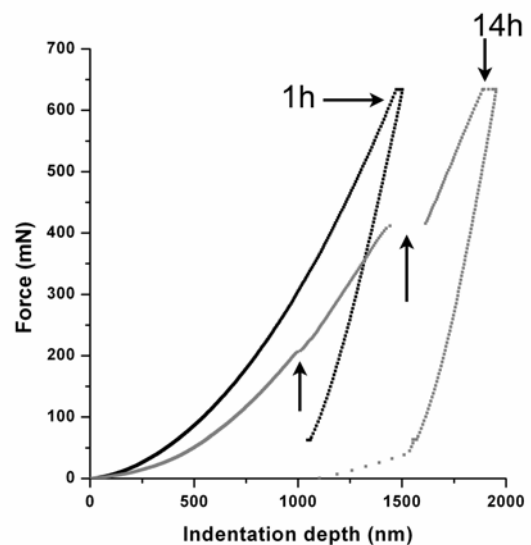


Figura 6. Curvas P - h para un material 10H degradado 1 hora y 14 horas, donde se aprecia la existencia de discontinuidades para el material más degradado.

En el caso de los materiales 2H y 10H se observa la misma caída de E y H para tiempos crecientes de degradación hidrotérmica. Sin embargo, la tendencia es mucho más acusada, señalando una mayor sensibilidad a degradación que el material AR. En la figura 8 se presenta la variación de la dureza con la profundidad de penetración para un material 2H, y en la figura 9 se presenta el mismo gráfico para el material 10H. En los dos casos, se presenta el valor de la dureza para el material AR con un tratamiento de 60 horas como comparación.

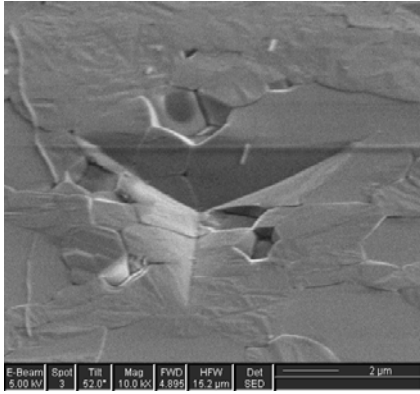


Figura 7. Imagen de microscopía electrónica de una indentación sobre un material 10H degradado 14 horas. Se observan que varios granos dentro y alrededor de la indentación han saltado. También se observa la existencia de relieve en los granos tetragonales debido a la transformación monoclinica, mientras que los granos cúbicos aparecen lisos.

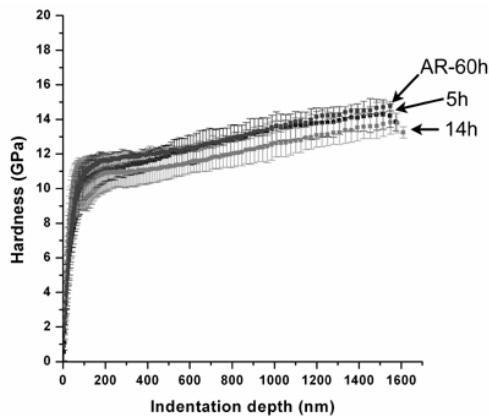


Figura 8. Dependencia de la dureza con la profundidad de penetración de 2H para 5 y 14 horas de tratamiento hidrotérmico. Se incluye la misma dependencia para un material AR con un tratamiento de 60 horas.

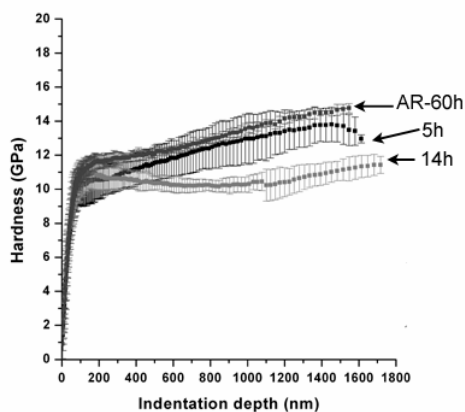


Figura 9. Dependencia de la dureza con la profundidad de penetración de 10H para 5 y 14 horas de tratamiento hidrotérmico. Se incluye la misma dependencia para un material AR con un tratamiento de 60 horas.

4. DISCUSIÓN

A partir de los resultados obtenidos, se puede concluir que existe una clara influencia de la degradación superficial sobre la respuesta obtenida por nanoindentación. Esta respuesta es más acusada cuanto mayor es la degradación sufrida, ya sea por un mayor tiempo de exposición a degradación hidrotérmica o porque el material sea más sensible a transformación (caso del material 2H o 10H).

Aunque esta variación de dureza puede ser atribuida a la aparición de la fase monoclinica, la variación acusada del módulo elástico parece indicar que el mecanismo responsable de la variación de propiedades es la existencia de microgrietas. Al efectuar una descarga parcial, las grietas se abren y la rigidez de contacto disminuye al disminuir la sección eficaz de transferencia de carga. Estas microgrietas se generan debido a la expansión volumétrica de la fase monoclinica y se hacen más evidentes al someter el material a indentación. Si examinamos la microestructura presente por debajo de una indentación (figura 10), se observa claramente la existencia de grietas por debajo de la indentación, en un número mayor al de una zona degradada pero no indentada.

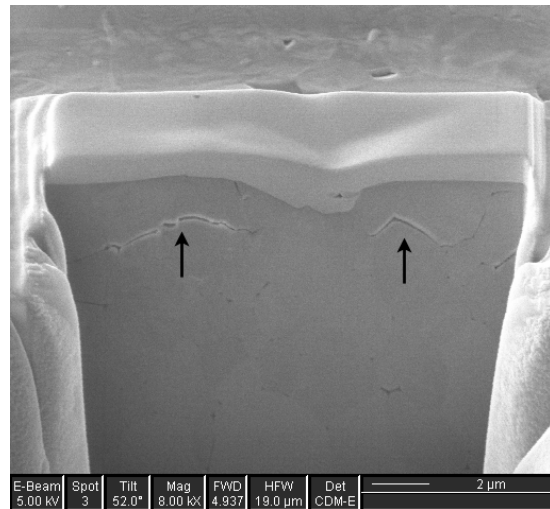


Figura 10. Sección transversal obtenida mediante haz de iones del material 10H bajo una indentación. Se observa claramente la existencia de microgrietas que se han abierto durante la descarga disminuyendo el área de transferencia de carga.

La reproducibilidad de las curvas para las diferentes indentaciones indica que la dispersión al nivel del espesor de la capa degradada es pequeña. Así pues, es posible cuantificar el espesor de la zona degradada, aplicando un modelo de evaluación de propiedades de capas finas, como por ejemplo el desarrollado por Saha y Nix [9]. Según este modelo el módulo E_r en función de la profundidad h puede expresarse como:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_f^2}{E_f} \left(1 - e^{-\frac{\alpha(t-h)}{a}}\right) + \frac{1-\nu_s^2}{E_s} \left(e^{-\frac{\alpha(t-h)}{a}}\right) \quad (1)$$

dónde E y ν son respectivamente el módulo de Young y el coeficiente de Poisson y los índices i , f y s representan respectivamente el indentador, la capa degradada y el sustrato, α es un parámetro determinado numéricamente a partir de la solución de King [10] y finalmente a es el radio de contacto y t el espesor de la capa degradada.

Así, si como ha sido observado en otros trabajos [4] el espesor de la capa degradada es homogénea para tiempo de degradación grandes, la ecuación 1 puede ser utilizada para calcular el módulo elástico de la capa degradada y el espesor de esta misma capa. Así, para el caso del material AR degradado 60 horas, se obtiene un espesor de 2500nm con un módulo de capa degradada de 200GPa, tal y cómo se muestra en la figura 11a. Una vez determinado el espesor de la capa degradada y la evolución del módulo de la capa degradada E_f , es posible deducir las variaciones de la dureza según la ecuación de Joslin y Oliver [11]:

$$H(E_f) = \frac{4}{\pi} \beta^2 E_f^2 \left(\frac{P}{S^2}\right) \quad (2)$$

dónde β un factor geométrico debido a la forma particular del indentador Berkovich. La variaciones de la dureza se muestran en la figura 11b y equivalen una dureza de 11GPa.

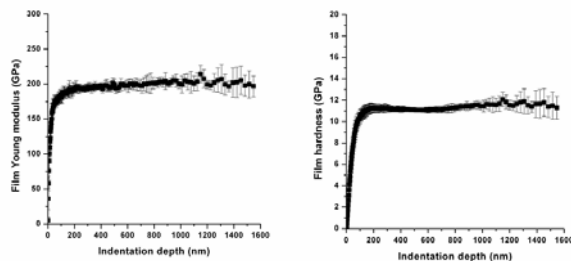


Figura 11. Variaciones del módulo de Young (a) y de la dureza (b) de la capa degradada calculados a partir de las ecuaciones 1 y 2.

5. CONCLUSIONES

A partir de los estudios mediante AFM y nanoindentación de la degradación hidrotérmica de cerámicas policristalinas de base circona dopadas con itria se puede concluir lo siguiente:

1. La técnica de nanoindentación es sensible al nivel de degradación de las probetas. La dureza y el módulo de Young presentan una caída proporcional a la cantidad de material degradado.

2. El empleo de un método para capas finas permite determinar el espesor de la capa degradada y también las propiedades mecánicas de esta capa para

tiempos de degradación largos, obteniéndose un módulo de 200 GPa y una dureza de 11GPa.

3. La presencia de microagrietamiento bajo la indentación, asociada a la transformación de fase y observado mediante FIB, puede ser el responsable de la caída de propiedades mecánicas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia por el soporte proporcionado a través del proyecto MAT2005-01168. Y.G. también agradece la ayuda obtenida a través del programa Juan de la Cierva.

REFERENCIAS

- [1] D. Casellas, F. L. Cumbreira, F. Sánchez-Bajo, W. Forsling, L. Llanes, M. Anglada. J. Eur. Ceram. Soc. 21, (2001): 765
- [2] D. Casellas, A. Feder, L. Llanes, M. Anglada, Scripta Mater. 45 (2001): 213
- [3] R.H.J. Hannink, P.M. Kelly, B.C. Muddle J. Am. Ceram. Soc. 83, (2000): 421
- [4] S. Deville, L. Gremillard, J. Chevalier, G. Fantozzi. J Biomed Mater Res B: Appl Biomater 72B (2005): 239
- [5] A Dambreville, M. Phillips, A. Ray. Zirconia ceramics or "by night, all cats are grey." Maitrise Orthopedique (1999) http://www.maitrise-orthop.com/corpusmaitri/orthopaedic/mo78_zircone/index.shtml.
- [6] Catledge, S.A., Cook, M., Vohra, Y.K., Santos, E.M. McClenny, M.D., y Moore K.D. J. Mater. Sci. Mat. Med. 14[10] (2004): 863
- [7] Oliver, W.C., and Pharr, G.M. J. Mater. Res. 19[1] (2004): 3.
- [8] E. Jiménez-Piqué, L. Ceseracciu, Y. Gaillard, M. Barch, G. de Portu, M. Anglada Phil. Mag. 86 [33-35] (2006): 5441
- [9] R. Saha, W. D. Nix, Acta Mater. 50 (2002): 23
- [10] R.B. King, Int. J. Struct. 23 (1987): 1657
- [11] D.L. Joslin, W.C. Oliver, J. Mater. Res. 5 (1990): 123

MODELIZACIÓN DE HORMIGONES DE ALTA RESISTENCIA UTILIZANDO ELEMENTOS FINITOS CON FISURA COHESIVA EMBEBIDA

A.M. Fathy¹, B. Sanz¹, J.M. Sancho², J. Planas¹

¹Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
Teléfono: 91 336 53 47
E-mail: jplanas@mater.upm.es

²Universidad CEU-San Pablo, Escuela Politécnica Superior, Campus de Montepríncipe, Boadilla del Monte, 28668 Madrid, España.

RESUMEN

El método propuesto al Comité ACI 446 y RILEM TC 187-SOC para determinar los parámetros de fractura del hormigón se aplica en este trabajo a varias mezclas de hormigones ordinarios y hormigones de alta resistencia. Los resultados se procesan con un programa de C++ desarrollado por los autores para automatizar las operaciones y obtener la curva bilineal de ablandamiento del hormigón a partir de los resultados experimentales. También se lleva a cabo una simulación numérica de los ensayos utilizando un elemento finito con fisura cohesiva embebida. La comparación entre los resultados que se obtienen numéricamente y experimentalmente muestran que ambos procedimientos son válidos tanto para hormigones ordinarios como para hormigones de alta resistencia.

ABSTRACT

The method proposed to ACI committee 446 and to RILEM TC 187-SOC to determine the fracture parameters of concrete is applied in this study to several mixtures of normal and high strength concretes. The results are processed with a C++ program developed by the authors to automatize the mathematical operations and to obtain the bilinear softening curve of concrete using the experimental results. Numerical simulations of the tests are also carried out using a finite element with embedded cohesive crack. The comparison between numerical and experimental results confirms that both methods are appropriate for normal strength concretes and high strength concretes.

PALABRAS CLAVE: Hormigones de alta resistencia, fisura cohesiva, elementos finitos.

1. INTRODUCCIÓN

El modelo que en 1976 introdujeron Hilleborg et al con el nombre de fisura ficticia [1], y que más adelante pasaría a denominarse fisura cohesiva, es capaz de describir la fractura del hormigón en tracción con una buena relación precisión/complejidad.

El principal dato necesario para el modelo es la curva de ablandamiento, que presenta una marcada no-linealidad [2, 3, 4]. Entre los diversos modelos simplificados de esta curva que se han propuesto para simplificar los cálculos, se encuentra la curva bilineal, que ha sido utilizada desde los 80 [2] y a la que nos referiremos en este trabajo.

En el presente artículo, se presenta una implementación actualizada del método experimental propuesto en [5, 6, 7] para el cálculo de la curva bilineal. Se ha diseñado un programa en C++ que automatiza las operaciones, de manera que a partir de los ficheros de datos obtenidos tras la realización de los ensayos, se calculan directamente los parámetros necesarios para definir la curva, evitando al usuario tener que realizar manualmente las operaciones intermedias.

A pesar de las dificultades que pueden encontrarse durante la realización de los ensayos, debidas en primer lugar a la limitación de datos existentes en la literatura sobre las propiedades de fractura de los hormigones de alta resistencia y en segundo lugar debido a las elevadas tensiones a que están sometidos y la fragilidad que presentan dichos hormigones, el método se aplica en hormigones de alta resistencia de la misma manera que en hormigones ordinarios.

Para verificar que el tratamiento que se da a los datos experimentales es adecuado, se realiza un análisis numérico mediante elementos finitos con fisura cohesiva embebida [8]. Con la curva tensión-apertura de fisura obtenida de los datos experimentales se predice numéricamente el comportamiento de las vigas, lo que nos permite confirmar que el método numérico, que se sabía apropiado para hormigones ordinarios, lo es también para hormigones de alta resistencia.

2. MÉTODO PROPUESTO

2.1. Realización de ensayos

Los ensayos para determinar la curva de ablandamiento del hormigón se basan en la combinación de los resultados que se obtienen de la realización de ensayos brasileños y ensayos de flexión en tres puntos para vigas con entalla.

El ensayo brasileño se lleva a cabo en probetas cilíndricas estándar de 150×300 mm de diámetro y longitud según la norma ASTM C496, añadiendo ciertas mejoras [9, 10], tales como bandas de carga más estrechas y velocidad de carga limitada.

En el ensayo de flexión en tres puntos se emplean vigas de sección rectangular con una entalla central y se somete a flexión estable en tres puntos, con una luz igual a tres veces el canto de la viga. El ensayo se lleva a cabo bajo control de apertura de fisura (CMOD), para asegurar la estabilidad. Para que la probeta rompa por flexión y no afecte su peso propio, se utiliza compensación de pesos. Desde el comienzo del ensayo hasta rotura, se miden el CMOD, la carga y la flecha en mitad de vano mediante dos extensómetros. Este último desplazamiento se determina relativo a un bastidor de referencia apoyado sobre puntos de la cara de la probeta opuesta a la que se apoya sobre los rodillos para que la medida no incluya la deformación inelástica originada en los soportes. En nuestra implementación del ensayo, hemos trabajado con vigas que miden $500 \times 100 \times 100$ mm y una entalla de profundidad 33 mm. La compensación mediante pesos se consigue con dos pesos muertos de acero colocados en los extremos de la viga. Para medir la flecha, se utilizan dos transductores inductivos de desplazamiento. Para la medida de la apertura de fisura, se sitúan dos captadores entre dos placas de acero que están fijadas a la viga mediante tornillos. Una de estas placas es lo suficientemente ancha para que pueda ser utilizada como punto de referencia para los transductores de desplazamiento. Los apoyos de la viga se materializan con cilindros sobre placas rígidas de acero, uno de los cuales tiene permitido el giro alrededor de un eje normal al plano de carga, para minimizar la torsión.

Durante el montaje del ensayo, la viga debe mantenerse permanentemente húmeda. Los aparatos de medida se calibran y se montan sobre la probeta; a continuación, se aplica una precarga entre un 5 y un 10 % de la carga máxima estimada. El control de la máquina se transfiere inmediatamente después al CMOD, con una velocidad inicial adecuada para alcanzar el máximo de la carga entre 3 y 5 minutos. Una vez la carga alcanza el máximo y desciende un tercio de éste, se puede incrementar progresivamente la velocidad de CMOD para mantener una velocidad de descarga constante hasta el final del ensayo, que se alcanza cuando el CMOD iguala el 75 % del canto (1,333 mm en nuestro caso). En la figura 1 se muestra una foto con el montaje del ensayo.



Figura 1: Esquema del montaje del ensayo a flexión en tres puntos.

2.2. Método para caracterizar las propiedades de fractura del hormigón

Los pasos necesarios para obtener la curva bilineal de ablandamiento a partir de los datos experimentales, se detallan en el apéndice 1.

Los principios en los que se basa este método se relatan en [5, 6, 7, 11, 12].

2.3. Programa para procesar los resultados y obtener la curva bilineal

Con el objetivo de automatizar las operaciones necesarias para procesar los resultados de los ensayos de flexión en tres puntos y evitar posibles errores que podrían producirse y repercutir en los resultados de la curva bilineal, dada su sensibilidad a determinados parámetros, se ha realizado un programa en C++, que procesa los datos experimentales, siguiendo el procedimiento resumido en el apéndice 1.

La información que necesita el programa para funcionar son los datos básicos de geometría de cada probeta, ancho B , canto D , luz S y profundidad de la entalla a_0 , siendo decisiva la influencia de este último en los resultados, por lo que se debe medir con la mayor precisión posible, y la dirección de los ficheros de resultados directamente obtenidos en los ensayos. La introducción de datos se facilita mediante la creación de una base de datos.

Con estos datos básicos, el programa tiene la información necesaria para leer y almacenar los resultados del ensayo y empezar a operar con ellos, automáticamente. El primer paso es determinar el cero de la curva carga-apertura de fisura. Para ello, es necesario ajustar el tramo inicial de la curva a una recta mediante regresión lineal, de manera que se eliminen los primeros puntos registrados desde que se conectan los aparatos de medida hasta que comienza el proceso de carga y que constituyen una nube de puntos en el dibujo, y se sustituyen por un tramo de la recta obtenida. A continuación, se determina el punto de corte con el eje de abscisas y se corrigen todos los puntos, restando este valor de CMOD de manera que la curva tenga su origen en el punto (0, 0). El siguiente paso destacable es el que consiste en determinar el punto final de la curva; se eliminan todos los registros cuyo CMOD sea superior

a 0,75 veces el canto, como ya se indicó, y se corrigen los demás, restando el valor de la carga en este punto, de manera que en la curva acabe con ordenada igual a cero. Esta operación requiere especial atención en el tramo inicial de la curva, al corresponder ahora un valor negativo de carga en algunos puntos tras la corrección anterior, debiéndose determinar el nuevo punto de corte con el eje de abscisas y fijar en éste el primer registro válido de la curva. De esta manera, se obtiene la curva carga-CMOD corregida en la que los puntos inicial y final tienen carga cero, por lo que el área que encierra con el eje de abscisas es positiva. El resto de operaciones que realiza el programa son las que se describen en el apéndice 1, siguiendo todos los pasos del método propuesto para procesar los datos del ensayo [5, 6, 7, 11, 12].

Una de las ventajas del programa es que gestiona simultáneamente los datos de todas la probetas pertenecientes a una misma serie de ensayos, de manera que los parámetros asociados a cada serie pueden calcularse a medida que se van necesitando, sin interrumpir el proceso, gracias a las posibilidades que ofrece la programación orientada a objetos.

Por último, el programa imprime en los archivos correspondientes los resultados procesados para las curvas carga-apertura de fisura, así como los parámetros necesarios para definir la curva bilineal.

En la figura 2 se muestra un esquema de la curva bilineal y los parámetros que la definen.

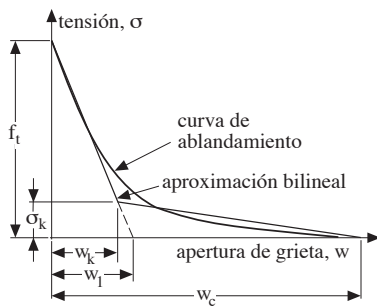


Figura 2: Esquema de la curva bilineal de ablandamiento del hormigón.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Se han fabricado cuatro tipos de hormigón: dos hormigones ordinarios, con resistencias de diseño de 25 y 40 MPa, y dos hormigones de alta resistencia, con 80 y 90 MPa. Para cada tipo de hormigón, se han tomado tres muestras para el ensayo de compresión, tres para el ensayo brasileño y seis para el ensayo de flexión en tres puntos. Las dimensiones de las probetas son acordes con las descritas para cada ensayo en el apartado 2.1.

Los resultados obtenidos una vez procesados los datos del ensayo se muestran en la tabla 1.

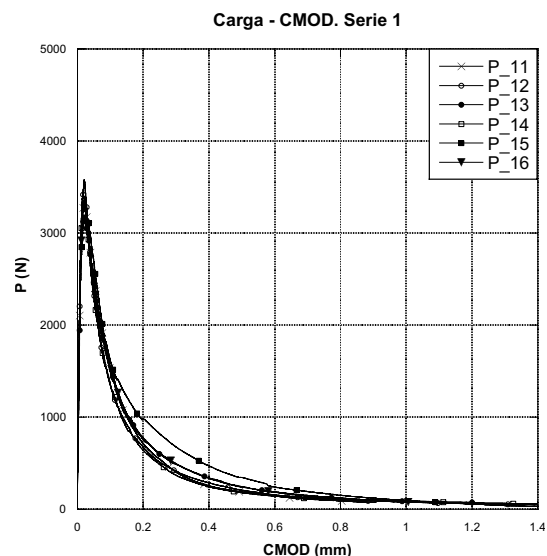
Tabla 1: Resultados experimentales.

Nº serie	H. Ordinarios		H. Alta Resistencia	
	1	2	3	4
f_c (MPa)	28.7	39.1	85.2	87.7
f_t (MPa)	2.24	2.84	5.82	6.18
E_m (GPa)	31.6	32.5	45.1	47.7
w_c (mm)	0.272	0.293	0.519	0.863
G_{Fm} (N/m)	68.5	86.3	121	126
σ_k (MPa)	0.375	0.378	0.125	0.0419
w_k (μ m)	15.6	21.8	30.6	34.9
l_1 (mm)	132.7	144.2	121.1	135.7
l_{ch} (mm)	432.3	349.1	161.8	157.3

f_c : Resistencia a compresión. f_t : Resistencia a tracción, E_m : Modulo de elasticidad. w_c : Apertura crítica. G_{Fm} : Energía de fractura. σ_k y w_k : Coordenadas del punto de quiebro de la curva bilineal. l_1 : Longitud de fragilidad. l_{ch} : Longitud característica.

Las resistencias de compresión medidas varían entre 28,7 y 39,1 MPa para las mezclas de hormigón ordinario y 85,2 y 87,7 para hormigones de alta resistencia. Observamos que f_t , E_m , y G_{Fm} aumentan con el incremento de resistencia a compresión, mientras que l_{ch} disminuye y la longitud de fragilidad l_1 apenas varía. La relación σ_k/f_t es baja para hormigones ordinarios (entre 0,13 y 0,17) y muy baja para hormigones de alta resistencia (0,021 y 0,0068). Los ensayos fueron estables hasta el final de su realización, por lo que podemos concluir que el estándar propuesto es válido tanto para los hormigones ordinarios como para los de alta resistencia.

Las curvas carga-CMOD obtenidas en cada ensayo se muestran en las figuras compuestas 3 y 4, agrupadas según tipos de hormigón.



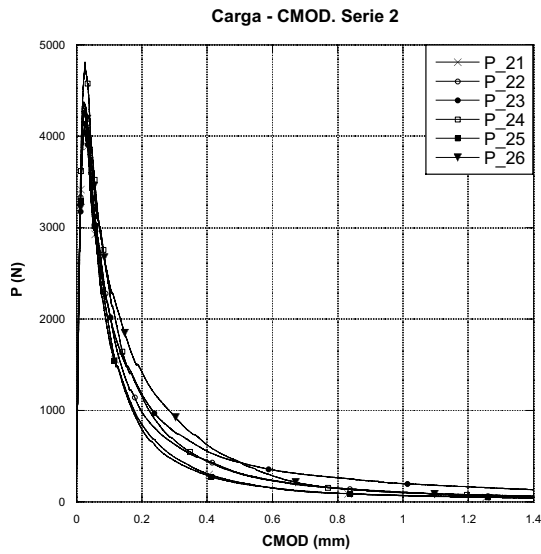


Figura 3: Curvas carga - CMOD para hormigones ordinarios.

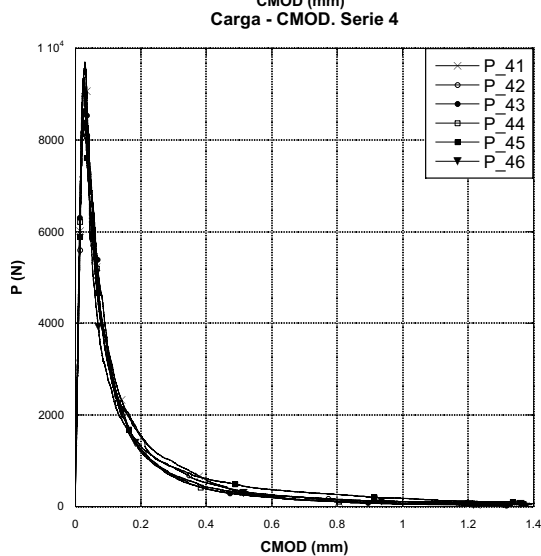
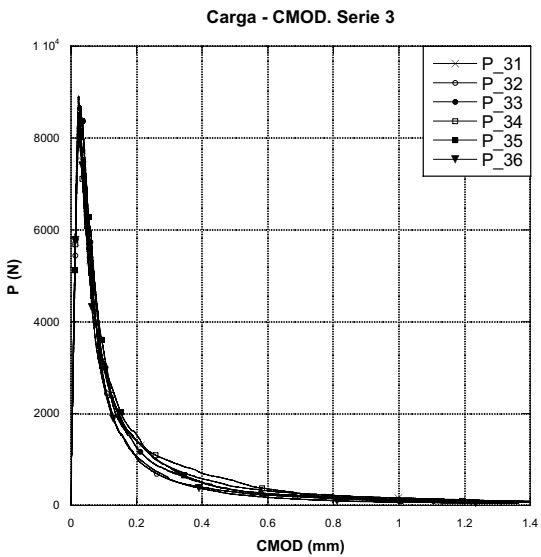


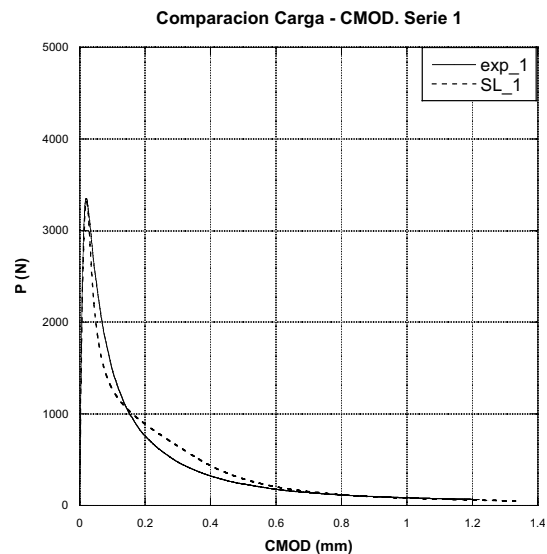
Figura 4: Curvas carga - CMOD para hormigones de alta resistencia.

4. SIMULACIÓN NUMÉRICA Y DISCUSIÓN

A partir de las curvas de ablandamiento bilineales obtenidas de los resultados de los ensayos comentados en el apartado anterior, se han simulado los ensayos numéricamente, utilizando un elemento finito especial desarrollado en [8]. La cinemática del elemento finito está basada en el Análisis de Discontinuidad Fuerte. Para evitar la necesidad de algoritmos de tracking, el elemento utiliza una aproximación novedosa, basada en la combinación de daño de fisura cohesiva embebida y una ley tracción-separación, y adaptabilidad limitada de fisura. Esto permite describir el crecimiento de la fisura cohesiva con una precisión adecuada al tiempo que la formulación es estrictamente local. Las simulaciones han sido calculadas con una técnica basada en el método de la integral de contorno implementada en el programa SplittingLab, desarrollado por el cuarto autor.

En las figuras 5 y 6 se comparan para cada tipo de hormigón las curvas carga-CMOD experimentales y las simuladas numéricamente en SplittingLab. Estas figuras se han obtenido como promedio de las correspondientes a todos los ensayos de cada serie, tanto para las numéricas como para las experimentales.

A la vista de las figuras anteriores, se observa que los resultados simulados numéricamente se ajustan satisfactoriamente a los resultados experimentales. Aunque se aprecia que la carga en la zona correspondiente al punto de quiebro es ligeramente menor para los resultados de la simulación, debido a que en ese punto la ley de comportamiento representada por la curva bilineal va por debajo de la ley real, y que en la parte correspondiente al primer tramo lineal los resultados simulados son ligeramente superiores, debido a que la curva bilineal está por encima de la real, el área encerrada por cada una de ellas es bastante similar, por lo que puede concluirse que el ajuste entre ambas es adecuado.



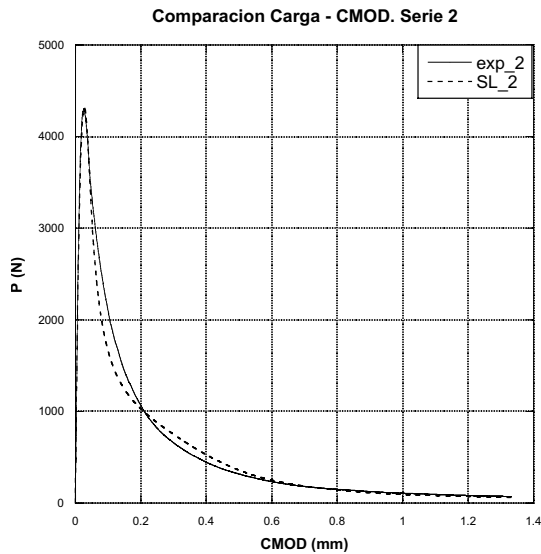


Figura 5: Comparación de las curvas carga - CMOD obtenidas experimentalmente y mediante simulación numérica SL para hormigones ordinarios.

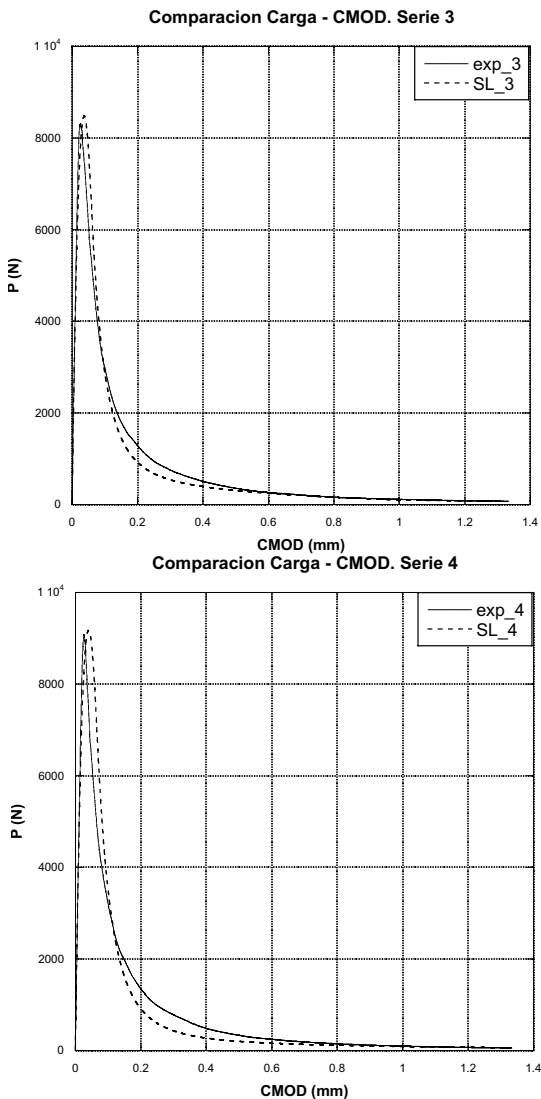


Figura 6: Comparación de las curvas carga - CMOD obtenidas experimentalmente y mediante simulación numérica SL para hormigones de alta resistencia.

nidas experimentalmente y mediante simulación numérica SL para hormigones de alta resistencia.

5. CONCLUSIONES FINALES

La principal conclusión a la que se llega en este trabajo, a partir de los resultados obtenidos, es que ambos métodos experimental y computacional son válidos para ser aplicados tanto en hormigones ordinarios como en hormigones de alta resistencia hasta 90 MPa.

Las características resistentes son mayores para los hormigones de alta resistencia, como cabía esperar, y la fragilidad tradicional (inversa de la longitud característica l_{ch}) es también mayor para hormigones de alta resistencia.

APÉNDICE

Los pasos que constituyen el método propuesto en [5, 6, 7, 11, 12] para la interpretación de los resultados del ensayo son los que resumen a continuación:

a. Utilizando la ecuación $f_t = f_{ts} = 2P_u/(\pi DL)$ del ensayo brasileño, se determina el valor f_t , siendo P_u , D y L la carga última, el diámetro y la longitud de la muestra respectivamente.

b. El módulo medio de Elasticidad E_m se determina de la siguiente manera:

b.1. Se seleccionan los puntos de la rama ascendente de la curva P' -CMOD del ensayo con carga P' comprendida entre el 15 y el 55 % de la carga máxima. Los puntos anteriores se ajustan con una recta mediante regresión lineal de CMOD frente a carga para calcular la flexibilidad inicial de la muestra $C_i = \Delta w_m / \Delta P'$.

b.2. El módulo de elasticidad E se calcula para cada probeta como $E = 6Sa_0V_1(\alpha'_0)/(C_iBD)^2$, siendo $\alpha'_0 = (a_0 + h)/(D + h)$, h la separación entre la cara de la probeta y la línea de medida del captador de CMOD y $V_1(\alpha) = 0,8 - 1,7\alpha + 2,4\alpha^2 + 0,66/(1 - \alpha)^2 + 4D/S(-0,04 - 0,58\alpha + 1,47\alpha^2 - 2,04\alpha^3)$. El módulo de Elasticidad medio se calcula E_m como la media.

c. La constante A se determina de la siguiente manera:

c.1. Se eliminan los puntos con $CMOD > 4D/300$ y se almacenan los valores de carga y CMOD correspondientes al último punto válido de la curva (w_{MR} y P'_R).

c.2. Se recalcula la carga como: $P_1 = P' - P'_R$.

c.3. Se dibuja la curva P_1 -CMOD y se determina el valor de CMOD correspondiente a carga cero w_{MA} .

c.4. Se calculan los valores X correspondientes a los puntos de la cola de la curva con $P_1 < 0,05P_{1u}$, donde P_{1u} es la carga máxima corregida, como $X = (4D/S)^2 [1/(w_M - w_{MA})^2 - 1/(w_{MR} - w_{MA})^2]$.

c.5. Se dibujan los valores de P_1 frente a X y se realiza un ajuste a la ecuación $P_1 = X(A + KX)$.

c.6. Se almacena el valor de A con una precisión de tres dígitos significativos.

d. La resistencia plástica neta a flexión f_p se determina como sigue:

d.1. Se calcula la carga máxima efectiva P_u con la fórmula $P_u = P_{1u} + A/(w_{MR} - w_{MA})^2$.

d.2. Para cada probeta, se calcula f_t según la fórmula del ensayo brasileño y se haya la media f_{tm} .

d.3. La resistencia plástica neta se calcula según la expresión $f_p = P_u S / [2B(D - a_0)^2]$.

e. Se determina la energía de fractura media G_{Fm} de la siguiente manera:

e.1. Se dibuja la carga corregida P_1 frente la flecha δ y se determinan las flechas δ_A y δ_R correspondientes a los puntos de carga cero de los tramos de carga y descarga respectivamente.

e.2. Para cada probeta, se calcula el trabajo de fractura medio W_{Fm} igual al área encerrada bajo la curva $P_1 - \delta$ y el eje δ .

e.3. El trabajo total de fractura W_F se calcula como $W_F = W_{Fm} + 2A/(\delta_R - \delta_A)$.

e.4. Se calcula la energía de fractura G_F para cada probeta utilizando la ecuación $G_F = W_F / [B(D - a_0)]$.

e.5. Se calcula de energía de fractura media G_{Fm} como la media de las anteriores.

f. El valor medio de la abscisa del centro de gravedad w_{Gm} de la curva de ablandamiento se determina después de calcular el centro de gravedad w_G para cada muestra según la fórmula $w_G = 4A/(BSG_F)$.

g. Los puntos característicos de la aproximación bilineal de la curva de ablandamiento se determinan de la siguiente manera:

g.1. Se calcula la longitud de fragilidad l_1 de cada probeta según $l_1 = (1 - \alpha_0^m)D [c_1/(x^2 - 1)^2 + c_2/x^2]$, siendo m , c_1 y c_2 constantes que dependen de la relación luz/canto y $x = f_t/f_p$, y se halla la media l_{1m} .

g.2. La abscisa en el origen w_1 del primer tramo recto de la curva se obtiene con la ecuación $w_1 = 2f_t l_{1m} / E_m$.

g.3. La apertura característica w_{ch} se calcula según la fórmula $w_{ch} = G_{Fm} / f_t$.

g.4. La apertura crítica se calcula como:

$$w_c = w_{ch} \frac{3w_{Gm} - w_1}{2w_{ch} - w_1} \times \left[1 + \sqrt{1 - \frac{2w_1(3w_{Gm} - 2w_{ch})(2w_{ch} - w_1)}{w_{ch}(3w_{Gm} - w_1)}} \right] \quad (1)$$

g.5. Por último, las coordenadas (σ_k, w_k) del punto de quiebro de la curva bilineal se calculan según las expresiones $\sigma_k = f_t(2w_{ch} - w_1)/(w_c - w_1)$ y $w_k = w_1(w_c - 2w_{ch})/(w_c - w_1)$.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida del Ministerio de Ciencia y Tecnología a través de los proyectos BIA2005-09250-C03-01 y BIA2005-09250-C03-02.

REFERENCIAS

- [1] A. Hilleborg, M. Modéer y P.E. Petersson. Analysis or crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and fracture elements. *Cement and Concrete Research*, 6, 773-782 (1976).
- [2] Z.P. Bazant y J. Planas. Fracture and Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials. *CRC Press*, Boca Raton, FL (1998).
- [3] M. Elices, G.V. Guinea, J. Gómez y J. Planas. The cohesive zone model: advantages, limitations and challenges. *Engineering Fracture Mechanics*, 69, 137-163 (2002).
- [4] J. Planas, M. Elices, G.V. Guinea, F. J. Gómez, D.A. Cendón e I. Arbillá. Generalizations and specializations of cohesive crack models. *Engineering Fracture Mechanics*, 70 (14), 1759-1776 (2003).
- [5] G.V. Guinea, J. Planas y M. Elices. A general bilinear fitting for the softening curve of concrete. *Materials and Structures*, 27, 99-105 (1994).
- [6] J. Planas, G.V. Guinea y M. Elices. Size Effect and Inverse Analysis in Concrete Fracture. *International Journal Fracture*, 95, 367-378 (1999).
- [7] J. Planas, G.V. Guinea y M. Elices. Standard Test Method for Bilinear Stress-Crack Opening Curve of Concrete. Proposal submitted to ACI Committee 446 (2002), revised (2005).
- [8] J.M. Sancho, J. Planas, D.A. Cendón, E. Reyes y J.C. Gálvez. An embedded cohesive crack model for finite element analysis of concrete fracture. *Engineering Fracture Mechanics* (2005). Also in *Fracture Mechanics of Concrete Structures, Li et al (eds)*, Ia-FraMCoS, ISBN 0-87031-135-2, pp. 107-114 (2004).
- [9] C. Rocco, G.V. Guinea, J. Planas y M. Elices. Mechanisms of rupture in the splitting test. *ACI Materials Journal*, 96 (1), 52-60 (1999).
- [10] C. Rocco, G.V. Guinea, J. Planas y M. Elices. Size effect and boundary conditions in the Brazilian test: experimental verification. *Materials and Structures*, 32, 10-217 (1999).
- [11] RILEM (1985) Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three-point bend tests on notched beams. *Materials and Structures*, 18, 285-290 (1985). (RILEM Draft Recommendation, TC 50-FMC Fracture Mechanics of Concrete).
- [12] M. Elices, G.V. Guinea y J. Planas. On the measurement of concrete fracture energy using three point bend tests. *Materials and Structures*, 30, 375-376 (1997).

NUMERICAL MODELING OF DYNAMIC CRACK PROPAGATION IN REINFORCED CONCRETE

R.C. Yu, X.X. Zhang and G. Ruiz

ETSI de Caminos, C.y P., Universidad de Castilla-La Mancha, 13071 Ciudad Real, Spain

RESUMEN

En este trabajo simulamos de modo explícito la propagación de fisuras en vigas de hormigón armado en régimen dinámico. Modelamos explícitamente la matriz de hormigón, las barras de armado y la intercara entre el acero y el hormigón. La nucleación y propagación de fisuras en el hormigón en masa se representan gracias a un algoritmo de fragmentación que, al cumplirse las condiciones de apertura de grieta, inserta elementos cohesivos entre los elementos de la malla original y, posteriormente, les deja ir abriéndose siguiendo un ablandamiento cohesivo. El tratamiento del deterioro del contacto acero-hormigón es semejante: en este caso se insertan elementos de intercara que permiten el deslizamiento relativo siguiendo leyes de adherencia. También se tratan explícitamente el contacto y la fricción en las nuevas superficies insertadas en la malla original. Estos elementos se integran en un código numérico que validamos frente a ensayos dinámicos de vigas de hormigón armado realizados en nuestro Laboratorio. Los resultados numéricos sugieren que la propagación se produce en dos etapas. En la primera la velocidad de propagación de la grieta es proporcional a la velocidad de carga. La segunda etapa consiste en una propagación inestable controlada básicamente por la energía mecánica almacenada en la viga.

ABSTRACT

In this work we simulate explicitly the dynamic fracture propagation in reinforced concrete beams. We represent the concrete matrix, the steel re-bars and the interface between the two materials explicitly. Therefore the crack nucleation within the concrete matrix, through and along the re-bars, the deterioration of the concrete-steel interface are modeled explicitly. The numerical simulations are validated against experiments of three-point-bend beams loaded dynamically under various strain rates. The numerical results suggest a two-stage crack propagation. The first stage corresponds to the stable crack advance, the second one, the unstable collapse of the beam.

KEY WORDS: Dynamic fracture, reinforced concrete.

1 INTRODUCTION

Many phenomenological models have been developed to study the problem of complex fracture processes in reinforced concrete specimens, in particular, when the propagation is static [1–4]. Those models focus on a crack that propagates through a reinforcement layer and that, at opening, causes the steel bars to be pulled-out. The main difficulty consists in modeling the propagation of the crack through the reinforcement layer, as such a layer—in 2D models—constitutes a discontinuity that stops the crack advance. Modeling the steel-concrete interaction is not simple either, since the pull-out process produces damage at the interface and it may also generate secondary fracture processes within the concrete bulk. Some of the aforementioned models solve both problems by substituting the rebars for closing forces applied at the crack lips; whose intensity relates to the strength of the reinforcement and of the interface [5, 6]. Some authors model the steel bars explicitly, however they only account for the extreme cases of perfect or null adherence [7]. Ruiz *et al.* [4] developed a simplified model that enables propagation of the crack through the reinforcement as well as interface deterioration. They adopted a computational strategy that consisted of overlapping both materials in the same spatial position. Concrete was modeled as a continuum, whereas steel was overlapped and con-

nected by interface elements to nodes occupying the same initial position [8]. Concrete continuity allowed crack propagation through the reinforcement and interface elements transmitted shear stresses depending on the relative displacement between the two materials. However, their numerical model was not able to reproduce micro-cracking and/or damage around the main crack [3] and along the steel-concrete interface [9].

In dynamic regime, the fracture processes in reinforced concrete beams are more complicated than in the static case, as stress waves can be partly reflected from the steel-concrete interface and partly transmitted to the rebar. The interplay between the interface, steel re-bar and concrete matrix challenges the above numerical models, in which either the rebar is not physically represented [4–6], or the progressing deterioration of the interface is not reflected [7]. Indeed, such an interaction calls for an explicit modeling of those phenomena.

In this work, following previous efforts in explicitly modeling in static regime [10], we attempt to simulate explicitly the dynamic fracture propagation in reinforced concrete beams. In particular, adopting cohesive theories of fracture with the direct simulation of fracture and fragmentation [11, 12], we represent the concrete matrix, the steel re-bars and the interface between the two materials explicitly. Therefore the crack nucleation within the con-

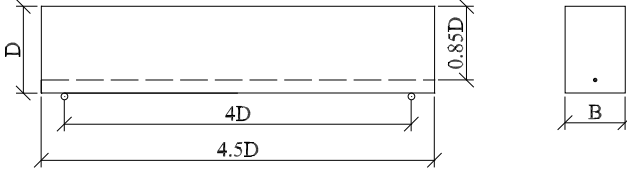


Figure 1: A reinforced concrete beam subjected to three point bending.

crete matrix, through and along the re-bars, the deterioration of the concrete-steel interface are modeled explicitly.

The organization of this paper is as follows. In the next section, the experimental setup is illustrated followed by the description of material characterization. A brief description of the cohesive model is provided in Section 4. In Section 5, the simulation results are discussed and finally, in Section 6, the work is summarized and some conclusions are drawn.

2 EXPERIMENTAL SETUP

Zhang et al. [13] conducted a series of tests in order to study the combined size and strain rate effect in lightly reinforced concrete beams. The loading rate ranged from 10^{-5} to 10^{-2} /s for beams of three sizes. The tests were carried out in a three-point-bend configuration as shown in Figure 1, where the width B is 50 mm, the depth D is 75 mm, 150 mm and 300 mm for small, medium and large specimens respectively. The specimens were casted to give a constant steel-reinforcement ratio of 0.15%. Figure 2 shows the experimental set-up for three-point bending tests. The specimen rests on two rigid-steel cylinders laid on two supports permitting rotation out of the plane of the beam and rolling along the beam longitudinal axis with negligible friction. These supports roll on the upper surface of a very stiff beam fastened to the machine actuator. The load-point displacement is measured in relation to points over the supports on the upper surface of the beam. Two LVDT (linear variable differential transducer) fixed on the steel beam are directly used to measure the displacement between the loading rod and the steel beam. For loading, a hydraulic servo-controlled test system was employed. The tests were performed in position-control. In numerical simulation, we take the experimental results of small specimens at a loading velocity of 7.5 mm/s for comparison. The strain rate at the bottom surface is related to this loading velocity through

$$V = \dot{\delta} = \dot{\epsilon} S^2 / 6D \quad (1)$$

where S and D are the span and depth of the beam, respectively, δ is the loading point displacement.

3 MATERIAL CHARACTERIZATION

A single micro-concrete was used throughout the experiment made with lime aggregates of 5 mm aggregate size and ASTM type II/A cement. The mix weight proportions were 3.2:0.5:1 for aggregate:water:cement con-

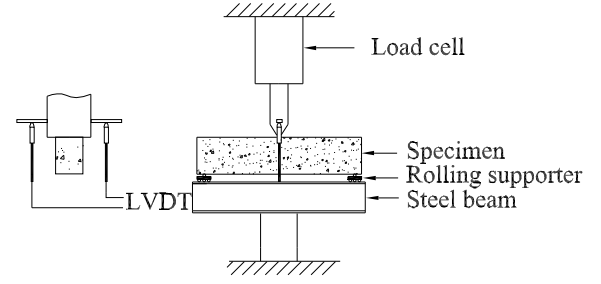


Figure 2: Experimental set-up for three-point bending tests on beams.

Table 1: *Micro-concrete mechanical properties*

	f_t MPa	f_c MPa	E_c GPa	G_F N/m	ρ kg/m ³
Mean	3.74	28.43	29.64	49.48	2113
Std. Dev	0.22	0.32	6.3	4.5	-

forming to ASTM C33. Table 1 shows the characteristic mechanical parameters of the micro-concrete determined in the various characterization and control tests, where f_c, f_t, E_c, G_F, ρ , are the compressive strength, tensile strength, elastic modulus, fracture energy, and mass density, respectively. The Hillerborg's characteristic length, calculated as $l_{ch} = E_c G_F / f_t^2$, is around 105 mm.

The mechanical properties of the steel, the elastic moduli E_s , the standard yield strength $\sigma_{0.2}$, the ultimate strength σ_u and strain ϵ_u as well as the bond strength τ_c between the concrete and the rebar are all shown in Table 2.

4 NUMERICAL MODEL

We briefly summarize here the cohesive model adopted for the concrete matrix, further information can be found elsewhere and the references within [11, 14, 15]. A variety of mixed-mode cohesive laws accounting for tension-shear coupling [11, 16, 17], are established by the introduction of an effective opening displacement δ ,

$$\delta = \sqrt{\beta^2 \delta_s^2 + \delta_n^2}, \quad (2)$$

which assigns different weights to the normal δ_n and sliding δ_s opening displacements. Supposing that the cohesive free-energy density depends on the opening displacements only through the effective opening displacement δ , a reduced cohesive law, which relates δ to an effective cohesive traction

$$t = \sqrt{\beta^{-2} t_s^2 + t_n^2}, \quad (3)$$

Table 2: *Mechanical properties of the steel re-bar and the interface bond strength*

E_s GPa	$\sigma_{0.2}$ MPa	σ_u MPa	ϵ_u -	τ_c MPa
133.2	434.1	465.1	0.9%	5.34 ± 0.80

where t_s and t_n are the shear and the normal tractions respectively, can be obtained [11, 16]. The weighting coefficient β is considered a material parameter that measures the relation between the shear and tensile resistance of the material. The existence of a loading envelope defining a connection between t and δ under the conditions of monotonic loading, and irreversible unloading is assumed. A linear decreasing cohesive law is adopted in the calculations.

A damage variable d , is defined as the fraction of the expended fracture energy over the total fracture energy per unit surface. Thus, a damage value of zero denotes an uncracked surface, whereas a damage value of one is indicative of a fully cracked or free surface.

The cohesive model introduces an intrinsic time described by

$$t_c = \frac{\rho c \delta_c}{2 f_t} \quad (4)$$

where ρ represents the mass density, c , the longitudinal wave velocity, δ_c , the critical opening displacement. As shown in [15, 18], due to this intrinsic time, the cohesive model is able to respond differently for a slow and fast loading process. For the material properties given in Table 1, this value is calculated as $28 \mu s$.

In treating the steel-concrete interface, we follow the methodology illustrated in Yu and Ruiz [10]. A cohesive-like interface element is implemented. This interface element is inserted only when the slip strength is attained. The sliding between two surfaces is governed by a perfect-plastic bond-slip law. The steel re-bar is modeled as an elastic-perfectly plastic material.

5 NUMERICAL RESULTS

We chose to model the small beam, 75 mm in depth to compare with the experimental results. The initial mesh consists of 6764 quadratic tetrahedrons and 10142 nodes. The mesh size near the middle surface, 7 mm, is chosen to be comparable to the maximum aggregate size, 5 mm, based on the convergence analysis done by Ruiz *et al.* [14, 15] in modeling plain concrete in a dynamic regime. The average mesh size that resolves the interface –around 10 mm– is designed to resolve the effective slip length L_s , which can be described as

$$L_s = A_s f_y / \tau_c p \quad (5)$$

according to Ruiz [3], where f_y is the yield strength, A_s is the steel cross-section area, p the rebar perimeter, τ_c the interface bond strength. L_s is computed as 54.3 mm.

We load the beam through an elastic spring to reflect the fact that in the experiments the load transfer is realized through a mechanical system (loading rod, reaction frame, etc.), whose stiffness is 38 kN/mm.

5.1 Peak load

The first step of the simulations was to check the predicted peak load. As we mentioned before, we expected the cohesive model to respond the dynamic loading. As the strain rate increases, the predicted peak loads should increase accordingly. But as can be seen from Figure 3, when the loading velocity is increased from 7.5 mm/s to 30 mm/s, the peak load is practically the same, while when we prescribed a loading velocity of 3000 mm/s (corresponds to a loading rate of 15 /s), the peak load increased from 4 kN to 10 kN. Even though we do not have

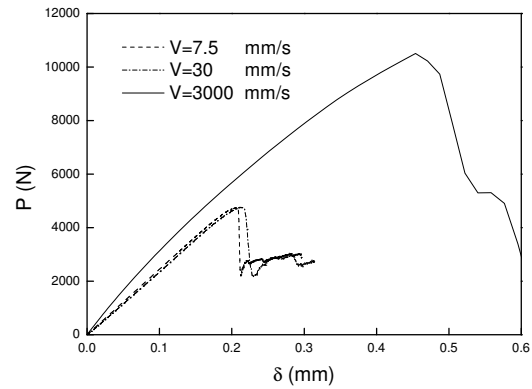


Figure 3: The load-displacement curves for loading velocity at 7.5, 30 and 3000 mm/s respectively, when static fracture properties (specific fracture energy and tensile strength) are adopted.

the experimental data for loading velocity of 3000 mm/s for comparison, the qualitative increase of the peak load has been captured. This shows that when the crack propagation time (7000 to 3000 μs) is not comparable to the intrinsic time of the cohesive model (28 μs), the strength increase cannot be captured. This also confirms the observations of Rossi and Toulemonde [19], who pointed out that: (a) at strain rates smaller than approximately 1/s, the moisture content is believed to play an important role in the strength increase of concrete, the free water in the micro-pores exhibits the so-called Stefan effect causing a strengthening in concrete with increasing loading rate. The main physical mechanism counters both a micro-cracking localization, leading to increase of concrete tensile strength, and the macro propagation that leads to failure of the specimen; (b) at strain rates higher than or equal to 10 /s, the micro-inertia effects in the fracture process zone might cause the rate dependence of concrete, whereas the moisture content is assumed not to be dominant. The main mechanism counters micro-cracking localization and in particular macro crack propagation. In order to capture the strength increase due to moisture content, which is not covered by the bulk constitutive law, we fit for the experimental data of Harsh *et al.* [20] to obtain a 30% increase for the fracture energy and the tensile strength. This gives us a peak load of 4.8 kN, comparable to the experimental data, which is shown in Figure 6. Note that we didn't tailor the material parameter to make the numerical simulation to fit the experiments, but followed an independent source that gives the rate-dependent material properties.

5.2 Initial stiffness

We observe in Figure 4 that there is a difference in the initial stiffness between the two experimental curves, this has been explained by Guinea, Planas and Elices [21], who pointed out that even in the case of identical beams made of the same material, the initial slopes may show variations. This is due to the sensitivity of the elastic flexibility of the beam to the boundary conditions in the ap-

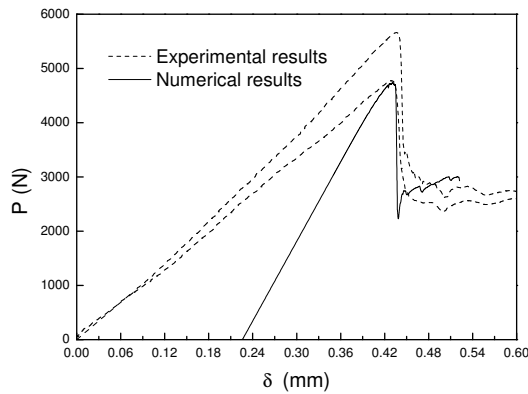


Figure 4: The numerical and experimental load-displacement comparison, when dynamic material properties (fracture energy and tensile strength) are adopted, note that the numerical curve has been translated to 0.24 mm for easier visualization of the peak load.

plication of the concentrated load. Having in mind that, on the one hand, we would not know the exact experimental boundary condition but only the average, on the other hand the numerical discretization also introduces a pre-defined stiffness, this would all contribute to the deviation of the initial stiffness of the P - δ curve. But we want to emphasize that the post-peak behavior, for both the two experimental data and the numerical simulation, shows similarity. This gives us confidence for the succeeding analysis in extracting the crack tip velocities and the CMOD history.

5.3 Crack tip velocities

The crack tip positions for three different loading velocities, 7.5 mm/s, 30 mm/s and 3000 mm/s are plotted against time in Figure 5. The crack tip positions at the central cross section of the beam were measured separately at the two vertical edges (solid line) and at the center (dashed line) from the bottom of the specimen. The crack tip position is measured with respect to the damage variable value of 0.05 in all the cases. In addition, the axes of the graphs in the proceeding figures have been adjusted to make the comparison easier. For loading velocities 7.5 mm/s and 30 mm/s, the crack velocities at the edges are approximately the same, showing a symmetric crack propagation with respect to the central line. The crack tip position at the center exhibits a plateau due to the hindrance of the steel rebar. The initial slopes of the curves show a linear dependence on the loading velocity. For example, as shown in Table 3, the initial slopes for 7.5 and 30 mm/s are 3.5 m/s and 14.8 m/s respectively. A change in slope is observed at the peak load after which the new slope shows a marked similarity in both the cases. For loading velocity 3000 mm/s, the slope of the curve is steep since the loading velocity is faster and the run completes in a shorter time span. In short, it is evident that crack tip velocity is close after the peak load is reached and it does not depend very much on the loading velocity. The second slope for loading velocity

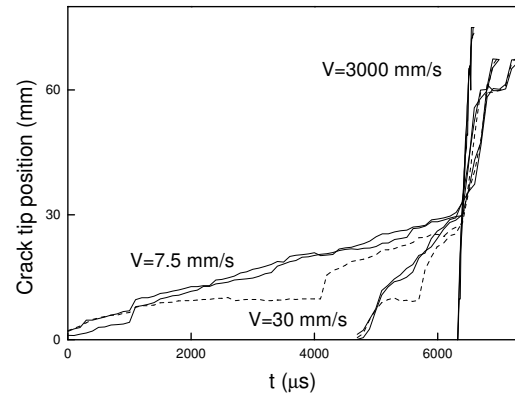


Figure 5: The crack tip position versus time for loading velocity at 7.5, 30 and 3000 mm/s respectively, where the solid lines corresponding to values measured at specimen surface, dotted lines represent values measured at specimen center.

of 7.5 mm/s is about 20 times larger than its first slope, while for 30 mm/s is about 10 times larger. We can say that the crack went through a stable-to-unstable transition when the loading velocity is relatively low. However, at higher loading rate, the whole process is unstable.

In addition, in Figure 6 we plot the load history around the peak load, against the crack tip position history for loading velocity of 7.5 mm/s. It shows that the main crack initiated around 80% (3800 N) of the maximum load (4800 N), and the attainment of the peak load marks the turning point of the two-stage crack propagation.

5.4 CMOD history

The crack mouth opening displacements for loading velocities, $v = 7.5, 30, 3000$ mm/s were obtained numer-

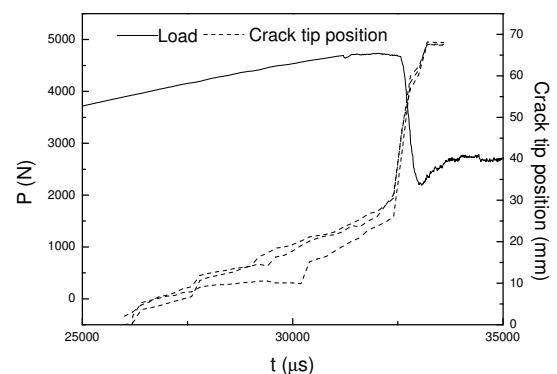


Figure 6: The zoomed view of the load history plotted against the crack tip position history for loading velocity of 7.5 mm/s.

Table 3: Crack tip velocity (m/s)

	Loading velocity (mm/s)	7.5	30	3000
Pre-peak	At surfaces	3.9	15.6	290
Post-peak		70.5	95.4	280.5
Pre-peak	At center	3.5	14.8	296
Post-peak		75.7	112.4	289

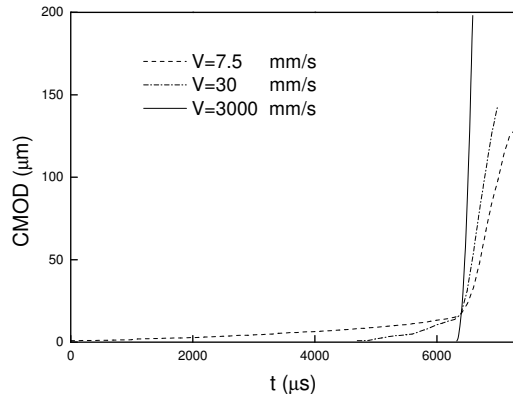


Figure 7: The CMOD history at 7.5, 30 and 3000 mm/s respectively.

ically at the central line of the bottom surface of the beam. The CMOD curves for aforementioned velocities are plotted in Figure 7. The curves exhibit a similar trend for all the loading velocities. They consist of two sections with different and approximately linear slopes; let us call them as the first and the second slope, the turning point marks the time of reaching peak load. The detailed information is shown in Table 4. For loading velocity $v=7.5$ and 30 mm/s, the first slope changes by approximately the same factor by which the velocities are scaled; after the peak load, the CMOD rate is suddenly increased by around two orders of magnitude compared with that before peak load. This also means that the crack propagation shows a transition from stable to unstable state. While for loading velocity $v=3000$ mm/s, the CMOD rate before the peak load and after the peak load is similar, the whole crack propagation is unstable. As seen earlier, this trend is similar as compared to the crack tip position curves (Figure 5).

5.5 Crack patterns

We paid close attention to the crack patterns of the reinforced beams at three characteristic point of the load-

Table 4: CMOD rate (m/s)

	Loading velocity (mm/s)	7.5	30	3000
Pre-peak		0.002	0.0094	0.17
Post-peak		0.13	0.242	1.26

ing process: the intermediate time between the time of crack initiation and the time of reaching the peak load, the time of reaching the peak load and the time of breaking the beam. These patterns are illustrated from the loading plane (middle surface), as shown in Figure 8. It shows that the crack patterns are similar for the two smaller loading velocities, whereas for 3000 mm/s, the crack is noticeably more advanced.

6 CONCLUSIONS

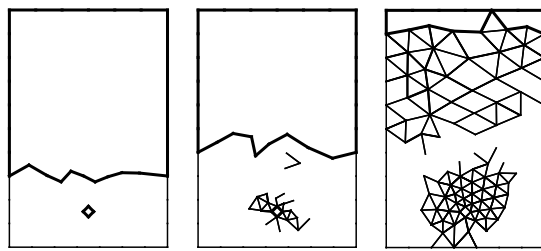
We have compared the numerical load-displacement curves to the experimental counterparts for three-point-bend beams lightly reinforced with steel re-bars. We have extracted numerically the crack tip velocity and CMOD history. The results suggest a two-stage crack propagation. The first stage corresponds to the stable crack advance, the second one, the unstable collapse of the beam. Both the crack tip velocities and the CMOD rate have a linear dependence depending upon the factor by which the loading velocity is scaled for the first slopes. The second slope does not depend on the loading velocity and hence it exhibits similar slopes for all loading velocities. The crack patterns advancing at different stages are also analyzed.

7 ACKNOWLEDGMENTS

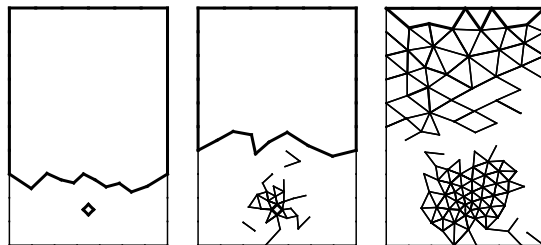
We would like to acknowledge the financial support from the *Dirección General de Investigación*, Spain, through Grant MAT2006-09105. Rena C. Yu thanks the *DGI*, Spain, for the funding from the *Programa Ramón y Cajal*.

References

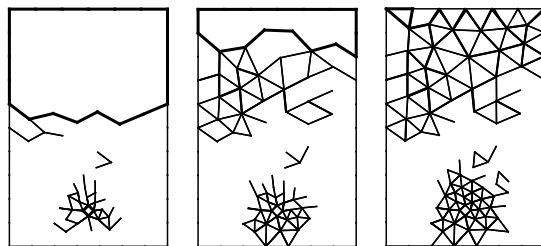
- [1] C. Bosco and A. Carpinteri. Fracture behaviour of beam cracked across reinforcement. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 17:61–68, 1992.
- [2] G. Ruiz, M. Elices, and J. Planas. *Size Effect and Bond-Slip Dependence of Lightly Reinforced Concrete Beams*, pages 67–98. Elsevier, ESIS Publication 24, Kidlington, Oxford, UK, 1999.
- [3] G. Ruiz. Propagation of a cohesive crack crossing a reinforcement layer. *International Journal of Fracture*, 111:265–282, 2001.
- [4] G. Ruiz, J. R. Carmona, and D. A. Cedón. Local fracture and steel-concrete decohesion phenomena studied by means of cohesive interface elements. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, page in press, 2006.
- [5] O. Hededal and I. B. Kroon. *Lightly reinforced high-strength concrete, M. Sc. Thesis*. University of Ålborg, Denmark, 1991.
- [6] R. Brincker, M. S. Henriksen, F. A. Christensen, and G. Heshe. *Size effects on the bending behaviour of reinforced concrete beams.*, pages 127–180. Elsevier, London, 1999.
- [7] N. M. Hawkins and K. Hjørsetet. *Minimum reinforcement requirement for concrete flexural members.*, pages 379–412. Elsevier, London, 1992.
- [8] N. M. Hawkins and K. Hjørsetet. *Bond of RC members using nonlinear 3D FE analysis*, pages 861–868. IA-FraMCoS, 2004.
- [9] M. R. Ben Romdhane and D. R. Ulm. Computational mechanics of the steel-concrete interface. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 26:99–120, 2002.



(a)



(b)



(c)

Figure 8: The main crack front advancing (the thick line within the frame) and micro crack formation (the thin lines which coincide with the element boundaries) for loading velocity of 7.5, 30, and 3000 mm/s.

- [10] R. C. Yu and G. Ruiz. Explicit Finite Element Modeling of Static Crack Propagation in Reinforced Concrete. *International Journal of Fracture*, page in press, 2006.
- [11] M. Ortiz and A. Pandolfi. Finite-deformation irreversible cohesive elements for three-dimensional crack-propagation analysis. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 44:1267–1282, 1999.
- [12] A. Pandolfi and M. Ortiz. An Efficient Adaptive Procedure for Three-Dimensional Fragmentation Simulations. *Engineering with Computers*, 18(2):148–159, 2002.
- [13] X. X. Zhang, G. Ruiz, and R. C. Yu. Combined strain rate and size effect in reinforced concrete, an experimental study. *Engineering Fracture Mechanics*, page submitted, 2006.
- [14] G. Ruiz, M. Ortiz, and A. Pandolfi. Three-dimensional finite-element simulation of the dynamic Brazilian tests on concrete cylinders. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 48:963–994, 2000.
- [15] G. Ruiz, A. Pandolfi, and M. Ortiz. Three-dimensional cohesive modeling of dynamic mixed-mode fracture. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 52:97–120, 2001.
- [16] G. T. Camacho and M. Ortiz. Computational modelling of impact damage in brittle materials. *International Journal of Solids and Structures*, 33 (20-22):2899–2938, 1996.
- [17] A. De Andres, J. L. Perez, and M. Ortiz. Elastoplastic finite-element analysis of three-dimensional fatigue crack growth in aluminum shafts subjected to axial loading. *International Journal of Solids and Structures*, 36(15):2231–2258, 1999.
- [18] R. C. Yu, G. Ruiz, and A. Pandolfi. Numerical investigation on the dynamic behavior of advanced ceramics. *Engineering Fracture Mechanics*, 71:897–911, 2004.
- [19] P. Rossi and E. Toulemonde. Effect of loading rate on the tensile behavior of concrete: description of the physical mechanisms. *Materials and Structures*, 29(186):116–118, Mar 1996.
- [20] S. Harsh, Z. J. Shen, and D. Darwin. Strain-rate sensitive behavior of cement paste and mortar in compression. *ACI Materials Journal*, 87(6):508–516, Sep-Oct 1990.
- [21] J. Planas, G. Guinea, and M. Elices. Stiffness associated with quasi-concentrated load. *Materials and Structures*, 27:311–318, 1992.

CARACTERIZACIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES GENERADAS POR DESBASTE PLANO EN Y-TZP

J.A. Muñoz-Tabares, N. Wackernie, Y. Gaillard, E. Jiménez-Piqué y M. Anglada

Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S. de Ingeniería Industrial, Universidad Politécnica de Cataluña, Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona.
E-mail: jose.alejandro.munoz@upc.edu

RESUMEN

En este trabajo se estiman las tensiones residuales inducidas en el proceso de desbaste plano y su influencia en la degradación hidrotérmica de Circona Tetragonal Policristalina dopada con Itria (Y-TZP). Bajo determinadas condiciones de desbaste plano que generan tensiones residuales de compresión, se encuentra que aumenta la resistencia a la degradación.

ABSTRACT

In this work are considered the residual stresses induced in the process of grinding and its influence in environmental degradation of Tetragonal Zirconia Polycrystalline doped with Ytria (Y-TZP). It is found that, under certain conditions of grinding that generate compression residual stresses, grinding increases the ageing resistance.

PALABRAS CLAVE: Circona, Desbaste, Tensiones residuales, Degradación.

1. INTRODUCCIÓN

La Circona Tetragonal Policristalina dopada con Itria (Y-TZP) ha sido empleada como biomaterial debido principalmente a una combinación excelente de propiedades tales como tenacidad, resistencia, estabilidad dimensional y química, biocompatibilidad y comportamiento al desgaste [1]. La principal aplicación de la circona en esta área es como material para la fabricación de la cabeza femoral en las prótesis de cadera, debido al poco desgaste que sufre. Sin embargo los fallos catastróficos ocurridos el año 2001, durante el cual se reportaron roturas de más de 400 cabezas femorales atribuidas a su envejecimiento acelerado, ha limitado su uso [2].

El fenómeno de degradación o envejecimiento se debe a la transformación de fase Tetragonal \rightarrow Monoclínico que se presenta en la superficie del material en medios acuosos. Este proceso es térmicamente activado [3,4], y tiene como consecuencia la pérdida de propiedades mecánicas y la fractura final de la pieza [5].

A menudo los componentes cerámicos de ingeniería deben ser desbastados después de la sinterización para poder alcanzar tanto la tolerancia exigida en las dimensiones finales como un acabado superficial aceptable. Es bien conocido que durante el mecanizado se inducen tensiones residuales y microfisuras en la región cercana a la superficie. Por este motivo, es importante realizar el mecanizado bajo un control estricto de manera que se pueda garantizar que se han eliminado las tensiones residuales y los defectos

introducidos durante el desbaste, o, por lo menos, que la influencia de éstos en el desempeño y fiabilidad final esté controlada. En todo caso, un tratamiento de recocido posterior al mecanizado puede eliminar estas tensiones residuales e incluso cicatrizar posibles fisuras introducidas durante éste.

Si embargo, si las tensiones residuales superficiales son de compresión, éstas son beneficiosas en vista a aumentar la integridad superficial siempre y cuando no se introduzcan al mismo tiempo defectos superficiales de tamaño superior a los defectos naturales pre-existentes [6]. En el caso del comportamiento a la degradación hidrotérmica, el estado de tensiones superficial es muy importante. Se ha encontrado, por ejemplo, que materiales que presentan tensiones residuales de tracción en su superficie son más susceptibles a la degradación [7]. Así mismo, un grano de circona que está sometido a compresión por el constreñimiento de la matriz circundante puede ser más resistente al envejecimiento [8,9].

En este trabajo se analiza como las tensiones residuales se manifiestan en términos del cambio en la tenacidad de fractura aparente en la superficie y su efecto en el comportamiento a la degradación hidrotérmica.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para este estudio se empleó circona tetragonal policristalina estabilizada con 2.5% molar de itria (2.5Y-TZP). El material en forma de barras de 8 mm de

diámetro está compuesto de fase tetragonal (> 99%) con tamaño de grano medio de 0.3 μm y densidad 6.003 g/cm^3 medida por el método de Arquímedes. Las probetas en forma de discos de 3 mm de espesor fueron obtenidas a partir del corte de las barras, y posteriormente pulidas empleando productos estándar de diamante hasta un grado de pulido final de 3 μm . Después se realizó un tratamiento térmico de recocido a 1200 $^{\circ}\text{C}$ durante una 1 h para aliviar tensiones residuales. Por último se hizo un pulido con sílice coloidal para eliminar el efecto de relieve de grano producto del tratamiento térmico.

El material así preparado fue mecanizado con un disco de desbaste MD-Piano 220 de Struers (tamaño de partícula \approx 65 μm) a una presión de 0.9 MPa, en una pulidora automática. Este valor se mantuvo constante y fue definido por un trabajo previo [10]. Para determinar el espesor de material afectado por el proceso de mecanizado se realizó una indentación Vickers a una carga de 15.62 Kg, sobre la superficie desbastada. Se midió la longitud de las grietas desarrolladas a partir de las esquinas de la huella residual, y se comparó dicho valor con las grietas desarrolladas en una probeta no desbastada (probeta de control). Posteriormente se pulió la superficie con pasta de diamante de 3 μm para eliminar una capa de material. Después se realizó otra indentación y se midieron las grietas generadas. Este procedimiento se repitió sucesivamente hasta que las grietas observadas alcanzaron la misma longitud que en la probeta de control, momento en el que se consideró que la capa afectada por tensiones producto del desbaste había sido completamente eliminada. La determinación del espesor eliminado durante el pulido de la superficie se midió a partir del cambio del área de una indentación Vickers realizada previamente, mediante la relación (1).

$$A = 24.504h_p^2 \quad (1)$$

En donde A es el área de la huella residual y h_p es la profundidad residual de la misma [11]. La rugosidad de las probetas desbastadas fue medida con un rugosímetro de contacto.

Para los ensayos de degradación se prepararon tres grupos de probetas. Dos de estos grupos consistieron en muestras desbastadas y posteriormente pulidas, uno con pasta de diamante de 3 μm y otro con sílice coloidal, con el objetivo de eliminar rugosidad sin eliminar completamente el efecto del desbaste. En el tercer grupo las muestras no fueron sometidas a ningún tratamiento de mecanizado.

Los ensayos de degradación hidrotérmica se realizaron en un autoclave a 134 $^{\circ}\text{C}$ durante 1, 2, 3 y 10 horas en vapor de agua y una presión de 1.8 bar. Los materiales degradados fueron caracterizados con microscopía de fuerza atómica.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Espesor de material afectado por el mecanizado

En las indentaciones realizadas sobre la superficie desbastada no fue posible detectar grietas, figura 1 a), debido, quizás en parte, a la rugosidad existente justo después del desbaste. Sin embargo, luego de pulir la superficie y observar la indentación se pudo establecer que estas grietas no estaban presentes, como se puede ver en la figura 1 b) lo cual se explicaría por la existencia de tensiones residuales de compresión.

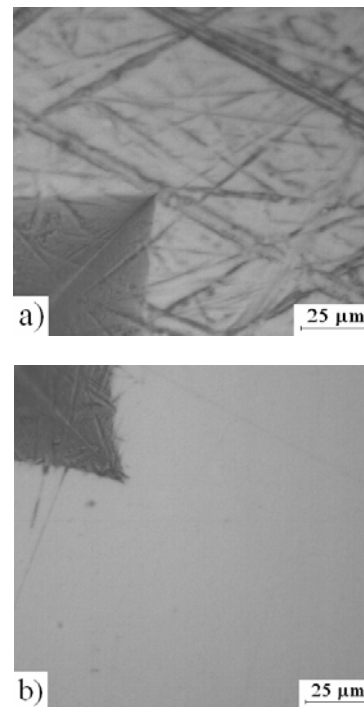


Figura 1. Detalle de la esquina de la indentación, a) superficie desbastada, b) superficie desbastada y pulida.

Luego de la sucesiva eliminación de material por pulido, se observó que al realizar nuevas indentaciones las fisuras inducidas empezaron a distinguirse. Sin embargo, estas fisuras alcanzaron longitudes claramente distintas en las diversas esquinas de la huella, e incluso en algunos casos no aparecieron en una o varias de éstas. Esto da lugar obviamente a una gran dispersión en las medidas.

Después de pulir la muestra hasta eliminar suficiente material, se pudo ver que las grietas formadas eran más homogéneas y aumentaban su longitud con respecto a las generadas en pasos de pulido anteriores. Esto indica que efectivamente las tensiones dejadas por el proceso de desbaste son de compresión, lo que provoca que la longitud de las grietas en la superficie sea menor que para el material sin desbaste.

En la figura 2 puede verse como para valores de aproximadamente 10 μm se alcanza un plató en la longitud de las fisuras, el cual corresponde a la longitud

de las fisuras en el material sin tensiones residuales de mecanizado.

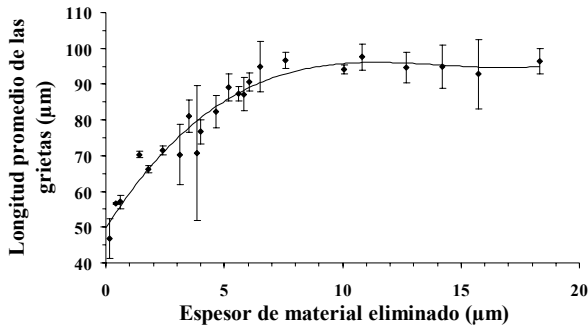


Figura 2. Promedio de la longitud de las fisuras en función del espesor de material eliminado.

En la figura 3 se puede ver que las longitudes de las fisuras generadas en la indentación realizada después de eliminar una capa de material de 12 μm , son muy similares y de longitud igual a las que se inducen en la circona no desbastada. Nótese que ahora aparecen en todas las esquinas de la indentación. Es decir, el comportamiento del material bajo indentación es prácticamente idéntico al del material original en el estado superficial previo al desbaste.

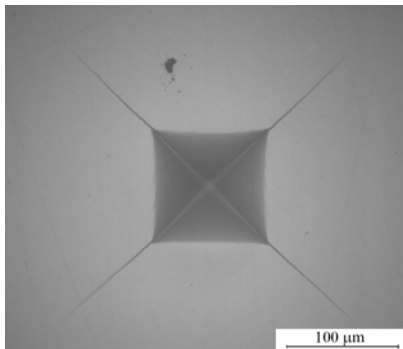


Figura 3. Fisuras generadas en la indentación realizada después de eliminar una capa de material de aproximadamente 12 μm , posterior al desbaste.

3.1. Estimación de las tensiones residuales a partir de la tenacidad aparente

Para materiales con tenacidad relativamente alta, como es el caso de los cerámicos de base circona, las grietas que se forman durante una indentación Vickers son generalmente de tipo Palmqvist. Por esta razón, se empleó la expresión propuesta por Niihara [12,13] para determinar la tenacidad de fractura:

$$K_{lc} = \beta \left(\frac{PH}{4l} \right)^{1/2} \quad \text{con} \quad \beta = 0.025 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.4} \quad (2)$$

En donde P es la carga de indentación, H es la dureza, E el módulo de Young y l la longitud de la grieta Palmqvist, figura 4.

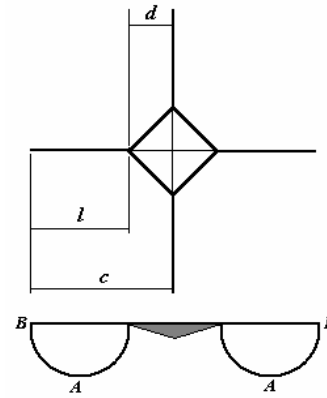


Figura 4. Esquema de una fisura Palmqvist.

Con esta expresión se calculó la tenacidad aparente en el material desbastado y en cada uno de los pasos de pulido. De esta manera se obtuvieron valores de tenacidad aparente que van desde 7.4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ en la superficie desbastada, hasta 5.4 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (misma tenacidad del material recocido) después de eliminar una capa de aproximadamente 10 μm .

Para estimar el valor de las tensiones residuales de compresión, se empleó el principio de superposición del factor de intensidad de tensiones aplicado en el punto B de la fisura, es decir:

$$K_{lc} = K_{lc}^A + K_I^R \quad (3)$$

En donde K_{lc} es la tenacidad de fractura del material libre de tensiones, K_{lc}^A es la tenacidad aparente con tensiones residuales y $-K_I^R$ es el factor de intensidad de tensiones debido a las tensiones residuales de tracción de magnitud igual a las de compresión. Suponiendo que éstas disminuyen linealmente con la profundidad, utilizamos aquí la expresión simplificada de K_I^R propuesta por de Portu y Conoci [14] para el punto B de la fisura, la cual es válida siempre y cuando la profundidad de la fisura sea muy superior a la profundidad (s) de las tensiones residuales de desbaste, figura6, entonces

$$K_I^R = \frac{\sigma_c s}{\pi^{1/4} (l/2)^{1/2}} \quad (4)$$

Donde σ_c es la tensión máxima en la superficie. Introduciendo la expresión (4) en (3) obtenemos:

$$\sigma_c s = \pi^{1/4} \Delta K_{lc} (l/2)^{1/2} \quad (5)$$

Siendo $\Delta K_{lc} = K_{lc} - K_{lc}^A$. De la expresión (5) y de los resultados experimentales mostrados en la figura 2 se pueden estimar la tensión residual originada por el desbaste en función de la profundidad, como se muestra en la figura 5.

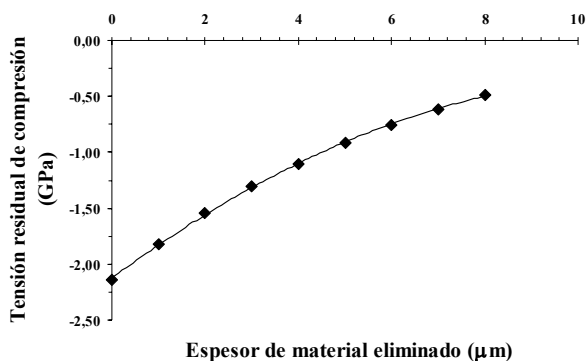


Figura 5. Tensiones residuales de compresión en función del espesor de material eliminado.

Se ha aplicado la condición de fractura en el punto B ya que en principio la existencia de tensiones residuales de compresión en los puntos cercanos a la superficie tiene una influencia mucho mayor en el factor de intensidad de tensiones en B que en el punto más profundo de la fisura (punto A). Por tanto, para una fisura de indentación, y en general para grietas semicirculares que puedan representar a los defectos naturales superficiales presentes en el material, la condición de crecimiento inestable de una fisura viene determinada por el factor de intensidad de tensiones en la superficie (punto B).

Se puede demostrar que la expresión (5) obtenida para una tensión residual que disminuye linealmente con la profundidad es generalizable a otros perfiles de tensiones residuales. Es decir, el producto de la tensión máxima por la profundidad de la capa de tensiones residuales es igual, salvo un factor constante, a la variación total de la tenacidad multiplicada por la raíz cuadrada de la longitud de la grieta inducida por indentación. Así, en el caso de una tensión residual constante o bien de una tensión que disminuye exponencialmente con la profundidad, se sigue cumpliendo la ecuación (5), la única diferencia es el valor de la constante que aparece en esta ecuación ($\pi^{1/4}$).

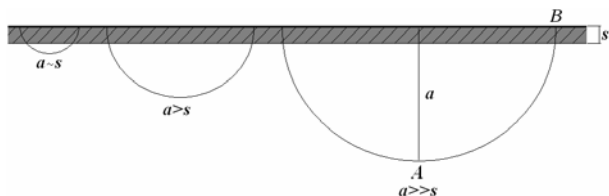


Figura 6. Grietas semicirculares superficiales con una capa de tensiones residuales de espesor igual a s .

Realizando los cálculos pertinentes se encuentra que siempre que se cumpla la hipótesis de que la capa de tensiones superficiales sea de espesor muy pequeño en comparación con la profundidad de la grieta, su influencia en el factor de intensidad de tensiones es poco sensible a la distribución de la tensión dentro de

esta capa. De hecho, esto es lo que cabe esperar ya que el proceso de rotura viene determinado por el factor de intensidad de tensiones y no solamente por la tensión.

Es importante notar que la influencia de las tensiones residuales será realmente mucho más importante cuando las grietas de indentación sean de tamaño comparable a la profundidad de la capa de tensiones residuales. Es decir, su influencia sobre la tenacidad de fractura aparente sería mayor si se utilizaran fisuras de indentación de tamaño mucho menor que las utilizadas en este trabajo. Sin embargo, en la práctica, para nuclear fisuras de indentación cuyo comportamiento esté descrito por el campo residual elástico, y a partir de las cuales se pueda estimar la tenacidad de fractura, es necesario que su longitud sea mayor que la longitud determinada por la diagonal de la huella. Por tanto, fisuras menores no cumplirían este requisito.

3.2. Efecto de las tensiones residuales de mecanizado en la degradación hidrotérmica de la Y-TZP

En la figura 7 se muestra la variación del porcentaje de fase monoclinica en la superficie de la circona, para diferentes estados de preparación superficial.

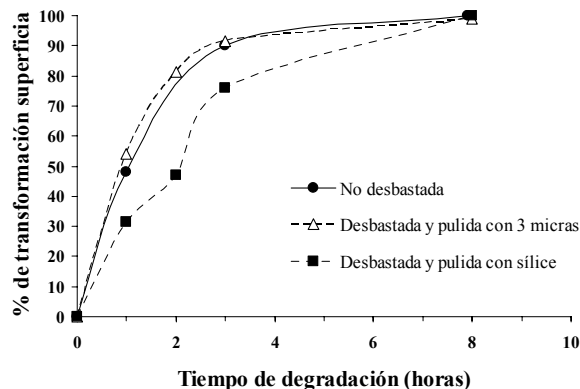


Figura 7. Porcentaje de fase monoclinica superficial en función del tiempo de degradación determinado por AFM.

En el proceso de pulido de las dos muestras de la figura 7, una con sílice coloidal y la otra con partículas de diamante, se eliminó aproximadamente un mismo espesor de material de entre 2 y 3 μm con el objetivo de poder utilizar la técnica de AFM sobre las muestras desbastadas. El relieve inducido por el desbaste con partículas de 65 μm de diámetro induce un relieve demasiado elevado que imposibilita la utilización de esta técnica para seguir la transformación superficial.

Una ventaja obvia de utilizar AFM es que se puede observar directamente la formación de fase monoclinica prácticamente a partir de cantidades insignificantes. Otras técnicas como rayos X o espectroscopia Raman miden promedios que provienen de zonas situadas en una capa de unas pocas micras de profundidad. Sin embargo, si durante el desbaste se produjera fase

monoclínica, después del pulido ésta no podría detectarse por AFM ya que el relieve inducido habría sido eliminado.

Se supone por tanto que no se induce fase monoclínica durante el desbaste realizado. Esto ha sido demostrado por rayos X en este trabajo y anteriormente por Juy [10]. También ha sido comprobado en algunas zonas de la muestra donde ha sido posible utilizar AFM.

Como puede observarse en la figura 7 el porcentaje de fase monoclínica superficial es menor en el material desbastado y luego pulido con sílice coloidal, en comparación con los otros dos grupos de muestras. Esto podría explicarse de dos formas distintas. La primera sería que la presión de desbaste produce en el material transformación a fase monoclínica, por lo que ésta no se observaría en la superficie después del envejecimiento, ya que el material estaría transformado previamente. Sin embargo, las medidas por rayos X realizadas sobre la superficie desbastada no muestran presencia de fase monoclínica, como se dijo anteriormente. La segunda razón sería que esta diferencia se deba a que las tensiones residuales de mecanizado inhiben la transformación.

El comportamiento del material desbastado y posteriormente pulido con diamante de 3µm fue similar al del material sin tensiones. Probablemente esto se deba a que el efecto de las tensiones residuales es eliminado o apantallado completamente por este tipo de pulido. Dado que la distribución de tensiones encontrada presenta un máximo en la superficie, el hecho de pulir la superficie desbastada para eliminar la rugosidad, también elimina las máximas tensiones de mecanizado que son además las que más contribuyen al factor de intensidad de tensiones al encontrarse muy cercanas a la punta de la grieta en B. Además el mecanizado con partículas de diamante de 3 µm no tan sólo elimina material sino que induce un acomodamiento de las tensiones inducidas por el desbaste basto inicial. En el caso del pulido con sílice coloidal, dado que la eliminación de material por esta vía es menos agresiva afecta menos el estado de tensiones en la superficie, y la influencia de las tensiones residuales de compresión originadas en el desbaste basto previo todavía influye en la degradación.

Por otra parte, este resultado también indica que las tensiones introducidas durante el proceso de pulido no son tan importantes como para disminuir la resistencia a la degradación del material recocido, al contrario de las conclusiones de Deville [15].

4. CONCLUSIONES

Se ha puesto de manifiesto en 2.5Y-TZP mediante la observación y análisis de las fisuras de indentación Vickers que el desbaste plano induce tensiones de compresión.

Mediante la eliminación de material desbastado por pulido, se ha puesto de manifiesto cómo cambian las tensiones residuales a partir de su efecto sobre la longitud de grietas de indentación, hasta alcanzar el mismo valor que para la muestra recocida.

Se puede concluir que las tensiones de compresión inducidas por el proceso de mecanizado retrasan el proceso de degradación hidrotérmica. Sin embargo, la necesidad de pulir la superficie para determinadas aplicaciones de resistencia al desgaste, elimina las tensiones de mayor magnitud y disminuye el efecto total.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia y Tecnología por la ayuda recibida a través del proyecto MAT 2005 – 01168. Al mismo tiempo, J.A. Muñoz-Tabares y Y. Gaillard desean agradecer a la Universidad Politécnica de Cataluña y al Ministerio de Educación y Ciencia, la beca y la ayuda Juan de la Cierva obtenidas, respectivamente.

REFERENCIAS

- [1] Piconi, C., Maccauro, G. “Zirconia as a ceramic biomaterial”, *Biomaterials* 20, pag. 1-25, 1999.
- [2] Chevalier, J. “What future for zirconia as a biomaterial”, *Biomaterials* 17, pag. 535-543, 2006
- [3] Yhosimura, M., “Phase stability of zirconia”, *American ceramic society bulletin* 67, pag. 1950-1955, 1998.
- [4] Lawson, S. “Environmental Degradation of zirconia ceramics”, *Journal of the European ceramic society* 15, pag. 485-502, 1995.
- [5] Masonis, J.L., Bourne, R.B., Ries, M.D., McCalden, R.W., Salehi, A., Kelman, D.C. “Zirconia femoral head fractures: A clinical and retrieval analysis”, *The journal of arthroplasty* 19, pag. 898-905, 2004
- [6] Kosmac, T., Oblak, O., Jevnikar, P., Funduk, N., Marion, L. “The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic”, *Dental materials* 15, 16, pag. 426-433, 1999.
- [7] Tsukuma, K, Kubota, Y., Tsukidate, T. *Thermal and mechanical properties of Y2O3 stabilized tetragonal zirconia polycrystals*, Claussen, N., Ruhle, M., Heuer, A.H. eds., *Advances in ceramics Vol 12, Science and Technology of zirconia II*, 1984, The American Ceramic Society, Inc., Columbus, Ohio, pp. 382-390.
- [8] Schmauder, S., Schubert, H. “Significance of internal stresses for the martensitic transformation in

yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystals during degradation”, *Journal of american ceramic society* 69, pag. 534-540, 1986.

[9] Schubert, H. Petzo, G. *Microstructural investigations on the stability of yttria-stabilized tetragonal zirconia*, Somiya, S., Yamamoto, N., Yanagida, H. eds., *Advances in ceramics Vol 24, Science and Technology of zirconia III*, 1988, The American Ceramic Society, Inc., Columbus, Ohio, pp. 21-28.

[10] Juy, A. *Influencia de las tensiones residuales de mecanizado en las propiedades mecánicas de Y-TZP*, Ph.D. Thesis, 221pag., UPC. Barcelona, España, 2004.

[11] Fischer-Cripps, A.C. *Nanoindentation*, 2ª edición, Springer-Verlag New York eds., 2004, United States of America, pp.26-27.

[12] Niihara, K., Morena, R., Hasselamm, D.P. “ A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics”, *Journal material science letter* 2, pag. 221-223, 1983.

[13] Hirvonen, A., Nowak, R., Yamamoto, Y., Sekino, T., Niihara K. “Fabrication, structure, mechanical and thermal properties of zirconia-based ceramic nanocomposites”, *Journal of the European Ceramic Society* 26, pag. 1497-1505, 2006.

[14] de Portu, G., Conoci, S. “Simplified Equation for evaluating the influence of surface residual stresses on the toughness of zirconia ceramics”, *Journal of american ceramic societ y* 80, pag. 3242-3244, 1997.

[15] Deville, S., Chevalier, J., Gremillard, L. “Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia”, *Biomaterials* 27, pag. 2186-2192, 2006.

ESTUDIO SOBRE LOS MECANISMOS DE FRACTURA EN HORMIGONES REFORZADOS SOMETIDOS A "SPALLING"**J.Orozco¹, M.García¹, C.Ferrer¹, F.Salas¹, A.Hospitaler², P.Maita³**

¹ Instituto Tecnología Materiales, Universidad Politécnica Valencia
Camino de Vera s/n, 46022 Valencia
E-mail: jaormes@cst.upv.es

² Departamento de Ingeniería de la Construcción, E.T.S. de Ingenieros Industriales,
Universidad Politécnica de Valencia, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia

³ Departamento de Tecnología Mecánica. I.U.T.J.A.A.. El Tigre. Estado Anzoátegui. Venezuela

RESUMEN

En el artículo, los autores desarrollan un estudio pormenorizado de la dinámica de fractura sobre baldosas de hormigón reforzadas con mallas poliméricas fijadas con polímeros superficialmente. Las probetas sometidas a carga térmica y flexión son monitorizadas mediante captadores de emisión acústica. Los fenómenos de fractura detectados son analizados comparativamente con un modelo por elementos finitos desarrollado para representar estadísticamente la interrelación entre la microfisuración por spalling y el refuerzo. El modelo así validado es la base para predecir el comportamiento resistente en situaciones estándar de carga de fuego.

ABSTRACT

On this paper the authors discuss fracture dynamics on polymer fiber superficially reinforced concrete tiles. Test samples are studied under flexural loads on different thermal situations. Tests are monitored for acoustic emission. Detected fracture phenomena are comparatively analysed through a finite element model, specially developed for an statistical representation of the model relating spalling microcracking to reinforcement. This modelled is validated for prediction on load behaviour under fire conditions.

PALABRAS CLAVE: Spalling, emisión acústica, hormigón reforzado

1. INTRODUCCIÓN

La durabilidad del hormigón, en general, ha sido clave en el comportamiento a largo plazo de las estructuras estando condicionada tanto por la química del cemento como por su interacción con las fibras de refuerzo. Cuando el hormigón reforzado es sometido a ambientes con carga térmica severa el aumento de la presión interna del agua sometida a temperaturas por encima de la de ebullición, genera tensiones locales elevadas que, en ocasiones puede producir una rotura explosiva [1-3].

Según la teoría más comúnmente aceptada [2], el hormigón de alta resistencia es especialmente susceptible a la rotura al bajar la permeabilidad de la masa cementícea. La extremadamente alta presión de vapor generada durante la exposición al fuego, queda retenida en el interior de la matriz no permeable generando tensiones de tracción en el material.

La rotura del hormigón se origina a partir de dos procesos simultáneos. El primero es un proceso termomecánico que se relaciona con los gradientes de dilatación térmica que se producen en la estructura. El segundo es un proceso termo hidráulico que se asocia

con la transferencia de masa en la red porosa (aire, vapor, agua), lo cual da lugar a un aumento de la presión y de su gradiente en los poros (4). El proceso de rotura es la conjunción de fenómenos termo-hidro-mecánicos.

Durante un incendio, la pérdida de hormigón producida por la rotura explosiva ocasiona que capas más profundas se expongan al fuego, aumentando así el acceso de calor a las capas internas de la estructura (2). Algunos investigadores proponen incorporar fibras de polipropileno al hormigón para evitar la rotura explosiva en presencia del fuego, así como el ulterior desconchado y acceso aumentando a secciones más amplias.

El comportamiento de las fibras es bastante diferencial según el intervalo de temperaturas considerado. Así hasta el rango 180°-360°C las fibras mantienen la suficiente cohesión para evitar el desmoronamiento de la masa de hormigón agrietada [5], mientras que por encima de esta temperatura el polipropileno arde dejando huecos, pues permanece tan solo hollín con un 5% del volumen original, lo cual permite que el vapor de agua escape.

Adicionalmente, el hormigón presenta una amplia variabilidad en la temperatura para la cual el fenómeno de spalling antes descrito comienza a manifestarse. Esta temperatura es función del contenido en agua, porosidad de la matriz, velocidad de calentamiento y temperatura máxima alcanzada [6].

La variabilidad de todos estos fenómenos requieren de una técnica que permita determinar cuando realmente están apareciendo grietas durante la carga del hormigón, pero antes de la pérdida de características resistentes. Al fijar esta temperatura se pueden determinar las diferentes regiones de comportamiento resistente modelizando de forma apropiada cada una de ellas y pudiendo establecer las bases de cálculo para hormigones reforzados con polipropileno en su sensibilidad al daño estructural por fuego.

2. OBJETIVO

La variabilidad de todos estos fenómenos requiere de una técnica que permita determinar cuando realmente están apareciendo grietas durante la carga del hormigón, pero antes de la pérdida de características resistentes.

Al fijar esta temperatura se pueden determinar las diferentes regiones de comportamiento resistente modelizando de forma apropiada cada una de ellas y pudiendo establecer las bases de cálculo para hormigones reforzados con polipropileno en su sensibilidad al daño estructural por fuego.

3. METODOLOGÍA

A fin de progresar hacia un modelo de daño se parte de una tipología industrial de baldosa de hormigón reforzada por polipropileno para acotar las variables de estudio.

Sobre estas baldosas se plantea una secuencia de ensayos de flexión para distintas temperaturas de probeta entre la temperatura ambiente y los 500°C.

Simultáneamente al ensayo se adquiere la información de emisión acústica a través de 2 canales para determinar el agrietamiento en la probeta al ser sometida a flexión.

Las probetas fracturadas son analizadas por microscopía electrónica de barrido (SEM) a fin de determinar el daño por spalling en la matriz y la situación de las mallas de refuerzo.

Por último, se analizan estadísticamente los datos microestructurales tras distintas temperaturas de ensayo a fin de introducirlos como parámetros de un modelo por elementos finitos del proceso de fractura.

3.1. Material

Se estudiaron baldosas comerciales para revestimientos exteriores anti-fuego conformadas a partir de cemento CEM II/B-M 42'5N con arena y grava finas en un espesor de 10 mm.

Estas baldosas vienen recubiertas superficialmente en ambas caras con una malla de polipropileno con fibras 0'4 mm de diámetro y una luz de 3 mm. La función de esta malla es contener al hormigón fracturado eventualmente por spalling.

Para fijar la malla superficialmente se utilizó una poliimida Kapton de DuPont con Tg de 400°C (ver fig.1). El espesor total de la baldosa es de 12'6 mm.



Figura 1. Probetas de material industrial

3.2. Experimental

En primer lugar se cortaron probetas a fin de realizar ensayos de flexión a 3 puntos según la norma UNE [7]. Para simular la carga de fuego se partía de una probeta calentada en horno durante 1 hora. El horno, previamente estabilizado a la temperatura de consigna, recibe la probeta desde la temperatura ambiente. Esta misma probeta es extraída del horno, tras el tiempo de permanencia, y ensayada de forma inmediata.

Se prepararon lotes de probetas para su ensayo a temperaturas entre la ambiente (25°C) y 500°C. Cada probeta fue monitorizada durante el ensayo mediante 2 captadores de emisión acústica conectados a un equipo Vallen para adquisición de datos. A fin de evitar dañar los captadores por la temperatura se interpuso una placa cerámica acústicamente acoplada con grasa térmica (ver fig.2).

Por último, se examinaron las fracturas por SEM, y se realizaron preparaciones metalográficas de secciones próximas a la central donde se cuantificaron los parámetros geométricos de áreas, perímetros y factor de forma (proyección máxima dividido por la proyección mínima de cada área) medios para cada constituyente microestructural por análisis de imagen.

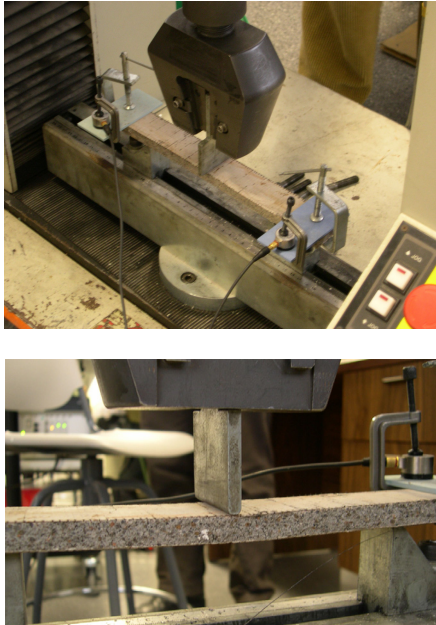


Figura 2. Montaje experimental para ensayo de flexión con monitorización acústica

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Las probetas ensayadas a flexión muestran una tendencia progresiva a la pérdida de características hasta los 400°C donde se reduce hasta el 50%. A partir de aquí desaparecen las propiedades rápidamente siendo nulas a 500°C. En la figura siguiente se presentan las curvas de ensayo a 25, 300 y 400°C.

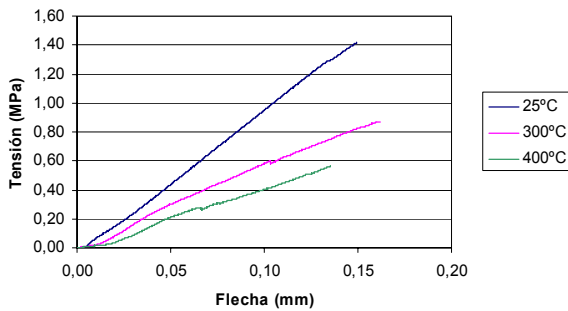


Figura 3. Ensayo de flexión

Estos resultados nos permiten caracterizar el hormigón como de baja porosidad y resistencia máxima al fuego hasta 200°C. Esto concuerda con la utilización de la capa polimérica externa. Adicionalmente, la malla de polipropileno tan solo actúa como contenedor de los fragmentos de hormigón en los que se fragmenta la matriz puesto que no se alcanza la temperatura de quemado del polipropileno antes de la pérdida de características. Por último, es necesario comentar que la temperatura real a la que se realiza el ensayo es del orden del 45% de la nominal de calentamiento por el enfriamiento de la probeta al salir del horno. En la figura 4 se muestra la temperatura real de ensayo para la probeta de 300°C.



Figura 4. Temperatura real de ensayo probeta 300°C

Por lo que respecta a las mediciones de emisión acústica se han filtrado las ondas acústicas capturadas (fig.5) eliminando los ruidos producidos en la contracción por el enfriamiento de la probeta utilizando un filtro paso bajo pues las frecuencias eliminadas corresponden a este tipo de emisiones.

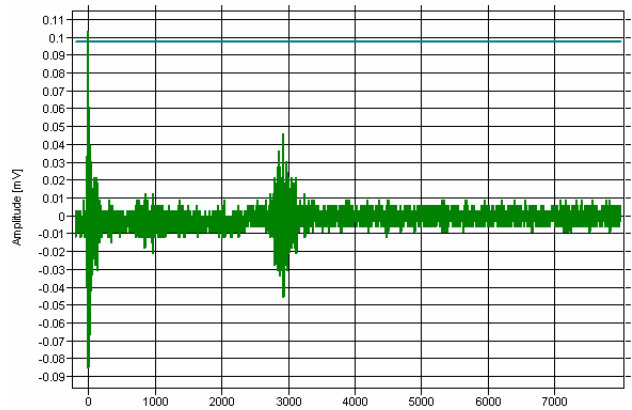


Figura 5. Espectro de emisiones acústicas en ensayo

Sobre la onda modificada se han evaluado el número de impactos acústicos para los ensayos y el número de grietas originadas a partir del gráfico de localización espacial de las mismas (ver gráficos tipo en figura siguiente).

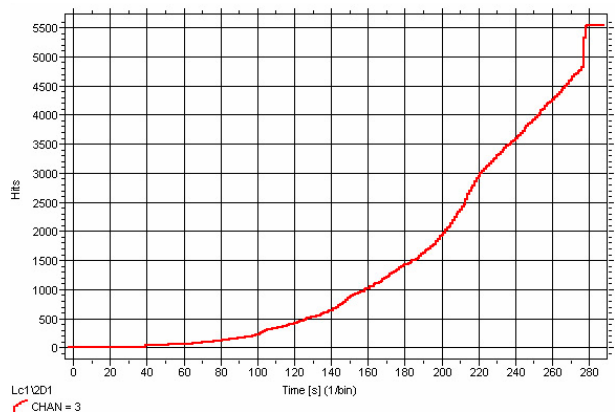


Figura 6. Gráfico de impactos acústicos acumulados

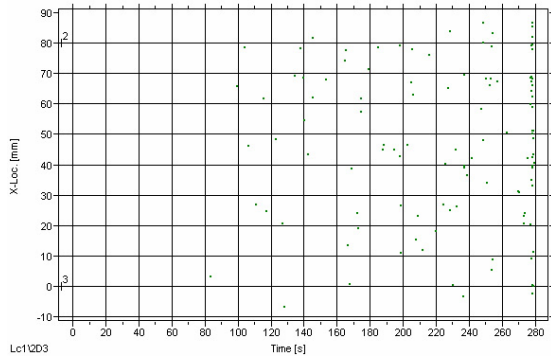


Figura 7. Gráfico de localización de grietas

A partir de estos ensayos se cuantifica la velocidad media de generación de impactos acústicos en cada ensayo y se representa esta en función de la temperatura obteniendo una ley exponencial a partir de los 300°C que es la temperatura a la que la reducción de la resistencia a flexión se dispara (ver figura siguiente).

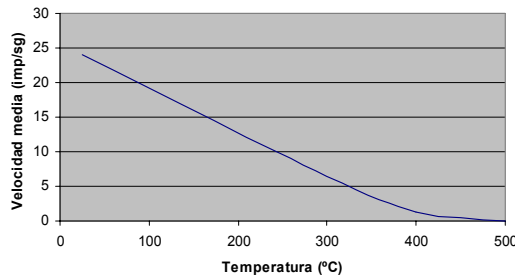


Figura 8. Evolución de la velocidad media de generación de impactos con la temperatura

Este aspecto se corrobora cuando se analiza el número de grietas que se generan durante el ensayo de flexión en función de la temperatura (fig.9).

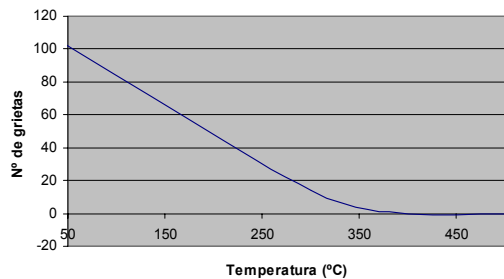


Figura 9. Evolución de la aparición de grietas en el ensayo de flexión a cada temperatura

A partir de estos datos podemos concluir que más allá de 300°C el hormigón ya está prefragmentado por el spalling y la resistencia a flexión residual tan solo depende del poder de contención de la malla de polipropileno. En consecuencia, cualquier incendio en fachada que alcance los 300°C implica la incapacidad de este revestimiento para seguir cumpliendo su función.

Adicionalmente se comprueba que hasta 250°C el daño en el hormigón por la temperatura no es limitante para su capacidad resistente dadas las características

mecánicas observadas y la ausencia de grietas de spalling en la fractura tras el ensayo. La presencia de microfisuras en la superficie de fractura tras el ensayo de flexión se revela por SEM. Así las primeras grietas atribuibles al spalling (figura 10) se muestran en fracturas a partir de los 300°C.

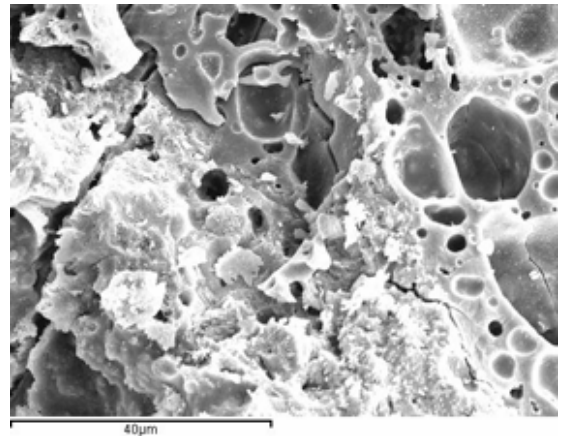
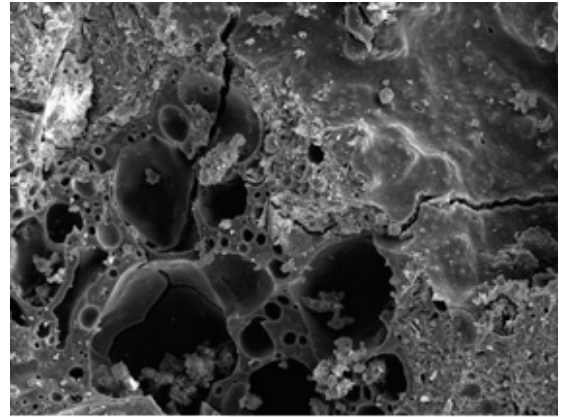


Figura 10. Spalling en fractura (probeta 300°C)

Por lo que respecta a la interfaz entre el hormigón, la capa polimérica y la fibra se observa una buena adherencia y estabilidad microestructural hasta los 350°C. Como se puede observar en la micrografía siguiente la estabilidad es muy buena.

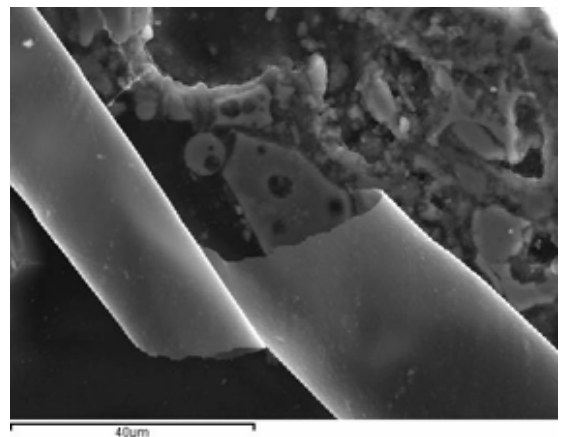


Figura 11. Interfaz superficie (fibra) hormigón

También se ha verificado que a partir de 300°C se produce una descohesión entre la capa polimérica con fibra (que aun mantiene cierta integridad) y el hormigón.

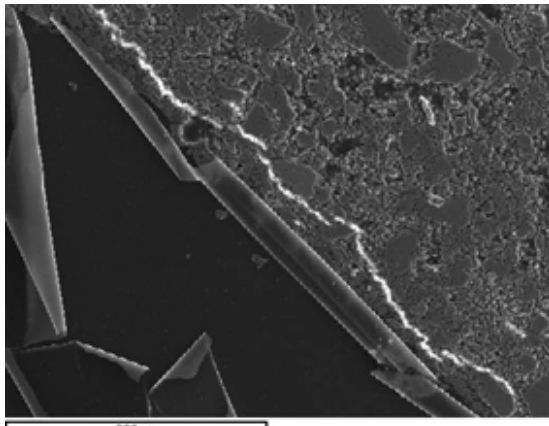


Figura 12. Grieta subsuperficial (probeta 300°C)

También es interesante comprobar que tan solo en las fracturas de las probetas de 500°C aparece rotura de fibras (fig.13) con pérdida de cohesión de la probeta.

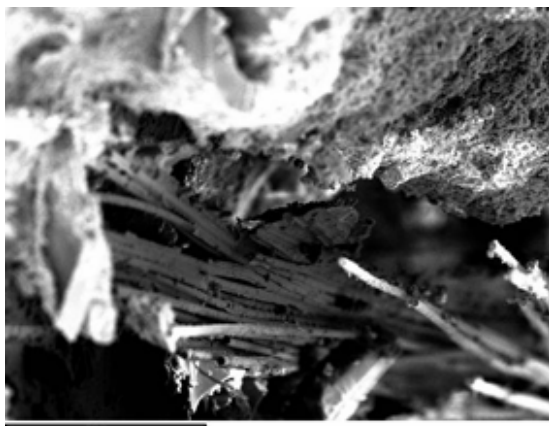


Figura 13. Fibras rotas polipropileno (probeta 500°C)

Por último, se han cuantificado por técnicas de análisis de imagen los parámetros geométricos de área de los poros (mm²), longitud de las microfisuras (µm) y factor de forma de los poros. En la tabla siguiente se exponen estos valores junto al módulo resistente (MPa) calculado para cada temperatura.

TABLA I – MORFOLOGIA Y MODULO

Temp (°C)	Area poros	Longitud d grietas	F. forma poros	Mód. res. (MPa)
25	0,31	0,01	1,02	9,95
300	0,55	0,14	1,32	5'62
400	1,32	0,4	1,48	4'33
500	1,81	0,5	1,51	-

Así pues se dispone ya de evidencias respecto a la evolución resistente del hormigón reforzado y su comportamiento en fractura. Tan solo falta aplicar los valores cuantitativos obtenidos (ver tabla I) para aplicar estos valores estadísticos en el modelo de cálculo.

4. MODELO DE CALCULO

Se acepta la hipótesis de Bernouilli según la cual las secciones planas permanecen planas después de la deformación (es decir, se acepta una ley lineal de deformaciones según la figura 14).

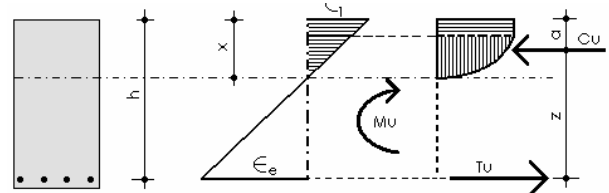


Figura 14. Esquema resistente de la probeta reforzada

Sobre este esquema se aplica un modelo de elementos finitos para el que se especifican valores de módulo resistente de los elementos a cada temperatura y conexión entre los elementos, introduciendo discontinuidad entre ellos de forma que su distribución estadística coincida con la evaluada por análisis de imagen del apartado anterior. Las propiedades del hormigón se introducen según [8], de forma homogénea en cada lámina. Para las fibras se consideran las propiedades del polipropileno a cada temperatura según [9]. Se supone continuidad entre fibras, capa externa y hormigón con las propiedades de la resina de poliimida [9].

La predicción a rotura se establece evaluando la tensión cortante en la capa de resina y utilizando como criterio de rotura la tensión de peeling límite [9] para la unión hormigón poliimida. También se introduce en el modelo una progresión de las discontinuidades (microgrietas) entre los elementos del hormigón coincidente con la velocidad de aparición de grietas determinada por emisión acústica. La predicción de carga de rotura se compara con los valores reales medidos en la tabla II.

TABLA II – CARGAS DE ROTURA CALCULADAS Y MEDIDAS

Temp (°C)	Tensión rotura calculada (MPa)	Tensión rotura medida (MPa)
25	1,45	1,4172
300	0,94	0,8725
400	0,62	0,5638
500	-	-

5. CONCLUSIONES

Las siguientes conclusiones han podido ser establecidas a partir de las experiencias y resultados expuestos:

- La resistencia a flexión de las baldosas ensayadas comienza a ser señalada a partir de los 300°C. Esta temperatura depende de la compacidad del hormigón, tipo de refuerzos, temperatura máxima alcanzada y velocidad de calentamiento.
- El daño residual tras el fuego es inaceptable también a partir de 300°C dada la presencia extensiva de microfisuras debidas al fenómeno de spalling.
- La presencia de fibras de refuerzo superficiales tiene un efecto mecánico de contención pero no influye en el spalling por no poder aportar vías que alivien la presión de vapor interna del material según sube la temperatura.
- Los poros y las microfisuras de spalling son los elementos determinantes para predecir el comportamiento resistente tras el fuego.
- La técnica de emisión acústica aporta datos muy valiosos sobre la dinámica de fractura. Con esta información se complementa el modelo matemático para incluir datos sobre la evolución de la microfisuración por spalling.
- Se ha conseguido establecer un modelo de cálculo por elementos finitos basado en la aplicación estadística de parámetros microestructurales, este modelo puede aportar una herramienta de valoración para el comportamiento de una estructura sometida al fuego dado el margen de error no superior al 10%.

Estos resultados tan solo son el comienzo de una línea de investigación que está comenzando y donde hay que profundizar en el estudio de todas las variables interrelacionadas a partir de las técnicas experimentales aquí descritas.

7. REFERENCIAS

- [1] Aitcin, P.C.; *The art and science of high performance concrete* (1999); available <http://www.qcl.com.au/pdf-files/highperfconcaitcen.pdf>
- [2] Kodur, V.K.R.; *Studies on the fire resistance of high resistance concrete at the national research council of Canada*; Proceedings of the International Workshop on the fire performance of high strength concrete; NIST Gaithersburg MD (1997) pp 75-82.
- [3] Bian, S.H.; Peng, G.F.; Zhao, Z.L.; Yi, Q.X.; “*Effect of various moisture contents, variety and dosage of fibers an explosive spalling and residual compressive strength of high performance concrete subjected to high temperatures*”; Environmental ecology and technology of concrete, 302-303: pp 618-623.
- [4] Kalifa, P. ; Menneteau, M.D.; Quenard, D. ; *Spalling and pore pressure in HPC at high temperature*; Cement and Concrete research n.30, 2000.
- [5] Kalifa, P.; Chéné, C.; Gallé, G. ; *High temperature behaviour of HPC with polypropylene fibers from spalling to microstructure*; Cement and Concrete research n.31, 2001.
- [6] Peng, F.; Chan, S.Y.N.; Song, Q.M.; Yi, Q.X.; *Effect of high temperature on concrete: a review*; Key Engineering Materials, vol.302-303 (2006), pp.138-149.
- [7] UNE-EN 843-1; “*Cerámicas técnicas avanzadas, cerámicas monolíticas, propiedades mecánicas a temperatura ambiente; parte 1: Determinación de la resistencia a la flexión*”.
- [8] Kachlakev, D.; Miller, T; *Finite element modeling of reinforced concrete structures strengthened with FRP laminates*; Report SPR-316 Oregon Department of Transportation Research Group (2001).
- [9] Ashby, M.; Shercliff, H.; Cebon, D.; *Materials Engineering, Science, Processing and Design*; Elsevier (2007).

**FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS
Y BIOMATERIALES**

FRACTURA DE FIBRAS DE SEDA REGENERADAS**G.R. Plaza¹, P. Corsini², J. Pérez-Rigueiro¹, M. Elices¹, E. Marsano², G.V. Guinea¹**

¹ Departamento de Ciencia de Materiales. ETSI Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid. 28040 Madrid.

² Dipartimento di Chimica e Chimica Industriale, Università di Genova, Via Dodecaneso 31-16146 Genova, Italia.

e-mail: gplaza@mater.upm.es

RESUMEN

Este trabajo se dedica al estudio del comportamiento mecánico en tracción de fibras regeneradas mediante un proceso de hilado en húmedo, para las cuales el disolvente utilizado durante el hilado es hidrato de N-óxido de N-metilmorfolina (N-methylmorpholine-N-oxide, NMMO). El análisis de su comportamiento mecánico en tracción simple, se ha completado con un análisis fractográfico de las superficies de rotura, en función de dos ratios de estirado durante el hilado: estirado durante la etapa de coagulación y estirado posterior a la coagulación. Se ha comprobado que mediante una adecuada combinación de ambos ratios puede obtenerse un amplio rango de propiedades mecánicas. El ratio de estirado post-coagulación determina si las fibras tienen un comportamiento dúctil o frágil. Estas fibras presentan unas propiedades mecánicas similares a las obtenidas en otros trabajos utilizando disolventes distintos, si bien la resistencia en tracción es aun inferior a la de las fibras de seda nativas.

ABSTRACT

The mechanical behaviour of wet spinning regenerated silk fibres is studied in this work. The solvent used is N-methylmorpholine-N-oxide (NMMO) hydrate. The characterization is done through simple tensile tests, analysing the fracture surfaces, as a function of the two drawing ratios: draw ratio during coagulation and post-spinning draw ratio. It has been found that combining adequately these ratios a wide range of mechanical properties can be obtained. The post-spinning ratio controls the brittleness of the fibres. These fibres possess similar properties to the fibres obtained in other works, where different solvents were used, but in all cases the strength of the regenerated fibres is smaller than the strength of native silk fibres.

PALABRAS CLAVE: *Bombyx mori*, seda regenerada, comportamiento mecánico.

1. INTRODUCCIÓN

Las fibras de seda de gusano de seda *Bombyx mori* se han utilizado durante milenios en la industria textil. Sus excelentes propiedades mecánicas, incluyendo elevada resistencia, extensibilidad y absorción de energía en rotura, hacen que sean ampliamente utilizadas y estudiadas. Las fibras nativas de seda de *B. mori* son un material proteico, constituidas por dos filamentos internos de fibroína (SF) y un recubrimiento adherente de sericina, que mantiene unidos ambos filamentos. Además de sus excelentes propiedades mecánicas, la fibroína es estable térmicamente hasta 140°C [1], biocompatible [2] y biodegradable [3].

Los capullos de seda de gusano de seda *B. mori* son una fuente natural de filamentos de fibroína, que puede extraerse mediante el desgomado de estos capullos. El desgomado es un proceso que elimina el recubrimiento de sericina en una disolución de agua caliente. La posibilidad de utilizar la fibroína como biomaterial en aplicaciones biomédicas impulsa un interés creciente en

el desarrollo de procesos de obtención de diferentes configuraciones de este material, como fibras de diferentes tamaños y bloques porosos para ingeniería de tejidos, controlando al mismo tiempo las propiedades mecánicas y químicas del material [4]. Además, el desarrollo de un proceso viable para obtener fibras de fibroína a partir de una solución de proteínas abre la posibilidad de producir fibras inspiradas en sedas naturales, como la seda de araña.

Las fibras de fibroína regeneradas se obtienen normalmente mediante hilado en húmedo, siendo un parámetro crítico la composición de la disolución de partida. Se han utilizado varios disolventes satisfactoriamente entre los cuales destaca el hidrato de óxido de N-metilmorfolina (N-methylmorpholine-N-oxide, NMMO) como un disolvente respetuoso con el medio ambiente: no es tóxico y es totalmente reciclable [5]. Debido a estas ventajas, este disolvente es el utilizado para producir fibras de celulosa de altas prestaciones (Lyocell) [6].

En este trabajo se ha estudiado el comportamiento mecánico en tracción de las fibras de seda regenerada, realizando un análisis fractográfico de las superficies de rotura. Se ha estudiado la influencia del proceso de fabricación del material considerando dos ratios de estirado durante el hilado: estirado durante la etapa de coagulación y estirado posterior a la coagulación. Se ha comprobado que mediante una adecuada combinación de ambos ratios puede obtenerse un amplio rango de propiedades mecánicas. Los resultados de los ensayos mecánicos son consistentes con las observaciones en microscopio electrónico de barrido de la superficie de rotura de las fibras.

2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1. Obtención de fibras regeneradas

El proceso de obtención de las fibras SF regeneradas tiene lugar en tres pasos: disolución de la seda de gusano de seda obtenida del capullo, preparación de la disolución e hilado. En la ref. [5] puede encontrarse una descripción detallada.

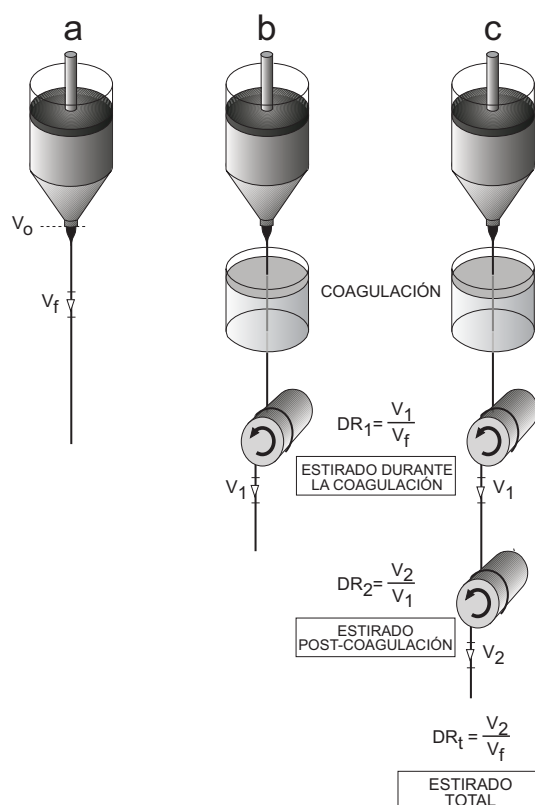


Figura 1. Esquema del proceso de hilado de las fibras.

Las fibras nativas de seda de *Bombyx mori* han sido suministradas por el Dr. G. Freddi, de la Stazione Sperimentale per la Seta (Milan, Italia) en forma de bloque poroso. Para preparar la disolución de proteínas, este material se dispersa en una disolución acuosa de NMMO a partes iguales en peso. La dispersión se concentra en vacío a 55°C y, seguidamente, se agita enérgicamente a 110°C durante 20 minutos, en

atmósfera de nitrógeno. Las burbujas de aire se expulsan mediante centrifugación a alta temperatura. Se ha comprobado que no se produce degradación del polímero, conservando un peso molecular de 200-220kDa [5].

En la figura 1 puede verse un esquema del proceso de hilado. Este tiene lugar en húmedo a 90°C . El diámetro de la hilandera es $100\ \mu\text{m}$ y la velocidad de extrusión es $V_0=8\text{m/min}$, que supone una velocidad teórica de deformación angular en la pared de $10700\ \text{s}^{-1}$. A la salida de la hilandera la fibra está en contacto con el aire a lo largo de 10mm, y después pasa por un baño coagulante de etanol a temperatura ambiente, estirada por un primer rodillo que impone una velocidad V_1 en la fibra. El mayor valor de esta velocidad para el cual la fibra no está traccionada se llama velocidad de hilado libre V_f . Cuando V_1 es superior a este valor, las fibras sufren estiramiento y se define el ratio de estirado durante la coagulación $DR_1=V_1/V_f$. Posteriormente, la fibra es estirada de nuevo por un segundo rodillo que impone una velocidad V_2 a la fibra. Se define el ratio de estirado post-coagulación como $DR_2=V_2/V_1$. El ratio total de estirado es $DR_t=V_2/V_f=DR_1\cdot DR_2$. Las fibras, recogidas en el segundo rodillo, se lavan en agua corriente durante 48h de modo que el NMMO es extraído completamente. Finalmente, se secan en vacío a 40°C durante 24h.

2.2. Ensayos mecánicos

Para llevar a cabo los ensayos mecánicos de las fibras, cada muestra se pega en un marco de papel de aluminio, con una longitud libre de 10mm. Los ensayos mecánicos se han llevado a cabo en una máquina Instron 3309-662/8501 unida a una cámara ambiental (Dycometal CCK-25/300) que permite controlar la temperatura y la humedad relativa durante el ensayo [7]. La fuerza se ha medido con una célula de carga de 10N con una resolución de 1mN (Instron 2530-428) o con una célula aún más precisa para las fibras de menor diámetro, de 100 mN y con una resolución de 0.1mN (HBM 1-Q11). La longitud instantánea de las muestras se ha medido con un extensómetro óptico (Keyence, LS7500) cuya resolución es $1\ \mu\text{m}$. Los ensayos se han realizado a 20°C y 35% de humedad relativa, a una velocidad de extensión de 0.1 mm/min, que corresponde a una velocidad de deformación de $1.7\times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$.

El diámetro de las fibras, tal y como quedan tras el proceso de hilado, se ha medido en dos pequeños fragmentos de 5mm, adyacentes a cada muestra ensayada a tracción. De cada fragmento se han tomado 3 micrografías en microscopio electrónico de barrido (SEM-JEOL 6300) y en cada micrografía se han realizado 4 medidas de diámetro. La precisión de cada medida se ha establecido en $0.3\ \mu\text{m}$, a partir del tamaño de un píxel de la imagen. Se ha asumido que la sección transversal de la muestra es circular y el área se ha calculado con el promedio de las medidas de diámetro. Además, cada muestra ensayada a tracción ha sido observada en microscopio electrónico para obtener una

micrografía de la superficie de rotura. Las conciones de observación en el microscopio han sido 10kV y 0.01-0.3nA.

A partir de las curvas de tracción, se han calculado los valores del modulo elástico (E), tension de rotura (σ_u) y deformación de rotura (ϵ_u).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla I se recoge el listado completo de carretes de fibra que se han utilizado en este trabajo.

Tabla 1. Listado de carretes empleados en el artículo.

Carret	V_1/V_f (DR ₁)	V_2/V_f (DR ₂)	V_2/V_f (DR _t)	D μm	E GPa	σ_u MPa	ϵ_u %
1	2	1	2	88±3.0	3.8±0.4	43±6	1.1±0.1
2	2	1.8	3.6	108±12	3.2±0.9	32±8	0.9±0.1
3	2	3.8	7.6	73±8	5.3±0.2	127±8	12.7±1.9
4	7	1	7	54±30	4.2±0.1	38±1	1.2±0.1
5	7	2.8	19.6	40±10	5.6±0.8	99±7	14.0±3.5
6	17	1	17	45±10	5.6±0.9	65±9	1.2±0.2
7	17	1.4	23.8	35±10	7.1±1.2	115±9	2.8±0.3
8	17	1.7	28.9	30±8	7.0±1.3	117±5	8.2±2.2
9	17	2	34	28±10	7.2±0.1	116±10	8.6±1.2
10	23	1	23	36±2	4.9±0.0	64±18	1.4±0.4
11	35	1	35	28±5	5.7±1.2	75±17	1.6±0.5
12	55	1	55	22±2	4.8±0.4	77±7	1.7±0.1

3.1. Diámetro de las fibras

La relación entre el diámetro de las fibras hiladas y los ratios de estirado se muestra en las figuras 2a y 2b, en las que cada punto corresponde a un carrete.

La figura 2a indica que el diámetro decrece en promedio al aumentar el ratio DR₁, aunque sólo este ratio no es suficiente para caracterizar la variación del diámetro. Como ejemplo, para DR₁=2.0 los diámetros de las fibras varían entre 70 y 110 μm, y para DR₁=17.0 la variación está entre 20 y 44 μm, dependiendo de DR_t (o de forma equivalente de DR₂). Los resultados de la figura 2a sugieren que el rango de diámetros que pueden alcanzar las fibras se reduce al aumentar DR₁. Debe tenerse en cuenta que a mayor ratio DR₁ menor es el rango de ratios de estirado total DR_t con los que se puede hilar.

La tendencia que siguen los diámetros es similar cuando se representan frente al ratio de estirado total DR_t (figura 2b). En esta figura se observa que los diámetros disminuyen en promedio al aumentar DR_t, aunque de nuevo pueden obtenerse diferentes diámetros para igual DR_t, variando DR₁.

Puede establecerse una correlación más precisa entre diámetro y ratio de estirado si se consideran conjuntamente los valores de DR₁ y DR_t (o DR₂). Para un valor dado de DR₁ los diámetros más pequeños

corresponden normalmente a los valores más altos de DR_t.

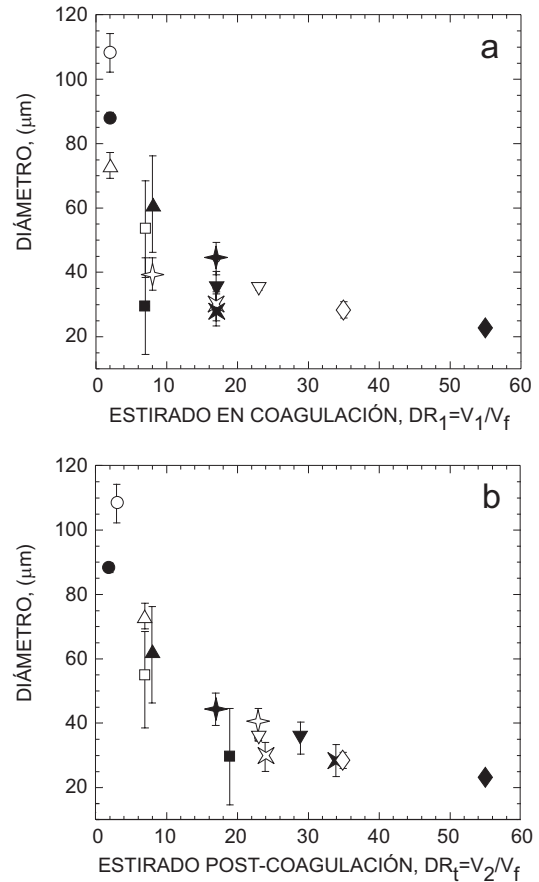


Figura 2. Diámetro medio de las fibras en función del ratio de estirado: a) durante la coagulación, b) post-coagulación

3.2. Comportamiento mecánico

La influencia de las relaciones de estirado en las propiedades mecánicas de las fibras SF regeneradas se ha analizado comparando las curvas tensión-deformación para muestras obtenidas con diferentes combinaciones de DR₁ y DR_t.

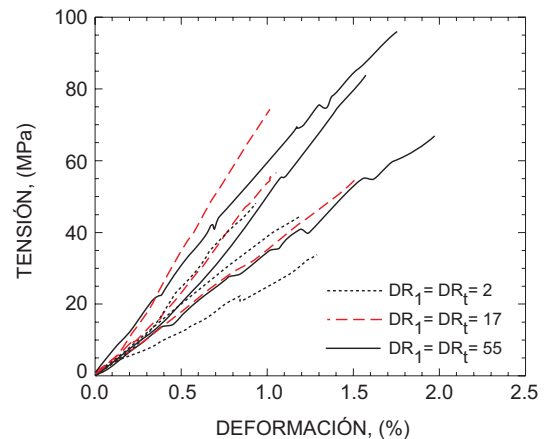


Figura 3. Curvas de tracción simple para carretes con DR₂=1.0 (por tanto DR_t=DR₁).

La figura 3 muestra las curvas tensión-deformación para fibras hiladas con $DR_1=DR_t = 2.0, 17.0$ y 55.0 . En todos los casos, se representan las curvas extremas superior e inferior y una curva intermedia de las ensayadas de cada carrete. Puede verse que ni los valores de las curvas tensión-deformación, ni su variabilidad, se ven afectados por el valor del ratio de estirado durante la coagulación. Las curvas son lineales y pueden presentar sólo pequeñas deformaciones hasta rotura.

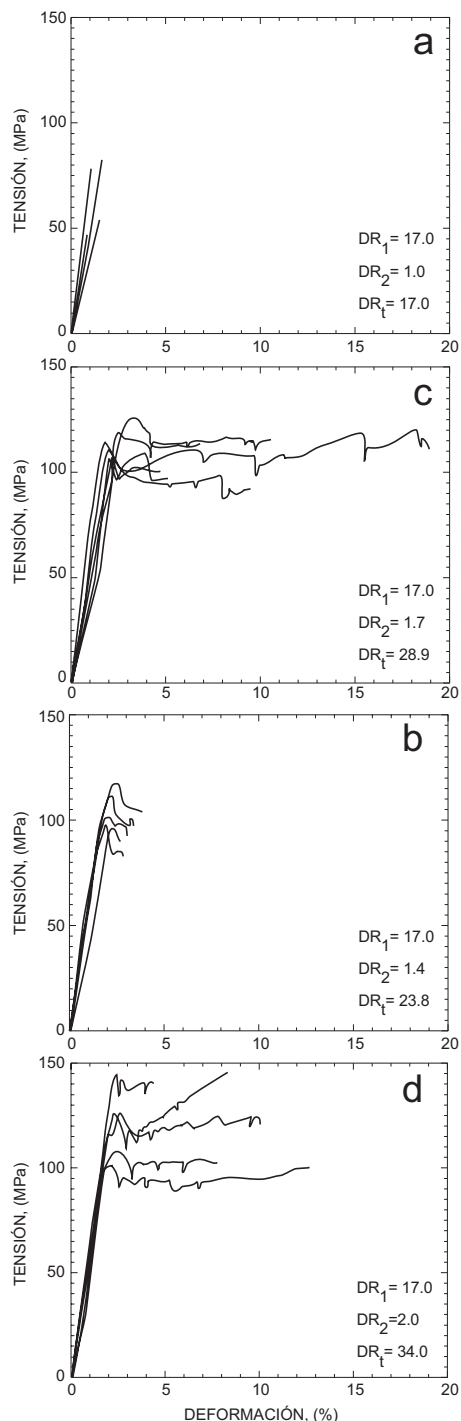


Figura 4. Curvas de tracción de fibras con diferente DR_2 (o equivalentemente diferente DR_t) e igual DR_1 .

Sin embargo, las figuras 4a-d muestran el comportamiento en tracción de muestras hiladas con el mismo DR_1 ($DR_1=17$) pero con diferente ratio total $DR_t=17.0, 23.8, 28.9$ y 34.0 (es decir, ratio post-coagulación $DR_2=1, 1.4, 1.7$ y 2). El valor $DR_1=17$ se ha elegido como valor intermedio, aunque ya se ha visto que DR_1 no influye en las propiedades mecánicas de las fibras regeneradas. La figura 4 muestra que el estirado de las fibras después de la coagulación conduce a un incremento en la resistencia a tracción y en la tensión de rotura de las fibras, aunque este incremento tiene un límite. De hecho, un ratio post-coagulación $DR_2=1.4$ hace que se alcance un límite de cedencia en las curvas de tracción y que se incremente notablemente la resistencia. Al incrementar el ratio post-coagulación hasta $DR_2=1.7$ no se modifica la tensión de cedencia apreciablemente, pero se produce un incremento notable en la tensión de rotura de las fibras. Valores superiores de este ratio no conducen a un comportamiento diferente de las fibras.

Por tanto, a partir de los resultados de las figuras 3 y 4, el comportamiento en tracción de las fibras SF regeneradas es independiente del ratio de estirado durante la coagulación, DR_1 , pero depende drásticamente del estirado aplicado después de la coagulación, caracterizado por el ratio DR_2 . Este segundo estirado tiene una influencia positiva en el comportamiento mecánico de las fibras, reduciendo su fragilidad. Sin embargo, esta mejora tiene un límite y por encima de un cierto ratio DR_2 (entorno a 1.7 para las fibras de la figura 4) no se produce un incremento de la deformación de rotura. Este efecto se ha observado en todas las fibras, independientemente de su ratio DR_1 .

3.4. Análisis fractográfico

Se ha visto en las figuras 3 y 4 que las fibras hiladas sin un estirado post-coagulación presentan un comportamiento frágil, que pasa a ser dúctil cuando el estiramiento post-coagulación es suficientemente alto. Se ha llevado a cabo un análisis fractográfico detallado para profundizar en esta hipótesis. La figura 5 muestra las curvas tensión-deformación de cuatro ensayos con fibras que combinan diferentes valores de los ratios de estirado durante coagulación y de estirado post-coagulación. La figura muestra también las superficies de fractura correspondientes, identificadas con la misma letra.

Las imágenes 5a y 5b muestran superficies de fractura de muestras que rompieron dentro del tramo lineal de la curva de tracción. Pueden verse amplias zonas planas, que habitualmente se asocian a un comportamiento frágil. Este tipo de fractura es característico de las fibras cerámicas, aunque también puede encontrarse en fibras cerámicas, como la lycra [8]. El comportamiento frágil se asocia a la ausencia de mecanismos de disipación de energía que puedan dificultar la propagación de las fisuras.

Las imágenes 5c y 5d corresponden a las superficies de fractura de fibras con comportamiento dúctil. En este caso, la morfología es globular, característica de fibras hiladas a apartir de una disolución. El origen de la estructura granular se asocia a la presencia de disolvente ocluido tras la coagulación [8]. Los huecos dejados por el disolvente colapsan por secado y se deforman durante el estirado.

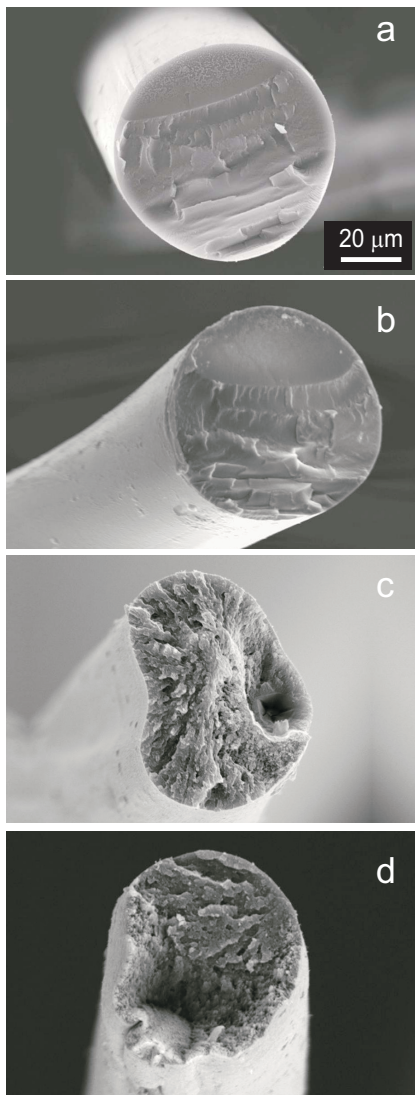
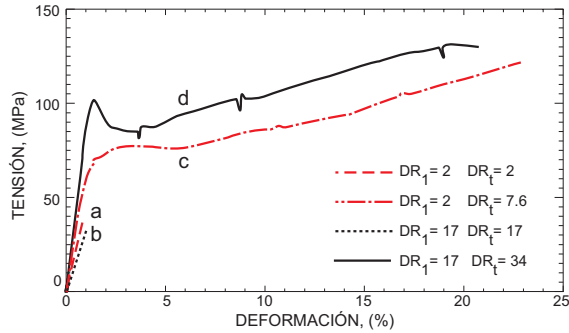


Figura 5. Curvas de tracción y fractografías seleccionadas. Las letras identifican la curva de cada imagen. Todas tienen la misma magnificación.

3.5. Comparación con fibras de seda nativas

El desarrollo de un proceso de hilado de fibras de seda regenerada incluye el objetivo de igualar las propiedades mecánicas de las fibras de seda nativas. El comportamiento en tracción de éstas últimas se ha estudiado previamente en otros trabajos [9,10], por lo que se puede comparar fácilmente las curvas tensión-deformación de las fibras regeneradas y nativas.

Las curvas tensión-deformación de las fibras nativas dependen del método de obtención. De hecho, como se muestra en la figura 6, se ha encontrado que las fibras obtenidas mediante hilado forzado pueden ser aproximadas por dos segmentos rectos de diferente pendiente (el hilado forzado se realiza extrayendo la fibra manualmente, previamente a que sea pegada en el capullo de seda que construye el gusano) [10]. En cambio, las fibras obtenidas por desgomado de los capullos de seda muestran una gran variedad de curvas tensión-deformación como se ilustra en la figura 6 y cuyo rango de propiedades se recoge en la Tabla II. El desgomado produce normalmente una reducción del modulo elástico, pero las fibras desgomadas pueden alcanzar una resistencia en tracción superior a las de las fibras obtenidas por filado forzado.

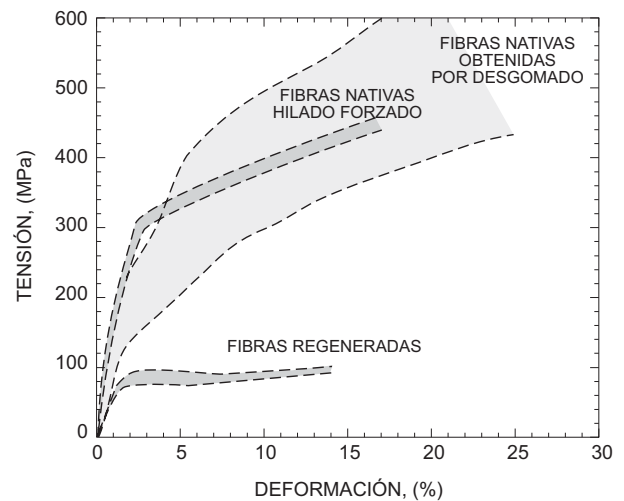


Figura 6. Rango de curvas tensión-deformación para fibras nativas de seda *B. mori* obtenidas por hilado forzado y por desgomado de los capullos, y fibras de seda regeneradas. Las curvas de las fibras nativas se han obtenido de las ref. [9] (fibras desgomadas) y ref. [10] (hilado forzado).

Las curvas tensión-deformación de las fibras SF regeneradas dúctiles son cualitativamente similares a las fibras nativas obtenidas por hilado forzado, como se muestra en las figuras 4 y 6, aunque hay algunas diferencias significativas. Las propiedades mecánicas en tracción de las fibras obtenidas por hilado forzado se comparan con las fibras regeneradas en la Tabla II. En dicha tabla puede verse que las fibras SF regeneradas que han sufrido un estirado post-coagulación

suficientemente elevado tienen un módulo elástico y una tensión de cadencia notablemente inferiores, aunque la deformación en rotura es comparable.

Puesto que las fibras SF regeneradas y las fibras nativas de *B. mori* contienen una fracción en volumen de microcristalitas β similar, las diferencias en el comportamiento mecánico deben ser debidas a la orientación de estas zonas cristalinas y al diferente alineamiento de las moléculas en las regiones amorfas. Las cadenas de proteína están menos alienadas en las fibras regeneradas que en las fibras nativas [5]. La diferencia de alineamiento es más pequeña en fibras que han sufrido un estiramiento post-coagulación, sin embargo es claro que el estirado post-coagulación no es suficiente para alcanzar las propiedades de las fibras nativas.

Tabla II. Comparación de las propiedades mecánicas de las fibras de seda nativas, obtenidas por desgomado y por hilado forzado, y de las fibras de seda regenerada (se ha tomado como representativo el carrete 10).

Fibra	E GPa	σ_u MPa	ϵ_u %
Fibras nativas, hilado forzado ¹⁰	18.0±0.3	440±30	19.0±2.0
Fibras nativas desgomadas ⁹	9-17	300-600	10.0-2.5
Fibras regeneradas (carrete 10)	7.2±0.1	116±1	8.6±1.0

4. CONCLUSIONES

Los ratios de estirado durante coagulación y post-coagulación tienen un efecto muy diferente durante el procesamiento de las fibras SF regeneradas. Tanto la microestructura como las propiedades mecánicas en tracción de las fibras que no han sufrido un estirado post-coagulación son independientes del valor del ratio de estirado durante la coagulación. Las fibras regeneradas contienen una fracción volumétrica de microcristalitas β similar a las fibras nativas de gusano de seda *B. mori*, pero están orientadas isotrópamente [5]. Sus curvas tensión-deformación son lineales hasta la rotura y sus superficies de fractura muestran un aspecto frágil, similar al de fibras cerámicas. La orientación de las microcristalitas β puede incrementarse por estirado post-coagulación [5]. Las fibras que han sufrido un estirado post-coagulación suficiente tienen un comportamiento dúctil, caracterizado por una deformación de rotura similar a las fibras nativas de *B. mori*, y superficies de fractura de aspecto granular. El incremento de ductilidad de las fibras se consigue incluso con pequeños valores del ratio de estirado post-coagulación, pero la mejora de resistencia y ductilidad de las fibras está limitada y no es posible alcanzar los valores de las fibras nativas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Mario Traverso su ayuda en la línea de hilado y a José Miguel Martínez su ayuda en la elaboración de las figuras. El trabajo se ha llevado a cabo en el marco del proyecto 2004.1583/10.8441 financiado por la Fondazione Cariplo (Milano, Italy), y por el Ministerio de Educación y Ciencia a través de los proyectos MAT 2003-04906 y MAT 2006-04387. Los autores agradecen también el soporte financiero de la Comunidad de Madrid a través del programa ESTRUMAT-CM (reference MAT/77).

REFERENCIAS

- [5] Marsano E, Corsini P, Arosio C, Boschi A, Mormino M, Freddi G. *International Journal of Biological Macromolecules* 34, pp. 179-188, 2005.
- [1] Nakamura S, Magoshi J, Magoshi Y. In: Kaplan D, Adams WW, Farmer B, Viney C, editors. *Silk Polymers*, Washington: American Chemical Society, pp. 211-221. 1994.
- [2] Altman GH, Diaz F, Jakuba C, Calabro T, Horan RL, Chen J, et al. *Silk-based biomaterials*. *Biomaterials* 24(3), pp. 401-16. 2003.
- [3] Li M, Ogiso M, Minoura N. *Enzymatic degradation behavior of porous silk fibroin sheets*. *Biomaterials* 24(2), pp. 357-65. 2003
- [4] S. Hofmanna, H. Hagenmüller, A.M. Koch, R. Müller, G. Vunjak-Novakovic, D.L. Kaplan, H.P. Merkle and L. Meinel. *Control of in vitro tissue-engineered bone-like structures using human mesenchymal stem cells and porous silk scaffolds*. *Biomaterials* 28 (6), pp. 1152-1162. 2007.
- [6] Fink HP, Weigel P, Purz HJ, Ganster J. *Progress in Polymer Science* 26, pp. 1473-1524. 2001.
- [7] Plaza GR, Guinea GV, Pérez-Rigueiro J, Elices M. *Thermo-hygro-mechanical behaviour of spider dragline silk: glassy and rubbery states*. *Journal of Polymer Science B: Polymer Physics*. 44, pp. 994-999. 2006.
- [8] Hearle JWS. In: Elices M, Llorca J, editors. *Fiber Fracture*, Amsterdam: Elsevier, pp. 57-71. 2002.
- [9] Pérez-Rigueiro J, Viney C, Llorca J, Elices M. *Journal of Applied Polymer Science* 70, pp. 2439-2447. 1998
- [10] Pérez-Rigueiro J, Elices M, Llorca J, Viney C. *Journal of Applied Polymer Science* 82, pp. 1928-1935. 2001

CARACTERIZACIÓN VISCOELÁSTICA DEL DISCO DE LA ARTICULACIÓN TÉMPOROMANDIBULAR DE BOVINOS

P. Fernández Fernández, M.J. Lamela Rey, A. Fernández Canteli

Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación. EPS Ingeniería de Gijón.
Campus de Viesques. 33203 Gijón.
e-mail: mjesuslr@uniovi.es

RESUMEN

En el presente artículo se pretende definir un modelo biomecánico representativo del comportamiento viscoelástico del material del disco de la articulación témporomandibular (ATM) de bovinos, con el fin de analizar los posibles desórdenes de funcionamiento en la ATM humana. Dado que las propiedades mecánicas del disco varían en función de diferentes factores, este estudio se centra en la evaluación de la respuesta viscoelástica del disco bajo compresión en ensayos de relajación de tensiones, fluencia y carga cíclica, utilizando un equipamiento que permite simular las condiciones reales de trabajo del material en medio líquido y a 37 °C de temperatura. Para ello, mediante series de Prony, se proponen modelos generalizados de Maxwell y Kelvin de ocho términos para el ajuste de los datos obtenidos en los ensayos de relajación y fluencia.

ABSTRACT

The aim of this paper is to find out a biomechanical model for the viscoelastic behaviour of the material of the bovine temporomandibular joint (TMJ) disc, in order to analyze several possible disorders in the human TMJ. Since the mechanical properties of the disc change due to different factors, this study is focussed to evaluate its viscoelastic response under compression in stress-relaxation, creep and cycling loading tests, using an equipment that allows us to simulate the real function conditions of the material in a liquid medium at 37 °C of temperature. In order to fit the data obtained from the relaxation and creep tests, generalized Maxwell and Kelvin models of eight terms are proposed, using Prony's series.

PALABRAS CLAVE: Biomecánica, Viscoelasticidad, Programas experimentales.

1. INTRODUCCIÓN

Las articulaciones témporomandibulares (ATMs) están situadas justo delante de los oídos, donde el maxilar inferior se conecta con el hueso temporal del cráneo, tal como se indica en la figura 1. Los ligamentos, tendones y músculos que sostienen estas articulaciones garantizan el amplio conjunto de movimientos de la mandíbula.

La ATM es la articulación más compleja del cuerpo humano, puesto que permite realizar movimientos de apertura y cierre, lateralidad, protrusión y retrusión mandibular, combinando rotaciones y traslaciones. Por ello, especialmente durante la masticación o en parafunciones como el bruxismo, la sollicitación en sus componentes puede alcanzar valores altos de cargas. A esto se añade la repetitividad de estas sollicitaciones a todo lo largo de la vida del individuo.

Se puede estimar que un 30% de la población está en mayor o menor grado afectada de disfunciones en la articulación de la mandíbula. Según se puede constatar en la bibliografía especializada, la mayor parte de los estudios realizados sobre la ATM se han centrado en

una perspectiva estática, debido posiblemente a la complejidad que conlleva el modelado numérico de la dinámica de esta articulación, tanto en humanos como en animales [1] y [2].

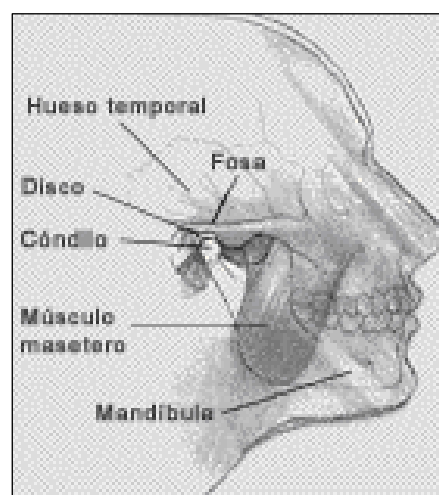


Figura 1. Localización y componentes de la articulación témporomandibular.

Aunque aún no está totalmente resuelto el análisis de la distribución de esfuerzos y deformaciones en la ATM bajo distintas sollicitaciones, los resultados obtenidos en investigaciones biomecánicas previas aportan un buen conocimiento del comportamiento de la ATM durante su funcionamiento normal y anómalo, así como del papel que desempeñan el disco y el resto de los componentes de la articulación [3] y [4].

Desde el punto de vista patológico, tampoco está plenamente probada la evolución de la degradación de la ATM, pero ésta parece responder básicamente a una alteración funcional del disco articular. Por lo tanto, desde un enfoque de análisis numérico o experimental, el disco articular debe recibir una atención preferente, por ser el elemento clave en la transmisión y disipación de fuerzas y por jugar un papel primordial en la aparición de luxaciones, al permitir desplazamientos del cóndilo mandibular fuera de su posición de referencia o de descanso [5] y [6].

Histológicamente, el material del disco de la ATM es un fibrocartilago, similar al menisco de la rodilla, que está constituido por un fluido viscoso y una malla de fibras de colágeno con proteoglicanos intersticiales. De esta forma, mientras las fibras de colágeno aportan elasticidad al disco, los proteoglicanos aumentan su resistencia, especialmente a compresión [7]. A su vez, la microporosidad de la estructura molecular del conjunto permite que el fluido, formado principalmente por agua, tenga movilidad dentro y a través del material [8].

Como se puede apreciar en la figura 2, el disco de la ATM es de forma aproximadamente oval y presenta un espesor variable según las diferentes zonas. Sus porciones más gruesas son las que se sitúan en la zona central (almohadilla retrodiscal) y en las bandas anterior y posterior. Existen estudios que demuestran la correlación entre las características mecánicas de las diferentes zonas y la distribución de sus constituyentes, determinando la dirección medio-lateral (M-L) como la más influyente en la actividad funcional del disco [9].

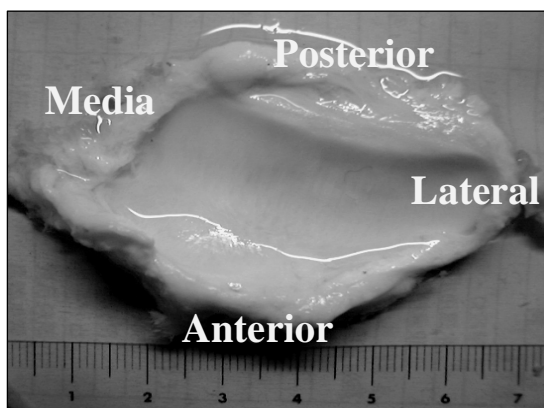


Figura 2. Imagen de un disco de la ATM de vaca con indicación de sus zonas más representativas.

2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Ante la imposibilidad de contar con un número suficiente de discos de ATM humana, el programa experimental se realizó con discos de bovino, en particular de vaca que, aunque de mayores dimensiones, presentan una forma y composición similar a los discos humanos.

Para asegurar la conservación del material, una vez extraídos cada par de discos de un animal, se congelaron sumergidos en solución salina dentro de recipientes herméticos. Asimismo, antes de cada ensayo, se cortaron y prepararon las muestras con el material parcialmente congelado para después proceder a su total descongelación.

Al no tener registrada la edad de los animales, no fue posible asegurar la homogeneidad de esta variable en los discos de vaca suministrados. Esto añadió dispersión en los resultados obtenidos, debido a la variación de las propiedades mecánicas del disco articular con el envejecimiento del material [10].

El equipamiento de laboratorio utilizado fue un Analizador Dinamomecánico DMA RSA3 de la empresa TA Instruments, que permite la realización de ensayos en seco y en medio líquido a diferentes temperaturas. En este trabajo los ensayos se realizaron con la muestra inmersa en suero salino y a una temperatura controlada de 37 °C, tratando de simular las condiciones reales de trabajo del disco en el cuerpo humano.

Además, para evitar la desecación del material durante los ensayos, que podría propiciar resultados erróneos, se diseñó y construyó un accesorio especial de plástico, adaptado al utillaje y al horno del equipo, tal como se muestra en la figura 3.

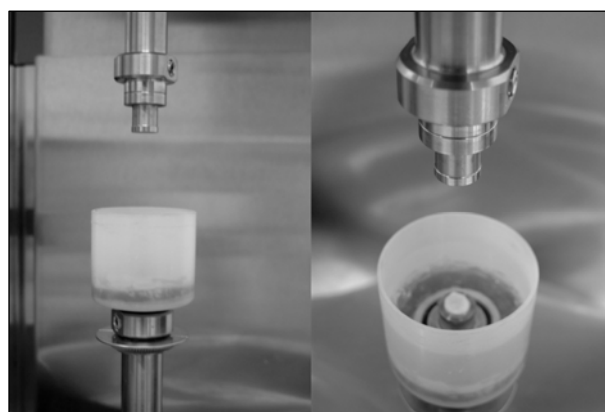


Figura 3. Accesorio adaptado al equipo DMA RS3 para la realización de ensayos en medio líquido.

A pesar de que teóricamente los ensayos viscoelásticos de relajación de tensiones, fluencia y carga cíclica conducen a parámetros equivalentes, convertibles entre sí, la transformación entre ellos suele presentar algunas

discrepancias. Por tal razón y atendiendo a que la sollicitación real en la ATM parece responder más al caso de carga cíclica, en el programa experimental de este artículo se abarcaron los tres tipos de ensayos bajo sollicitación de compresión.

Como descripción general de cada tipo de ensayo, cabe recordar que el ensayo de relajación proporciona la tensión en función del tiempo al imponer una deformación constante en el material, que el ensayo de fluencia suministra la deformación producida en función del tiempo al aplicar una tensión constante en el material y que el ensayo de carga cíclica mide la tensión o deformación producidas en el material al aplicar una deformación o tensión senoidal, respectivamente.

2.1 Ensayos de relajación de tensiones

Como ya se comentó anteriormente, al ser la dirección medio-lateral (M-L) la más representativa en la actividad funcional del disco, a lo largo de esta orientación se extrajeron cuatro muestras circulares de 8 milímetros de diámetro en cada unidad mediante un sacabocados, ver figura 4.

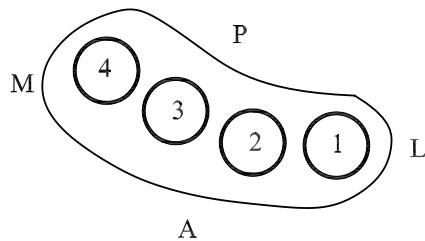


Figura 4. Localización de las muestras para los ensayos de relajación de tensiones y fluencia.

Con el fin de determinar la variación local y la dependencia del material con la deformación inicial impuesta, ϵ_0 , se ensayaron varias muestras por zona, aplicando cuatro niveles de deformación correspondientes al 10, 15, 20 y 25%.

A partir de los resultados obtenidos para el módulo de relajación a compresión, $E(t)$, tal como muestra a modo de ejemplo la figura 5 para una deformación del 15%, se observa una respuesta diferenciada del material según la zona del disco, ratificando la variación local de sus propiedades mecánicas.

Asimismo, en la figura 6, que representa el valor medio de $E(t)$ para todas las zonas del disco, se pone de manifiesto la influencia de la deformación impuesta y la no-linealidad del material [11].

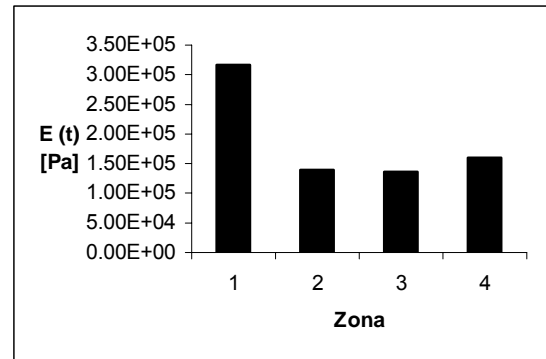


Figura 5. Valor medio del módulo de relajación a compresión, $E(t)$, según la zona para un $\epsilon_0 = 15\%$.

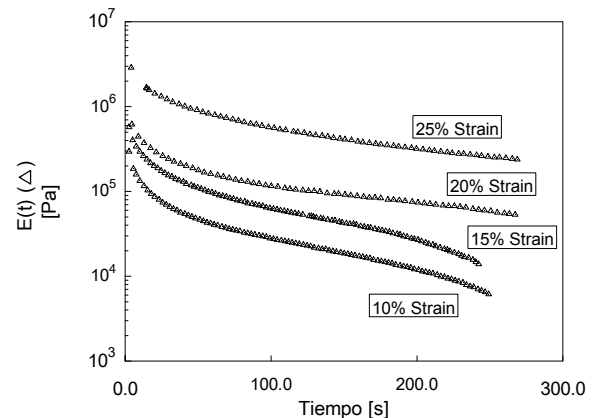


Figura 6. Representación del valor medio del módulo de relajación a compresión, $E(t)$, según ϵ_0 .

2.2 Ensayos de fluencia

En general, es difícil realizar la experimentación a fluencia propiamente dicha, es decir, a tensión constante, debido a los cambios inevitables de sección de las probetas durante el ensayo, por lo que, en su defecto, se suelen realizar ensayos a carga constante.

Al igual que en los ensayos de relajación, ver figura 4, se cortaron muestras de 8 milímetros de diámetro a lo largo de la dirección M-L de cada disco de vaca ensayado, utilizando un sacabocados. Posteriormente, se realizaron series de ensayos por cada zona, manteniendo una carga de compresión de 500 gr durante 1200 segundos.

A pesar de la dispersión de los resultados, que entre otras razones es achacable a la utilización de discos de animales de diferentes edades, tal como indica la figura 7, se mantiene la misma tendencia en las curvas de deformación para las cuatro zonas del disco ensayadas, pudiendo constatar que las zonas centrales tienen menor rigidez que las zona lateral y media.

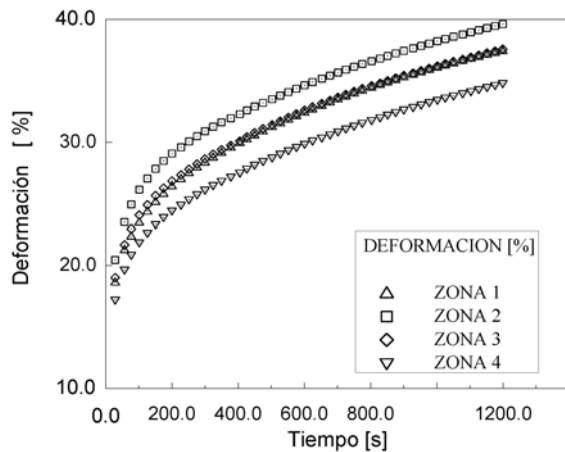


Figura 7. Curvas de deformación a fluencia para una compresión constante de 500 gr, según la zona.

2.3 Ensayos de carga cíclica

En el ensayo de carga cíclica se utiliza el módulo complejo E^* , como medida global de la resistencia del material a la deformación. Este módulo está formado por dos componentes, E' y E'' , siendo E' el módulo de acumulación o componente real y E'' el módulo de pérdida o componente imaginaria.

En este tipo de ensayos, en control de deformación, la amplitud o la frecuencia de la carga pueden ser modificadas, lo que permite realizar distintas series de ensayos y observar el comportamiento del disco bajo distintos parámetros. Para evitar el despegue de los platos, se hace necesaria la aplicación de una precarga, que asegure una deformación mayor que la amplitud de deformación del ciclo impuesto en el ensayo.

En la experimentación con carga cíclica de compresión presentada en este artículo, según lo indicado en la figura 8, a lo largo de la dirección M-L del disco se cortaron cinco muestras de 6 mm de diámetro con un sacabocados y se realizaron distintos ensayos para frecuencias de 0,5 y 2 Hz, precargas de 500, 1000 y 1500 gr y porcentajes de deformación del 1 y 5% para analizar la variación del módulo de acumulación E' con estos parámetros y contrastar cuantitativamente estos resultados con los obtenidos en los ensayos de relajación y fluencia.

Como ejemplo de los resultados obtenidos, en la figura 9 se muestra la variación de E' según la localización de las muestras para un ensayo de carga cíclica de compresión con una precarga de 1500 gr, una frecuencia de 0,5 Hz y una deformación del 1%.

Como ocurrió previamente en los ensayos de relajación y de fluencia, a pesar de la dispersión de los resultados, se puede apreciar que en todos los ensayos de carga cíclica realizados se mantiene la tendencia de mayor rigidez en las zonas media y lateral del disco, frente a la

zona central. Asimismo, se constata que para la misma deformación aplicada, a mayor precarga corresponde una mayor rigidez del disco.

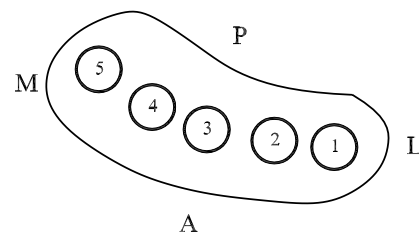


Figura 8. Localización de las muestras para los ensayos de carga cíclica.

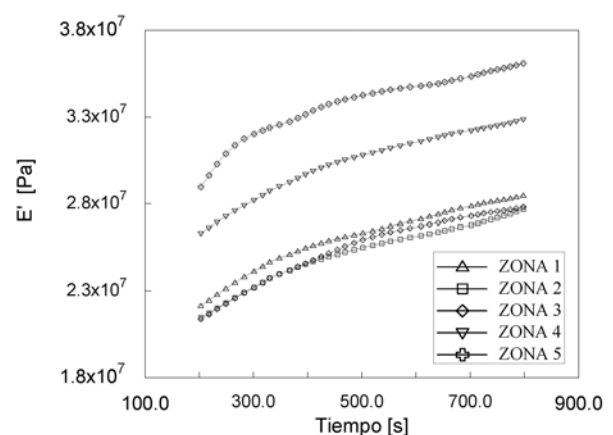


Figura 9. Variación local del módulo de acumulación E' para carga cíclica de compresión con precarga de 1500 gr, frecuencia de 0,5 Hz y deformación del 1%.

3. AJUSTE DE RESULTADOS

El software TA Orchestrator, instalado en el equipo de ensayos DMA RSA3 utilizado en la experimentación, ofrece la posibilidad de ajustar los datos mediante series de Prony, proporcionando la curva teórica y el coeficiente de correlación, r^2 , para comprobar la bondad del ajuste [12].

En este trabajo se aplicó el modelo de Maxwell generalizado, consistente en n elementos Maxwell actuando en paralelo, en el caso de relajación y el modelo de Kelvin generalizado, consistente en n elementos Kelvin actuando en serie, en el caso de fluencia, como muestran las figuras 10 y 11, [13].

De esta forma, utilizando series de Prony de ocho términos, se logró ajustar el conjunto de datos experimentales para las distintas deformaciones iniciales impuestas y las diferentes localizaciones del disco con un alto grado de correlación, como queda reflejado en las figuras 12 y 13, que muestran respectivamente los ajustes del valor medio del módulo

de relajación, $E(t)$, con $r^2 = 0,995$, y del módulo de fluencia, $J(t) = 1/E(t)$, con $r^2 = 0,985$.

Matemáticamente, el modelo generalizado de Maxwell, utilizado en el ajuste del módulo $E(t)$, se puede expresar mediante la relación:

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

siendo, $e_i = \frac{E_{i-1} - E_i}{E_0}$ y $\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}$,

mientras que el modelo generalizado de Kelvin, utilizado para el ajuste del módulo $J(t)$, se expresa por:

$$J(t) = J_0 \left[1 + \sum_{i=1}^n j_i \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) \right) \right] \quad (2)$$

siendo, $j_i = \frac{J_i - J_{i-1}}{J_0}$ y $\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}$

El ajuste realizado para el conjunto de resultados resulta satisfactorio, pero debido a la no-linealidad manifiesta del material con la deformación, a la variación de rigidez en las diferentes localizaciones del disco y a la dispersión de datos experimentales, asociada a la falta de homogeneidad en la edad de las muestras, de momento, no es posible realizar una propuesta general de la ley de comportamiento del material [14].

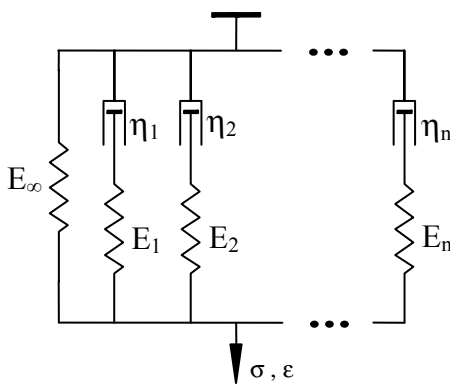


Figura 10. Modelo generalizado de Maxwell de n términos.

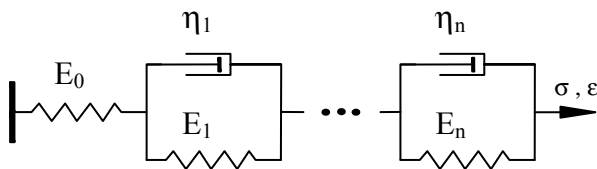


Figura 11: Modelo generalizado de Kelvin de n términos.

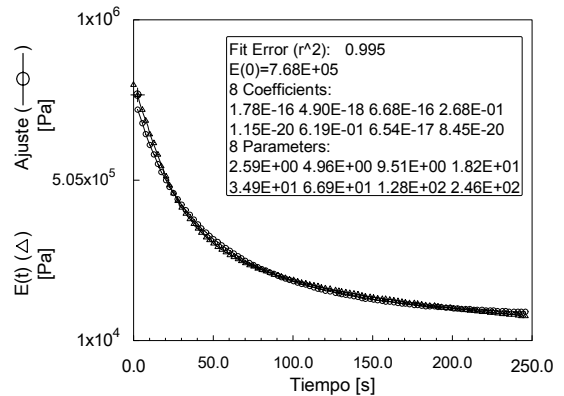


Figura 12. Ajuste del valor medio del módulo de relajación, $E(t)$, con series de Prony de ocho parámetros.

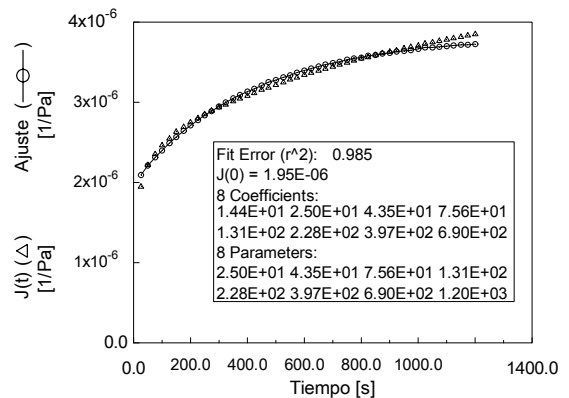


Figura 13. Ajuste del valor medio del módulo de fluencia, $J(t)$, con series de Prony de ocho parámetros.

4. CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos en los ensayos de caracterización viscoelástica realizados, se pueden concluir los siguientes puntos:

1. Se aprecia una variación local significativa en las propiedades mecánicas del material del disco, en especial, en las zonas más implicadas en su actividad funcional durante los movimientos mandibulares, que corresponden con la dirección medio-lateral (M-L).
2. Se constata que las zonas centrales del disco son menos rígidas que la zona lateral y media, siendo esta última la que presenta más rigidez. Asimismo se comprueba que los resultados entre los diferentes ensayos son coherentes.
3. Se confirma la esperada dependencia de las propiedades mecánicas del disco con el tiempo, característico de materiales viscoelásticos, pero también un comportamiento no-lineal en función del nivel de

tensión o deformación aplicados, que no queda recogido satisfactoriamente en los modelos generalizados de Maxwell y Kelvin utilizados.

4. Como consecuencia de lo anterior, se recomienda utilizar leyes locales de comportamiento del material del disco de la ATM en los modelos de simulación numérica, teniendo en cuenta el espesor real del disco en las distintas zonas y la presunta no-linealidad del material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo económico recibido del Plan Nacional de Investigación 2002, a través del proyecto subvencionado DPI2000-1269-C02.

REFERENCIAS

- [1] Detamore, M.S., Athanasiou, K.A., *Structure and Function of the Temporomandibular Joint Disc: Implication for Tissue Engineering*, J. Oral Maxillofacial Surgeons, 61, pp. 494-506, 2003.
- [2] Leader, J.K., Boston, J.R., Debski, R.E., Rudy, T.E., *Mandibular kinematics represented by a non-orthogonal floating axis joint coordinate system*, J. of Biomechanics, 36, pp. 275-281, 2003.
- [3] Chen, J., Akyuz, U., Xu, L., Pidaparti, R.M.V., *Stress Analysis of the Human Temporomandibular Joint*, Medical Engineering & Physics, 20, pp. 565-572, 1998.
- [4] Tanaka, E., van Eijden, T., *Biomechanical Behaviour of the Temporomandibular Joint Disc*, Critical Reviews in Oral Biology & Medicine, 14 (2), pp. 138-150, 2003.
- [5] Pérez del Palomar, A., Doblaré, M., *3D Finite Element Simulation of the Opening Movement of the Mandible in Healthy and Pathologic Situations*, J. of Biomechanical Engineering, 128, pp. 242-249, 2006.
- [6] Hirose, M., Tanaka, E., Tanaka, M., Fujita, R., Kuroda, Y., Yamano, E., van Eijden, T., Tanne, K., *Three-dimensional finite-element model of the human temporomandibular joint disc during prolonged clenching*, Eur. J. Oral Sci., 114, pp. 441-448, 2006.
- [7] Scapino, R.P., Obrez, A., Greising, D., *Organization and Function of the Collagen Fiber System in the Human Temporomandibular Joint Disk and its Attachments*, Cells Tissues Organs 182, pp. 201-225, 2006.
- [8] Pérez del Palomar, A., Doblaré, M., *The effect of collagen reinforcement in the behaviour of the temporomandibular joint disc*, J. of Biomechanics, 39, pp. 1075-1085, 2006.
- [9] del Pozo, R., Tanaka, E., Tanaka, M., Okazaki, M., Tanne, K., *The regional difference of viscoelastic property of bovine temporomandibular joint disc in compressive stress-relaxation*, Medical Engineering & Physics, 24, pp. 165-171, 2002.
- [10] Tanaka, E., Hirose, M., Yamano, E., Dalla-Bona, D.A., Fujita, R., Tanaka, M., van Eijden, T., Tanne, K., *Age-associated changes in viscoelastic properties of the bovine temporomandibular joint disc*, Eur. J. Oral Sci., 114, pp. 70-73, 2006.
- [11] Oza, A., Vanderby Jr, R., Lakes, R.S., *Interrelation of creep and relaxation for nonlinear viscoelastic materials: application to ligament and metal*, Rheol. Acta, 42, pp. 557-568, 2003.
- [12] *TA Orchestrator Help*. TA Instruments, Waters LLC, 2003.
- [13] Findley, W.N., Lai, J.S., Onaran, K., *Creep and Relaxation of Nonlinear Viscoelastic Materials*, Dover Publications, Inc., 1989.
- [14] Park, S.W., Schapery, R.A., *Methods of interconversion between linear viscoelastic material functions. Part I-a numerical method based on Prony series*, Int. J. of Solids and Structures, 36, pp. 1653-1675, 1999.

ENSAYOS PARA LA CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE VASOS SANGUÍNEOS**E. Claes, G.V. Guinea, F.J. Rojo, J.M. Atienza, C. García y M. Elices**

Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
eclaes@mater.upm.es

RESUMEN

El estudio del comportamiento mecánico de los vasos sanguíneos cada vez cobra mayor importancia ya que muchos problemas cardiovasculares están directamente relacionados con el deterioro de las propiedades mecánicas de estos materiales. Sin embargo, la caracterización mecánica experimental de estos tejidos dista mucho de ser un problema resuelto ya que su elongabilidad y flexibilidad complican enormemente la ejecución e interpretación de los ensayos. El objetivo de este artículo es analizar y comparar los ensayos más utilizados para el estudio de los vasos sanguíneos y la fiabilidad de los datos con ellos obtenidos. Para ello se ha seleccionado una arteria radial humana sobre la que se han realizado ensayos de presurización, tracción en anillo y tracción simple. Los resultados muestran que, pese a sus dificultades, el ensayo que proporciona más y mejor información es el de tracción simple.

ABSTRACT

Since many cardiovascular problems are linked directly to the deterioration of the mechanical properties of blood vessels, the attention to these properties is increasing. Nevertheless, the mechanical experimental characterization of these tissues is far from being a solved issue since the material's extensibility and flexibility complicate enormously the execution and interpretation of the tests. The aim of this article is to analyze and to compare the most frequently used tests for the study of blood vessels and their reliability. Therefore, different tests have been carried out on a human radial artery: pressurization test, ring elongation test and uniaxial tensile test. The results show that, despite its difficulties, the uniaxial tensile test provides more and better information.

PALABRAS CLAVE: Vasos sanguíneos, propiedades mecánicas, ensayo uniaxial, ensayo de anillo, ensayo de presión-diámetro.

1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento mecánico de la pared arterial es un ingrediente fundamental para entender el comportamiento del sistema cardiovascular y sus distintas patologías. Sin embargo aún son escasos los trabajos dedicados al estudio de las propiedades mecánicas de las arterias humanas, en buena medida debido a la complejidad de su comportamiento (no linealidad, anelasticidad, anisotropía,...) y a su escasa reproducibilidad, factores todos ellos que conducen a una gran dispersión experimental.

A esta dispersión experimental también contribuye de forma notoria la variedad de técnicas utilizadas para la caracterización mecánica de los tejidos vasculares y los procedimientos de interpretación de sus resultados.

Los ensayos mecánicos sobre conductos sanguíneos suelen clasificarse como *in vivo* o *in vitro*. Los primeros, realizados en el interior del organismo, tienen la ventaja de estudiar el material en su estado natural dentro del rango fisiológico, lo que les proporciona una conexión directa con el análisis médico, [1]. Sin embargo, el rango de sollicitación es necesariamente

muy limitado y existen muchas incertidumbres sobre las condiciones de contorno a las que están sometidas las muestras. En consecuencia, los datos obtenidos no permiten una completa caracterización del material.

Por su parte, los ensayos *in vitro*, realizados en laboratorio, permiten el estudio del material en un rango más amplio de sollicitaciones con un mayor control sobre las variables estudiadas, [2, 3]. De los diferentes ensayos *in vitro* para la caracterización del comportamiento mecánico de vasos sanguíneos, los más extendidos son el de presión-diámetro, el de tracción en anillo y el de tracción uniaxial, siendo habitual que sus resultados sean poco comparables entre sí.

En este artículo, se analizan y discuten los resultados que los tres tipos de ensayos *in vitro* antes mencionados (presión-diámetro, tracción de anillo y tracción uniaxial) proporcionan cuando son aplicados a un mismo tejido vascular –arteria radial humana–, señalándose las ventajas y desventajas de cada método de ensayo y la fiabilidad de los resultados obtenidos.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

El material empleado en este trabajo es una muestra procedente del segmento distal de la arteria radial izquierda de un donante de 83 años de edad. El vaso estudiado se obtuvo con la colaboración del Hospital Marqués de Valdecilla de Santander, de acuerdo con los protocolos establecidos y aprobados por el comité de ética de dicho Hospital.

La longitud original de la arteria fuera del cuerpo era de 72mm, su diámetro medio 2.6mm y su espesor promedio de 0.53mm. Con el fin de conocer su alargamiento in vivo, se realizaron dos marcas separadas 50mm antes de su extracción. El vaso no presentaba signos visibles o táctiles de alteración o enfermedad y tenía una geometría homogénea.

2.2. Ensayos mecánicos

Se han realizado ensayos de presión-diámetro del vaso completo bajo diferentes alargamientos, y también ensayos de tracción en anillo y tracción uniaxial sobre probetas obtenidas de la zona central del vaso una vez completados los ensayos de presurización. Dado el bajo nivel tensional alcanzado en estos ensayos –inferior al 10% de la carga de rotura en tracción– no se ha considerado que el material utilizado para los ensayos de tracción estuviera dañado. Los ensayos de tracción uniaxial se realizaron sobre probetas orientadas siempre según la dirección circunferencial.

Todos los ensayos se realizaron a 37°C con las probetas sumergidas en suero salino en el interior de una célula transparente de PMMA, que permitió la medida de las dimensiones por métodos ópticos.

La Figura 1 muestra la configuración de cada uno de los ensayos realizados: (a) ensayo de presión-diámetro, (b) ensayo de tracción uniaxial con probeta rectangular y (c) ensayo de tracción en un anillo.

2.2.1. Ensayo de presión-diámetro

Estos ensayos son los más utilizados al ser los que mejor simulan el funcionamiento de los vasos sanguíneos en el cuerpo. Consisten en la presurización mediante suero fisiológico de un segmento completo sujeto por sus extremos, midiendo simultáneamente la presión interior con un transductor de presión (Hirschmann PMP 4070, precisión 0.15mmHg) y el diámetro exterior de la arteria mediante un extensómetro óptico (Keyence LS-7500, precisión 1 μ m). Durante el ensayo el vaso permanece deformado longitudinalmente, midiéndose también la fuerza necesaria para mantener constante la separación de sus dos extremos. La descripción detallada del procedimiento experimental se puede consultar en la referencia [4].

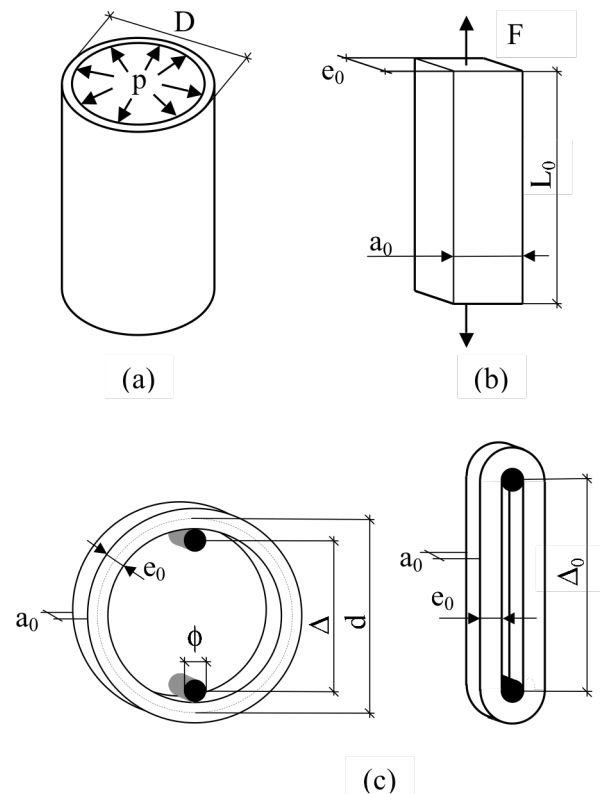


Figura 1. Esquema de los tres tipos de ensayo realizados: (a) ensayo de presión-diámetro, (b) ensayo de tracción uniaxial con probeta rectangular y (c) ensayo de tracción en un anillo

La respuesta presión-diámetro depende de la deformación longitudinal a la que está sometida la arteria, por lo que se realizaron ensayos con diferentes niveles de alargamiento, desde la longitud en reposo hasta estiramientos superiores al nivel fisiológico, que era conocido gracias a las marcas realizadas antes de la extracción del vaso. La medida del alargamiento se realizó mediante el extensómetro LVDT de la máquina de ensayo, de 1 μ m de precisión. Para cada alargamiento, y con el fin de obtener una respuesta repetitiva, antes de cada ensayo se acondicionó la probeta aplicando 10 ciclos de presión entre 0 y 200mmHg, valores que cubren el rango de interés fisiológico [5].

Una de las operaciones más delicadas de estos ensayos fue la sujeción de la probeta. Ésta se realizó mecánicamente, mediante hilos, y químicamente, mediante adhesivo de cianocrilato. A pesar de ello, en muchas ocasiones fue difícil garantizar que no existía deslizamiento entre mordazas y probeta, por lo que el alargamiento longitudinal verdaderamente aplicado se hubo de calibrar midiendo la distancia entre dos marcas previamente situadas en la superficie del vaso.

2.2.2. Tracción en anillo

Este ensayo ha sido frecuentemente empleado en el estudio de vasos sanguíneos [6-8], principalmente por la simplicidad de preparación de las probetas y su colocación en la máquina de ensayos.

El ensayo consiste en disecar un anillo completo del vaso y someterlo a tracción en dos puntos diametralmente opuestos mediante dos ganchos acoplados a la máquina de ensayo. Antes del ensayo propiamente dicho, los anillos se sometieron a tres ciclos de acondicionamiento carga-descarga hasta el 30% de la carga máxima del ensayo. El movimiento de los ganchos y la fuerza ejercida se registraron de forma continua durante el ensayo mediante los transductores de desplazamiento y carga de la máquina de ensayos, de $1\mu\text{m}$ y 0.01N de precisión, respectivamente.

En este trabajo, se han ensayado 5 anillos de 2mm de anchura obtenidos de la sección central del vaso. Durante los ensayos los ganchos se desplazaban con una velocidad constante de 0.03mm/s .

2.2.3. Tracción uniaxial

El ensayo de tracción uniaxial se realizó sobre probetas rectangulares de $7\times 1\text{mm}$ –alto x ancho–, obtenidas mediante un troquel diseñado al efecto. De esta manera se prepararon probetas orientadas en dirección circunferencial, con el objetivo de poder comparar sus resultados con los otros dos tipos de ensayo.

Para su fijación a la máquina de ensayo se utilizaron dos mordazas con estrías y adhesivo de cianocrilato.

La sollicitación de la probeta se realizó aplicando a las mordazas una velocidad constante de desplazamiento igual a 0.03mm/s . Previamente a su ensayo, las probetas se sometieron a tres ciclos de acondicionamiento carga-descarga hasta un 30% de la carga máxima del ensayo.

La deformación de la probeta se obtuvo directamente a partir del desplazamiento de las mordazas, gracias a que la rigidez del tren de carga es más de dos órdenes de magnitud superior a la de la probeta. La precisión de la medida del desplazamiento fue de $1\mu\text{m}$. La fuerza aplicada se midió mediante una célula de carga de 0.01N de precisión.

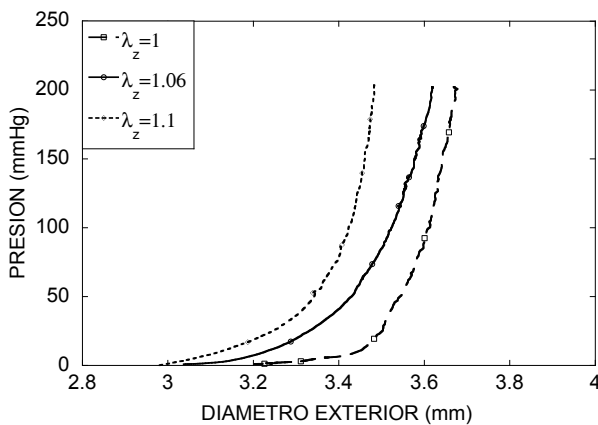


Figura 2. Curvas presión - diámetro de los ensayos de presurización

3. RESULTADOS

3.1 Ensayos de presión - diámetro

La Figura 2 muestra la relación presión (p) - diámetro exterior (D) de la arteria radial para tres niveles de alargamiento (λ_z) diferentes. El alargamiento longitudinal in vivo fue $\lambda_z = 1.06$.

Para obtener la relación $\sigma - \lambda$ del material en dirección circunferencial a partir de la curva presión-diámetro se modelizó la arteria como un tubo de pared delgada de material incompresible y homogéneo, hipótesis habituales en este tipo de análisis. Como diámetro de referencia para el cálculo del alargamiento se tomó el correspondiente a 5mmHg de presión interior, dado que para $p = 0$ la sección del vaso colapsa y pierde su forma circular. La relación $\sigma - \lambda$ se calculó mediante las siguientes ecuaciones:

$$\lambda = \frac{D}{D(5\text{mmHg}, \lambda_z)} \quad (1)$$

$$\sigma = \left(D - \frac{2e_0}{\lambda \lambda_z} \right) p \frac{\lambda \lambda_z}{2e_0} \quad (2)$$

siendo λ el alargamiento circunferencial, λ_z el alargamiento longitudinal, σ la tensión circunferencial debida a la presión interior p , D es el diámetro exterior y e_0 el espesor inicial de la pared.

Las curvas $\sigma - \lambda$ obtenidas para diferentes valores de λ_z se muestran en la Figura 3.

3.2 Ensayos de tracción en anillo

A partir de la fuerza y el desplazamiento medidos en los ensayos se ha deducido las curvas $\sigma - \lambda$ del material en dirección circunferencial mostradas en la Figura 4. La obtención de la respuesta del material a partir del resultado del ensayo no es inmediata ya que es necesario considerar el cambio de geometría que se produce durante el proceso de carga.

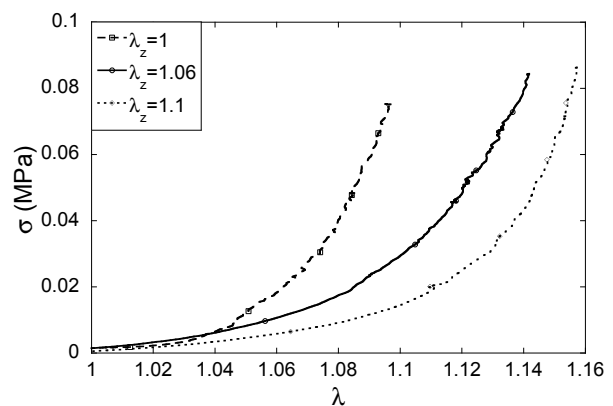


Figura 3. Curva $\sigma - \lambda$ de ensayos de presurización.

Además de la hipótesis de incompresibilidad del material, se ha considerado que hay deslizamiento perfecto entre gancho y anillo y que la rigidez a flexión de la pared del anillo es despreciable.

Con referencia a la Figura 1c (izquierda), cuando el anillo está descargado la separación entre los centros de los ganchos, Δ , será $(d - \phi - e_0)$, donde d es el diámetro medio del anillo, ϕ el diámetro del gancho y e_0 el espesor inicial del anillo.

Partiendo de la situación de carga nula, el anillo se deforma inicialmente con cargas muy bajas, hasta alcanzar una configuración en la que las paredes del anillo se sitúan paralelas a la dirección de carga (Figura 1c (derecha)). En este punto se considera el comienzo del ensayo propiamente dicho, con una distancia entre los ganchos igual a $\Delta_0 = \frac{\pi}{2}(d - \phi - e_0)$.

Consecuentemente, el alargamiento λ y la tensión σ del material en un instante del ensayo vendrán dados por:

$$\lambda = 1 + \frac{\Delta - \Delta_0}{\pi d/2} = \frac{2\Delta}{\pi d} + \frac{\phi}{d} + \frac{e_0}{d} \quad (3)$$

$$\sigma = \frac{F\lambda}{a_0 e_0} \quad (4)$$

siendo a_0 el ancho inicial del anillo y F la fuerza necesaria para la deformación. Obsérvese que, al considerar deslizamiento perfecto entre los ganchos y el anillo, la longitud de referencia para medir deformaciones es $\pi d/2$, el semi-perímetro del anillo.

3.3 Ensayos uniaxiales

En este caso, la relación $\sigma - \lambda$ se obtuvo directamente del ensayo, bajo la hipótesis de material incompresible y utilizando las conocidas ecuaciones que relacionan carga y desplazamiento con tensión y alargamiento para un ensayo de tracción simple con grandes deformaciones:

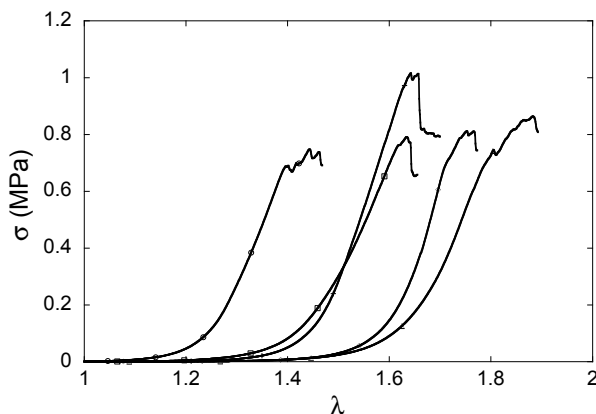


Figura 4: Curvas $\sigma - \lambda$ obtenidas de los ensayos de tracción en anillos

$$\lambda = \frac{L}{L_0} \quad (5)$$

$$\sigma = \frac{F\lambda}{a_0 e_0} \quad (6)$$

donde L es la longitud instantánea de la probeta, L_0 , e_0 y a_0 la longitud, el espesor y el ancho inicial respectivamente y F la fuerza necesaria para la deformación.

En la Figura 5 se muestran las curvas $\sigma - \lambda$ de cinco probetas circunferenciales de sección rectangular obtenidas de la arteria estudiada.

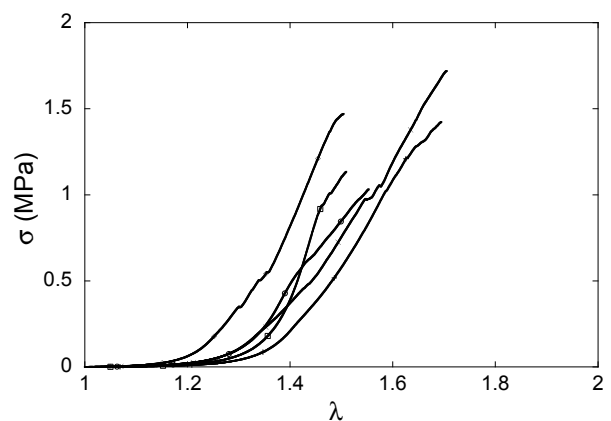


Figura 5: Curvas $\sigma - \lambda$ de los ensayos de tracción uniaxial

4. DISCUSIÓN

En la Figura 6 se presentan de forma conjunta las curvas $\sigma - \lambda$ obtenidas de los tres tipos de ensayo arriba mencionados.

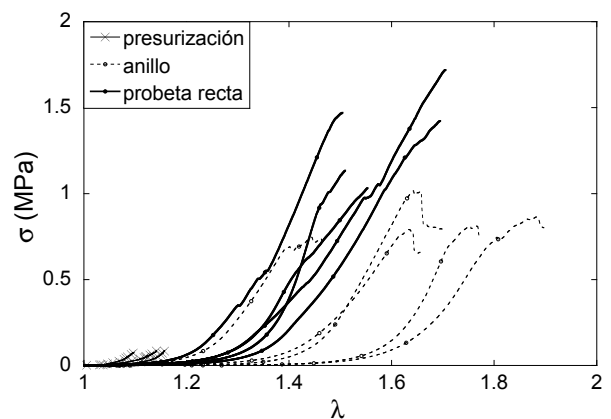


Figura 6: Curvas $\sigma - \lambda$ de los ensayos de presurización, tracción en anillo y tracción uniaxial

Aunque el ensayo de presurización es una buena aproximación al funcionamiento estructural del vaso en el interior del organismo, la predicción del comportamiento $\sigma - \lambda$ de la pared arterial es poco satisfactoria en comparación con la obtenida de los ensayos uniaxiales. En la Figura 6 se observa que las cargas aplicadas en el ensayo de presión-diámetro se sitúan alrededor del 10% de la máxima carga que el vaso puede soportar, y que la rigidez de las curvas obtenidas es mucho mayor, independientemente del estado del tracción longitudinal aplicado.

Los motivos de estas discrepancias se encuentran en la dificultad del análisis de este tipo de ensayos, que se realiza muchas veces bajo hipótesis difíciles de cumplir. En particular el vaso debe ser cilíndrico, de suficiente longitud para minimizar la perturbación introducida por los anclajes y de espesor homogéneo.

Además, la obtención del diámetro de referencia para carga nula es un problema difícil de resolver, ya que para $p = 0$ la sección del vaso colapsa y pierde su forma circular. Un pequeño error introducido en la medida del diámetro produce un efecto no despreciable en el cálculo de λ y σ . Como ejemplo, baste considerar que una oscilación del 3% en el diámetro de referencia produce una variación del 25% en el valor de λ .

El ensayo de tracción en anillo es, en principio, más fácil de analizar que el de presión-diámetro, aunque como aquél, solo informa del comportamiento del material en dirección circunferencial. Estos dos ensayos no permiten caracterizar la anisotropía del tejido arterial.

La Figura 6 muestra que los resultados de los ensayos de tracción en anillo son similares -en líneas generales- a los obtenidos con los ensayos uniaxiales, si bien presentan una gran dispersión. La simplicidad del ensayo de anillo se ve contrarrestada con la presencia de diversos fenómenos causantes de la variabilidad mostrada en las figuras 4 y 6.

Se ha observado que los resultados de este ensayo son muy sensibles a la variación de las dimensiones geométricas, en particular al diámetro del anillo -véase ecuación (3)-, que debe ser evaluado con suficiente precisión.

Además, el estado tensional al que está sometido el anillo durante el proceso de carga viene muy condicionado por la geometría de la probeta, y en particular por la relación entre su diámetro y el espesor. En la zona inicial del ensayo el valor de la carga se debe principalmente a la flexión producida por la deformación del anillo que, paulatinamente, va adquiriendo una configuración recta. Este mecanismo de deformación, superpuesto a la tracción del material, dificulta la determinación de la curva $\sigma - \lambda$ para tensiones bajas.

Una vez que el anillo está totalmente deformado, las tensiones originadas por la tracción cobran cada vez más relevancia, y el resultado se aproxima al de un ensayo de tracción uniaxial.

Por otra parte, se ha comprobado que el efecto de rozamiento entre gancho y anillo no tiene mucha importancia, en contra de lo que pudiera parecer. Simulaciones numéricas no recogidas en este trabajo por razones de espacio, indican que al tratarse de un material blando sometido a grandes deformaciones, solamente una estrecha capa de material próxima al contacto con el gancho tiene realmente impedida su deformación. Por ello se obtienen buenos resultados tomando como longitud base para el cálculo de deformaciones el semi-perímetro del anillo, considerando que, independientemente del rozamiento con los soportes, todo el anillo puede deformarse libremente.

Por último, la aplicación de la carga mediante ganchos, impone inevitablemente una concentración de tensiones en la zona de contacto con la probeta. Debido a ello la rotura del anillo sucede sistemáticamente en este punto, siendo muy común que rompan sucesivamente las diferentes capas de la pared arterial, produciendo curvas con saltos como los mostrados en la Figura 4.

De los tres tipos de ensayos realizados los resultados de los ensayos de tracción uniaxial son los de mejor calidad y menor dispersión (Figura 6).

Las probetas rectangulares usadas en estos ensayos muestran una deformación uniforme en la parte central, aunque rompen cerca de mordazas debido a la concentración de tensiones que en ellas se produce. Aún así, los ensayos alcanzan tensiones más altas que los ensayos de anillo debido, probablemente, a que la concentración de tensiones no es tan grande como en aquel caso.

Además, las pequeñas dimensiones de las probetas permiten obtener muestras de cualquier dirección, lo que es adecuado para la caracterización de tejidos anisótropos o heterogéneos, como es el caso de zonas ateroscleróticas.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se han analizado y comparado experimentalmente tres de los ensayos más extendidos para la caracterización mecánica de vasos sanguíneos: el ensayo de presión-diámetro, el ensayo de tracción en anillo y el ensayo de tracción uniaxial sobre probeta rectangular. Los resultados experimentales se han obtenido sobre un segmento de arteria radial procedente de un donante sano.

Los resultados muestran que el ensayo de tracción uniaxial proporciona resultados más repetitivos y alcanza mayores niveles de carga al minimizar la concentración de tensiones sobre la probeta.

El ensayo de presión-diámetro, aunque simula fielmente el comportamiento estructural del vaso en el organismo, es complejo de analizar para obtener la curva $\sigma - \lambda$ de comportamiento de la pared arterial en dirección circunferencial. Además el bajo rango de cargas utilizadas en el ensayo reduce en gran medida la información obtenida de la muestra.

Por último, la probeta en forma de anillo es fácil de manipular y ensayar, pero los resultados del ensayo están, al igual que el ensayo de presurización, muy condicionados por la geometría de la probeta y la exactitud de la medida de los datos de su geometría.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la ayuda prestada para la ejecución de este trabajo a los doctores José Manuel Revuelta y José Manuel Bernal del Servicio de Cirugía Cardiovascular del Hospital Universitario al Ministerio de Educación y Ciencia a través del proyecto MAT2005-6320, a la Comunidad de Madrid a través del programa ESTRUMAT-CM (MAT/77) y al programa Alþan de Becas de Alto Nivel de la Unión Europea para América Latina, Beca N° E04D048023CL.

REFERENCIAS

- [1] Fischer EIC, Bia D, Camus JM, et al. *Adventitia-dependent mechanical properties of brachiocephalic ovine arteries in in vivo and in vitro studies*. Acta Physiologica 188(2), pp. 103-111. 2006.
- [2] Schulze-Bauer CAJ, Regitnig P, Holzapfel GA. *Mechanics of the human femoral adventitia including the high-pressure response*. American Journal of Physiology-Heart and Circulatory Physiology 282(6), pp. H2427-H2440. 2002.
- [3] Atienza JM, Guinea GV, Rojo FJ, et al. *Comportamiento termomecánico de los vasos sanguíneos humanos*. Anales de Mecánica de la Fractura 23(2), pp. 575-580. 2006.
- [4] Atienza JM, Guinea GV, Rojo FJ, et al. *Influencia de la presión y la temperatura en el comportamiento de la aorta y las carótidas humanas*. Revista Española de Cardiología (in press), 2007.
- [5] *The sixth Report of the Joint National Committee on Prevention, Detection, Evaluation and Treatment of High Blood Pressure*. Archives of Internal Medicine 157(21), pp. 2401-2524. 1997.
- [6] Gilpin CM. *Cyclic loading of porcine coronary arteries* Ph.D Thesis, 89 pag. School of Mechanical Engineering, Georgia Institute of Technology, 2005.
- [7] Herrera B, Desco MM, Eisenberg G, et al. *Role of elastic fibers in cooling-induced relaxation*. Cryobiology 44(1), pp. 54-61. 2002.
- [8] Wallerstedt SM, Reinstrup P, Uski T, et al. *Effects of propofol on isolated human pial arteries*. Acta Anaesthesiologica Scandinavica 43(10), pp. 1065-1068. 1999.

ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO Y LA ROTURA DE LA PARED DE LA AORTA HUMANA

C. García-Herrera^{1,2}, G.V.Guinea¹, J.M. Goicolea², J.M. Atienza¹, F.J. Rojo¹, E. Claes¹, M. Elices¹
R.J. Burgos³, F.J. Goicolea³, A. García-Touchard³, C. García-Montero³

¹Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos,

²Grupo de Mecánica Computacional, E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid.

³Servicio de cardiología, Hospital Clínico Puerta de Hierro, Madrid.
clausiux@mecanica.upm.es

RESUMEN

En este trabajo se caracteriza el comportamiento mecánico y la rotura de la pared de la aorta ascendente humana y su dependencia de distintas patologías. Para tal fin se realiza un análisis histológico y ensayos de tracción in-vitro sobre tejido aórtico de tres grupos de pacientes: Sanos (grupo de control), con válvula aórtica bicúspide y con el síndrome de Marfán. Los ensayos mecánicos han permitido caracterizar el comportamiento anisótropo del material junto con las elongaciones y tensiones de rotura. Los resultados muestran como las patologías están directamente relacionadas con alteraciones en el comportamiento mecánico.

ABSTRACT

This work analyzes the mechanical behavior and failure characteristics of the ascending human aorta and its dependence on different cardiovascular disorders. To this aim, histological analysis and in-vitro tensile tests have been performed on the aortic tissue of three different groups of the patients: Healthy (control group), with bicuspid aortic valve and with Marfan's syndrome. The mechanical tests have allowed the characterization of the anisotropic behavior of the material and the strains and stresses at the failure point. The results show a correlation between cardiovascular disorders and the changes in mechanical properties of the arterial wall.

PALABRAS CLAVE: Aorta, Comportamiento mecánico, Rotura

1. INTRODUCCIÓN

Las enfermedades cardiovasculares son una de las principales causas de muerte en España representando el 32.8 % del total de las defunciones en 2005 [1]. Algunas de ellas están relacionadas con roturas o deterioros de la pared arterial derivados del hecho de que las arterias son conductos sometidos a presión interior. Desde este punto de vista, entender los mecanismos que gobiernan el comportamiento mecánico y la rotura de los vasos sanguíneos resulta necesario para comprender y prever los accidentes circulatorios, así como para el desarrollo de tratamientos y técnicas quirúrgicas que permitan la reparación de defectos o lesiones cardiovasculares. La gran mayoría de los tratamientos actuales (reparación de disecciones o roturas arteriales, endarterectomías, angioplastias, stents, by-pass, etc.) tienen sin duda implicaciones mecánicas relevantes.

Resulta fundamental por tanto obtener datos experimentales sobre el comportamiento mecánico y la rotura de los vasos sanguíneos. El problema es que la mayoría de los datos disponibles se han obtenido mediante ensayos "in vivo" [2-3]. Estas técnicas son capaces de obtener información sobre las condiciones reales de trabajo de las arterias, aunque el reducido intervalo de variación de los parámetros (únicamente condiciones fisiológicas: 37°C, 120-60 mmHg), rara vez permite obtener información sobre tejidos en

condiciones de alta sollicitación o cercanas a la disección o rotura. Para obtener datos en condiciones más próximas a los estados patológicos o de peligro se debe recurrir a ensayos "in vitro", en los que se tiene mayor control sobre la variación de las condiciones de sollicitación y en los que se puede llegar a sollicitaciones extremas sobre el material.

Un ejemplo de todo lo anterior son los aneurismas de aorta [3] que provocan una dilatación patológica de la luz aórtica hasta su disección definitiva. La operación para evitar dicha rotura tiene todavía ciertos riesgos, por lo que sólo se aconseja cuando el riesgo de rotura de la pared es superior al riesgo propio de la operación. Hasta ahora dicha decisión se basa exclusivamente en las dimensiones de la aorta, sin tener en cuenta el posible deterioro de la pared arterial ni otros aspectos de su comportamiento mecánico.

El objetivo de este trabajo es aportar datos experimentales que permitan avanzar en el conocimiento de las propiedades mecánicas de la pared aórtica y su relación con diferentes patologías. Para ello se ha realizado un estudio experimental in-vitro mediante ensayos mecánicos sobre tejido aórtico de tres grupos de pacientes: Sanos, Bicúspides (con válvula aórtica bicúspide) y Marfán (afectados del síndrome de Marfán).

2. MATERIALES

Se han estudiado tres grupos de pacientes. Los vasos estudiados son segmentos y piezas de aorta ascendente, y fueron obtenidos con la colaboración del Hospital Puerta de Hierro de Madrid de acuerdo con los protocolos establecidos y aprobados por el comité de ética de dicho Hospital.

2.1. Grupo 0 (Control – Sanos)

Los segmentos estudiados se obtuvieron de cadáveres donantes para trasplante cardiaco. Algunos antecedentes de los donantes se muestran en la Tabla 1. Se ha dispuesto de 6 muestras procedentes de 6 donantes diferentes con edades comprendidas entre 49 y 82 años y una media de 59 ± 14 años (edad media \pm desviación estándar). Los vasos obtenidos se han considerado teóricamente sanos, dada su procedencia.

Tabla 1. Datos del material Grupo 0.

Aorta	Sexo	Peso [kg]	Edad [años]	Talla [m]	BSA* [m ²]
1	V	-	49	1.78	-
2	V	75	52	1.65	1.82
3	M	75	50	1.60	1.78
4	V	70	50	1.70	1.81
5	V	67	72	1.65	1.73
6	V	78	82	1.65	1.85

* BSA: Área de la superficie corporal

2.2. Grupo I (Bicúspide)

Las piezas estudiadas se obtuvieron de operaciones de cambio de válvula en pacientes con válvula aórtica bicúspide. Algunos antecedentes de los pacientes se muestran en la Tabla 2.

La válvula aórtica tiene normalmente tres velos o cúspides. La ausencia de uno de ellos produce una serie de complicaciones como estenosis aórtica, disección aórtica y endocarditis infecciosa, y está habitualmente asociada a un defecto congénito que también afecta a la pared arterial. Se ha dispuesto de 3 muestras procedentes de 3 donantes diferentes de 62 ± 13 años de edad (media \pm desviación estándar).

Tabla 2. Datos del material Grupo I.

Aorta	Sexo	Peso [kg]	Edad [años]	Talla [m]	BSA* [m ²]
1	V	84	49	1.81	2.04
2	V	73	75	1.64	1.79
3	V	72	63	1.61	1.76

* BSA: Área de la superficie corporal

2.3. Grupo II (Marfán)

Los segmentos estudiados se obtuvieron de operaciones de aneurismas en pacientes con el síndrome de Marfán. El síndrome de Marfán es un desorden hereditario del tejido conectivo que afecta muchos sistemas orgánicos, incluyendo el corazón y los vasos sanguíneos, y especialmente la aorta ascendente. Los principales antecedentes de los pacientes se muestran en la Tabla 3. Se ha dispuesto de 3 muestras procedentes de 3 donantes diferentes de 51 ± 21 años de edad (media \pm desviación estándar).

Tabla 3. Datos del material Grupo II.

Aorta	Sexo	Peso [kg]	Edad [años]	Talla [m]	BSA* [m ²]
1	M	71	58	1.66	1.79
2	V	88	69	1.70	2.00
3	V	86	27	1.80	2.05

* BSA: Área de la superficie corporal

Todas las arterias fueron preservadas a una temperatura entre 4 y 8°C en solución salina. Los ensayos se realizaron dentro de las 48 horas siguientes a la extracción.

3. MÉTODOS EXPERIMENTALES

3.1. Análisis histológico

Se realizó un análisis histológico de las arterias ensayadas con el objetivo de estudiar su composición y estructura. Se ha estudiado la distribución de fibras elásticas y musculares para los tres tipos de arterias, así como la posible presencia de lesiones arterioscleróticas. Para ello se tomó un segmento de cada arteria extraída, que fue fijado en formol tamponado y posteriormente teñido con hematoxilina-eosina, añadiendo orceína para la tinción de las fibras. Los cortes de las muestras se realizaron perpendicularmente a la dirección longitudinal del vaso.

3.2. Ensayos mecánicos

Para caracterizar el comportamiento mecánico de los tejidos se realizaron ensayos de tracción uniaxial sobre probetas extraídas de los segmentos arteriales. Las probetas se diseñaron en forma de hueso para evitar las roturas en la zona de mordazas. Las dimensiones de la zona central de la probeta plana utilizada son 10 mm de largo, 2 mm de ancho y un espesor dado por la pared de la arteria, que osciló entre los 1.6 y 2.1 mm.

Los ensayos se realizaron en el interior de una célula de polimetilmetacrilato transparente que permitía la visualización del vaso y la medida de sus dimensiones por métodos ópticos mediante un video extensómetro Keyence LS-7500 de 0.001 mm de precisión. Las arterias se ensayaron sumergidas en suero fisiológico (PBS), cuya temperatura se mantuvo estable a 37 °C con

precisión de $\pm 1^\circ\text{C}$ mediante un baño termostático (Unitronic 6320200). La temperatura del vaso se medía mediante un termopar tipo K situado en sus proximidades ($< 5\text{mm}$). Las arterias se fijaron por sus extremos a las mordazas de una máquina de ensayos mecánicos Instron 5866.

La precisión en la medida del alargamiento axial, medido a través del transductor incorporado a la máquina de ensayos, era de 0.001mm . El dispositivo experimental es descrito con más precisión en [4]. Los ensayos se realizaron en estado pasivo, sin que existiera activación eléctrica o química de las células presentes en la pared vascular.

Para caracterizar el comportamiento anisótropo se obtuvieron probetas en dos direcciones perpendiculares. En la Figura 1 se muestran las direcciones seleccionadas. El ángulo de 0° se asignó a la dirección longitudinal, paralela al eje del vaso, y el de 90° a la dirección circunferencial, perpendicular a dicho eje.

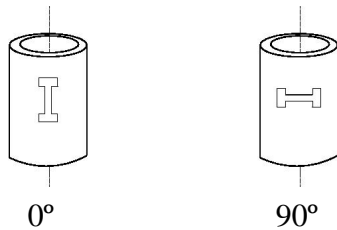


Figura 1. Orientación de las probetas.

Antes de cada ensayo se realizó un preacondicionamiento de la muestra mediante 5 ciclos de carga-descarga hasta el 30 % de la carga máxima de rotura. Este nivel de carga es ligeramente superior al de funcionamiento en el interior del cuerpo humano. La velocidad de sollicitación durante todo el ensayo fue 0.03 mm/s (velocidad de deformación aproximada de $15\%/min$).

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Histología

Las Figuras 3,4 y 5 resumen el resultado de los análisis histológicos realizados en los tres grupos de pacientes. En todos los casos no se observaron zonas dañadas por la enfermedad aterosclerótica, ni la presencia de placas o zonas calcificadas.

La Figura 3, (vasos sanos), muestra una estructura ordenada y bien definida en la que se distinguen con nitidez las fibras de elastina dispuestas en posición circunferencial. Estas observaciones están en concordancia con el comportamiento anisótropo propio de este tipo de vasos, deducido de los ensayos mecánicos realizados.

También las muestras procedentes del Grupo I muestran una estructura fibrilar (Figura 4), si bien en este caso la presencia de elastina está menos marcada, lo que puede producir una mayor rigidez en el comportamiento

mecánico de la pared, al ser las fibras de elastina las responsables en mayor porcentaje de la flexibilidad del vaso.

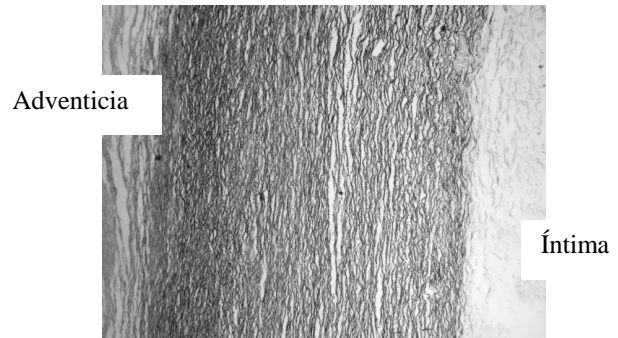


Figura 3. Estructura de la pared de la aorta Grupo 0 (Sana) 4X. El eje del vaso es perpendicular a la figura.

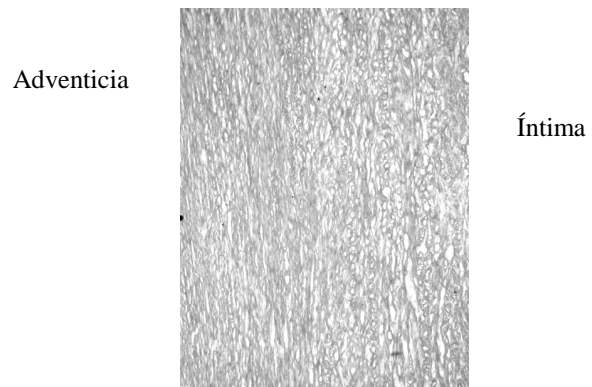


Figura 4. Estructura de la pared de la aorta Grupo I (bicúspide) 10 X. El eje del vaso es perpendicular a la figura.



Figura 5. Estructura de la pared de la aorta Grupo II (Marfan) 4 X. El eje del vaso es perpendicular a la figura.

El análisis de las muestras procedentes de pacientes con el síndrome de Marfán indicó una mayor desestructuración del tejido (Figura 5), y un menor contraste de las fibras elásticas, que junto a su débil orientación producirá un comportamiento mecánico más isotropo.

4.2 Ensayos Mecánicos

Los ensayos de tracción permitieron obtener las curvas de tensión de Cauchy (real) (σ) versus alargamiento (λ). La tensión de Cauchy se calculó a partir de la carga instantánea (P) dividida por el área transversal real (P/a). El alargamiento (λ) se obtuvo dividiendo la longitud instantánea (l) por la longitud inicial (L). El área transversal real se a calculado utilizando la condición de incompresibilidad que conduce a la relación $a=A/\lambda$, donde A es el área transversal inicial.

En las Figuras 6, 7 y 8 se recogen las curvas tensión – alargamiento para los pacientes sanos y patológicos, separando los resultados para las direcciones 0° y 90°.

En la Figura 6, correspondiente a los ensayos en material sano, se distinguen con claridad dos zonas de diferente rigidez. Una primera en que la pendiente de la curva se mantiene aproximadamente constante –próxima a la linealidad– hasta un alargamiento $\lambda \approx 1.4$, correspondiente a una deformación ingenieril del 40%. A partir de este alargamiento la pendiente de la curva empieza a crecer rápidamente, alcanzando una fuerte rigidización para $\lambda \approx 1.65$, en las probetas orientadas a 0°, y $\lambda \approx 1.75$ en las probetas orientadas a 90°. Como se puede observar el comportamiento es diferente para las direcciones 0° y 90° mostrando el material un cierto grado de anisotropía.

En la Figura 6 también se muestra el intervalo de carga producido por la presión arterial (60/120mmHg), que se obtuvo considerando un diámetro promedio en reposo de 25 mm y empleando la ecuación para tubos delgados [5]. Puede apreciarse que la zona de funcionamiento fisiológico se encuentra en la parte de la curva en que se produce el cambio más fuerte de la pendiente, por lo que queda limitado el aumento del diámetro con el incremento de presión. También se puede distinguir que la zona fisiológica está bastante alejada del nivel de rotura de la pared arterial.

De los ensayos realizados en el Grupo I (Bicúspide) se obtuvieron las curvas tensión alargamiento que se muestran en la Figura 7. En este caso puede observarse una zona inicial muy reducida ($\lambda < 1.05$) de pendiente constante y gran flexibilidad, probablemente relacionada con la deficiente síntesis de elastina provocada por esta patología. Para alargamientos de $\lambda \approx 1.2$ el material comienza su rigidización, rompiendo a un alargamiento bastante inferior al de los pacientes sanos. Pese a la gran dispersión experimental, es destacable la gran diferencia en la respuesta mecánica del material para las dos direcciones ensayadas lo que muestra una marcada anisotropía. Aunque solamente se dispuso de material procedente de tres pacientes, la fuerte dispersión de los resultados es probable que también esté relacionada con la falta de uniformidad en el material provocada por esta patología.

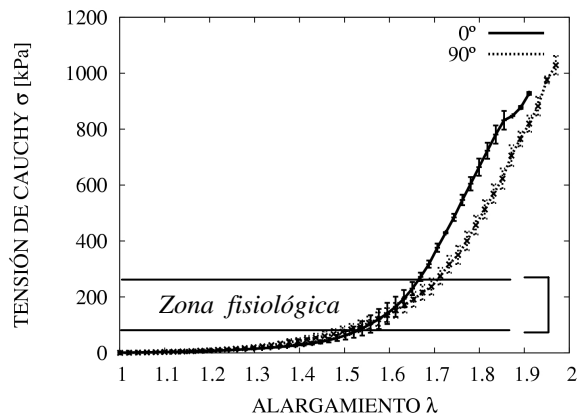


Figura 6 Tensión de Cauchy en función del alargamiento para el material del Grupo 0 (sano), las barras corresponden al error estándar

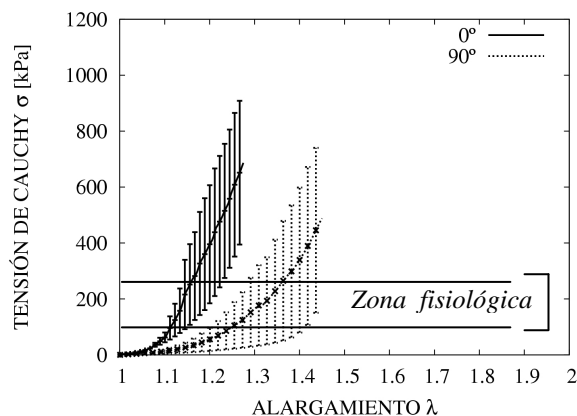


Figura 7 Tensión de Cauchy en función del alargamiento para el material del Grupo I (Bicúspide), las barras corresponden al error estándar

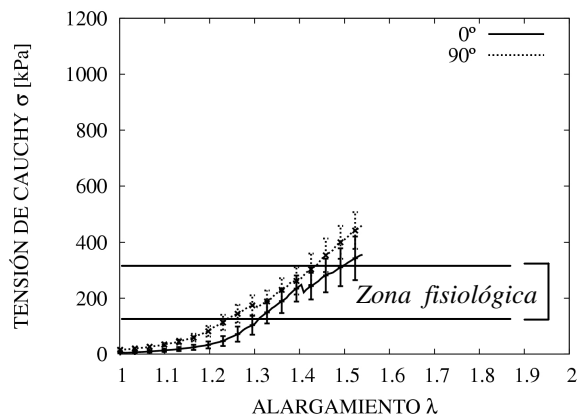


Figura 8 Tensión de Cauchy en función del alargamiento para el material del Grupo II (Marfan), las barras corresponden al error estándar

La zona de funcionamiento fisiológico de los vasos del Grupo I fue obtenida con un diámetro promedio de 34mm y también se muestra en la Figura 7. Puede apreciarse que el vaso trabaja en la zona en que la curva alcanza pendientes más altas y por ello el comportamiento del vaso será mucho más rígido, perdiendo parte de su función de amortiguamiento de la onda de presión del latido cardíaco. En este caso, además, la zona de funcionamiento fisiológico está sensiblemente más próxima al nivel de rotura del material.

Las piezas ensayadas de pacientes con el síndrome de Marfán correspondían a aortas muy dilatadas, con un diámetro promedio de 48 mm. En la Figura 8 se presentan las curvas tensión alargamiento para éste caso. Es posible observar en dicha figura una primera zona de pendiente sensiblemente constante ($\lambda < 1.15$), bastante inferior a la obtenida en los pacientes sanos. A partir de dicho alargamiento la pendiente de la curva aumenta rápidamente, alcanzando una leve rigidización, aunque apreciablemente menor que la presentada en el Grupo I.

La zona de funcionamiento fisiológico correspondiente al Grupo II (Figura 8) se encuentra en la parte en que la curva presenta mayor rigidez, lo que indica que se ha agotado la capacidad de respuesta elástica del material, situándose peligrosamente cerca de los niveles tensionales correspondientes a la rotura.

Analizando las curvas tensión alargamiento de los tres grupos, es posible obtener la elongación máxima (λ_{max}) y la tensión real máxima (σ_{max}) correspondientes a la rotura de cada tipo de vaso. Estas propiedades se resumen en la tabla 4 y corresponden al promedio de cada orientación. Para la obtención de los datos de la tabla, se considera la rotura de la probeta cuando una de las capas que forman la pared de la arteria rompe lo que se ve reflejado en una disminución repentina de la carga registrada en el ensayo.

Tabla 4. Propiedades mecánicas de los materiales.

Grupo		$\lambda_{max} \pm \text{error}$	$\sigma_{max} \text{ [kPa]} \pm \text{error}$
0	0°	1.91 ± 0.23	928 ± 5
	90°	1.98 ± 0.20	1041 ± 35
I	0°	1.28 ± 0.40	686 ± 255
	90°	1.45 ± 0.37	488 ± 289
II	0°	1.54 ± 0.41	357 ± 80
	90°	1.54 ± 0.32	463 ± 64

La observación conjunta de los datos de la tabla 4 y las curvas de tensión alargamiento de las Figuras 6, 7 y 8 muestra con claridad que el comportamiento mecánico de la arteria enferma presenta menores valores de deformación y carga de rotura. También se observa un aumento en la dispersión de los resultados, afectados por la falta de uniformidad del material enfermo. Finalmente en la Figura 9 se comparan las curvas tensión alargamiento de los tres grupos de pacientes en

dirección circunferencial, ya que esta es la dirección principal de sollicitación de un conducto sometido a presión interior como es el caso de una arteria.

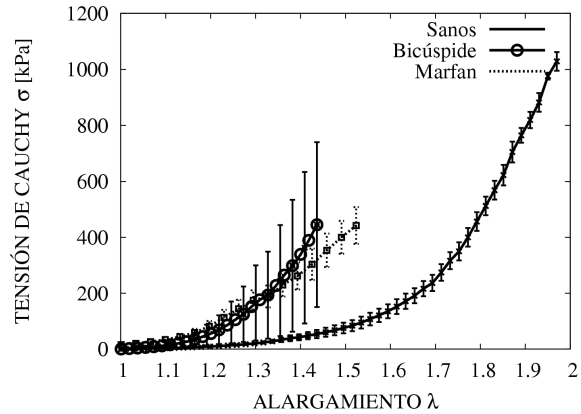


Figura 9 Tensión de Cauchy en función del alargamiento para los tres grupos analizados, con probetas en dirección circunferencial (90°), las barras corresponden al error estándar

En la Figura 9 puede observarse claramente que las dos patologías analizadas comprometen seriamente el comportamiento mecánico de la pared de la aorta. Esto se aprecia en una disminución considerable de la tensión y la deformación máxima, que prácticamente se reducen a la mitad en ambos casos. También puede distinguirse una mayor rigidez en la respuesta del vaso, que pierde sustancialmente su capacidad como elemento amortiguador y moderador de la onda de presión originada por el corazón.

5. CONCLUSIONES

A través de ensayos mecánicos de tracción uniaxial se ha caracterizado el comportamiento mecánico las condiciones de rotura de la pared de la aorta ascendente humana. Se ha analizado la influencia de dos patologías de alta prevalencia (válvula aórtica bicúspide y síndrome de Marfán) cuantificando la pérdida producida en su respuesta mecánica.

Las patologías estudiadas provocan una reducción muy importante de las cargas y deformaciones de rotura, que se acercan peligrosamente a la zona de funcionamiento fisiológico, especialmente en el caso de los pacientes con síndrome de Marfán.

También se ha constatado un importante aumento de la rigidez de la respuesta mecánica, que reduce en gran medida el amortiguamiento que la aorta ascendente realiza de la onda de presión transmitida por el corazón.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la ayuda prestada para la ejecución de este trabajo al Ministerio de Educación y Ciencia través del proyecto MAT2005-6320, a la Comunidad de Madrid a través del programa ESTRUMAT-CM (MAT/77) y al programa Alβan de Becas de Alto Nivel de la Unión Europea para América Latina, Beca N° E04D048023CL.

REFERENCIAS

- [1] Página web del Instituto Nacioal de Estadística de España (INE). <http://www.ine.es> (Consultada: Enero 2007), Nota de prensa 10 de Enero del 2007
- [2] Sokolis D. P, Boudoulas H. and Karayannacos P. E. Assessment of the aortic stress-strain relation in uniaxial tension. *Journal of Biomechanics*, 35 1213-1223, 2002.
- [3] Koullias G, Modak R. And Tranquilli M. Mechanical deterioration underlies malignant behavior of aneurysmal human ascending aorta.. *The Journal of Thoracic and Cardiovascular Surgery*, 130:667e1-677e.9, 2005.
- [4] Atienza J. M., G.V. Guinea, F.J. Rojo, P. Aragoncillo, R. Burgos, M. Elices. Comportamiento termomecánico de los vasos sanguíneos humanos. XXIII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Vol 2 575-580, 2006.
- [5] Holzapfel G *Nonlinear Solid Mechanics. A continuum Aproach for Engineering*. Willey 2000.

ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LA PIEL DE RATONES B6SJLF1/J. DAÑO Y ASPECTOS INELÁSTICOS

**J. Grasa¹, J. A. Bea¹, J. F. Rodríguez¹, I. Ochoa¹, A. Pérez del Palomar¹,
R. Osta², M. J. Muñoz², M. Doblaré¹**

¹ Grupo de Mecánica Estructural y Modelado de Materiales (GEMM). Instituto de Investigación en Ingeniería de Aragón (I3A). Universidad de Zaragoza. Campus Río Ebro (Edificio Agustín de Betancourt)
C/ María de Luna 3. 50018 Zaragoza.
E-mail: jgrasa@unizar.es

² LAGENBIO-INGEN, Instituto de Investigación en Ingeniería de Aragón (I3A). Universidad de Zaragoza.
Facultad de Veterinaria, C/ Miguel Server 177.
28040 Madrid, España.

RESUMEN

El conocimiento del comportamiento mecánico de la piel es esencial para un gran número de aplicaciones clínicas, de aquí que diversos autores hayan llevado a cabo numerosos estudios experimentales sobre este tejido. La gran mayoría de estos estudios se basan únicamente en la aplicación de carga de forma monótona para obtener variables que caractericen el comportamiento de este tejido. En este artículo se presentan los resultados obtenidos para una serie de muestras de tejido vivo ensayadas bajo carga monótona y carga cíclica.

Los ensayos cíclicos muestran el característico efecto Mullins presente en el comportamiento de elastómeros y otra clase de tejidos blandos. Del mismo modo, la curva envolvente del ensayo cíclico se ajusta a aquella obtenida por el ensayo monótono a tracción justificando el hecho de que los ensayos cíclicos pueden utilizarse para identificar variables estructurales asociadas a la respuesta de la piel. Estos ensayos son el punto de partida para el desarrollo de leyes constitutivas para el tejido, permitiendo también la identificación de variables mecanobiológicas que establezcan diferencias entre individuos.

ABSTRACT

Knowing the behaviour of the skin is essential for a number of clinical applications. Most of the studies on the mechanical behaviour of this tissue have been performed under monotonic loading. In this paper, live samples of skin were tested both under cyclic and monotonic loading to mechanically characterize the tissue.

Cyclic tests showed a typical Mullins effect widely known for elastomers and other soft tissues. Also, the results show that the envelope curve of the cyclic test fits well with the one obtained from monotonic tensile tests, justifying the fact that cyclic tests should be used for identifying structural variables associated to the actual mechanical response of the skin. These test are the starting point for the development of a constitutive law for the tissue. They also allow the identification of mechanobiological variables for individual differentiation

PALABRAS CLAVE: Ratón B6SJLF1/J, Efecto Mullins.

1. INTRODUCCIÓN

Complejas operaciones de cirugía reconstructiva son realizadas diariamente para el tratamiento de quemaduras, heridas, laceraciones, defectos de nacimiento, entre otras [1]. El conocimiento de las propiedades mecánicas de los tejidos blandos afectados en estas intervenciones es esencial para establecer las incisiones más adecuadas y prevenir posibles complicaciones. Es por ello que para desarrollar estrategias de actuación en aplicaciones médicas de este

tipo es necesario desarrollar modelos de comportamiento, especialmente en la piel, pues es uno de estos tejidos que presenta un particular desafío debido a su complejo comportamiento mecánico basado en una estructura de fibras orientadas con marcada anisotropía e inelasticidad [2]. Tradicionalmente la piel ha sido caracterizada, debido a su comportamiento hiperelástico, como un material de tipo elastómero. Sin embargo, la relación entre el comportamiento constitutivo de la piel y su micro estructura es mucho más compleja que la observada en los elastómeros. Esto

es debido al hecho de que la piel comprende dos principales capas de tejido: la dermis y la epidermis. En la piel de los mamíferos la dermis presenta un espesor veinte veces más pequeño que el de la epidermis [3] y domina prácticamente todo el comportamiento constitutivo. La dermis está compuesta por una sustancia de base con fibras de elastina y colágeno embebidas en su interior, siendo estas últimas las que predominan en torno a un 60-80% [4,5] del peso en seco de la dermis distribuidas a lo largo de las líneas de Langer [6]. Una serie de experimentos utilizando muestras *in vivo* [7] han mostrado que la orientación del alargamiento de las líneas de Langer está relacionado con la orientación de la red de colágeno. De este modo, el comportamiento constitutivo de la piel depende principalmente de la estructura, densidad y dirección de las fibras de colágeno presentes dentro de la dermis [8,9,10].

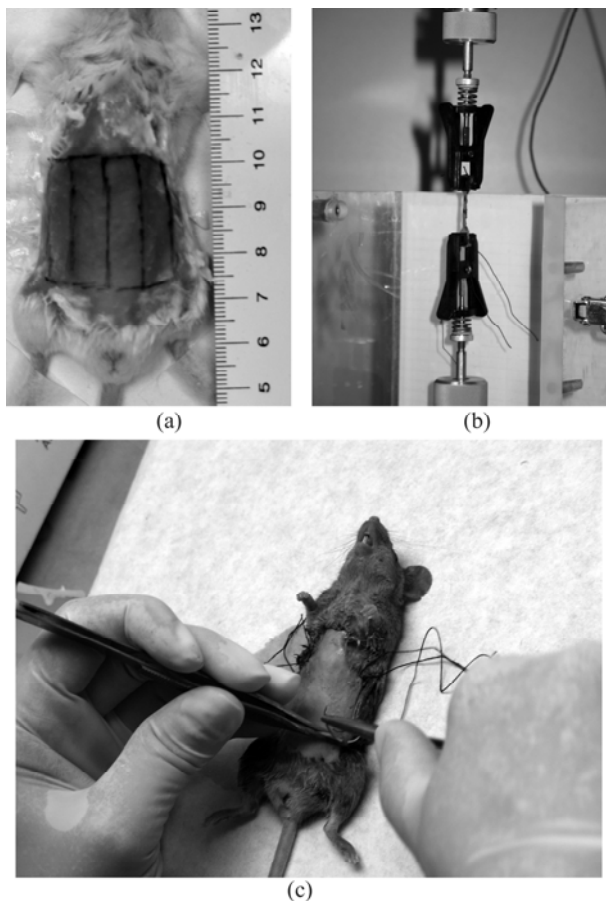


Figura 1. Procedimiento experimental. (a) Disposición de la muestra en la región abdominal. (b) La muestra colocada en la máquina de ensayo. (c) Técnica de extracción *in vivo*.

Los estudios experimentales llevados a cabo en la piel usualmente están limitados a ensayos uniaxiales debido a las dificultades de controlar las condiciones en dos o tres dimensiones [10,11,12,13]. Es por ello que la mayoría de los estudios se han centrado en la respuesta uniaxial o biaxial bajo carga monotónica [2,4,5]. Han llegado a distinguirse tres fases distintas en la respuesta

tensión-deformación de la piel [13], la primera de ellas caracterizada por un pequeño módulo de rigidez, la segunda por la pérdida de movilidad de las unidades estructurales con un considerable aumento del módulo elástico y la tercera mostrando un rápido endurecimiento del material. La piel también ha sido sometida a ensayos dinámicos con la finalidad de caracterizar sus propiedades viscoelásticas [20]. Se ha llevado a cabo también la caracterización de piel humana [19] en una única dirección sometida previamente a presión estática y cíclica comparando los resultados obtenidos con muestras sin comprimir previamente. Estos resultados mostraron que los tejidos presurizados antes de los ensayos a tracción eran menos rígidos que el otro grupo de muestras, una evidencia de que el daño es inducido por la carga. Por el contrario, también se encontró que los cambios en las propiedades mecánicas debidos a presión estática únicamente eran más significativos que aquellos causados por presión cíclica. Sin embargo, a pesar de todos estos esfuerzos existen muy pocos trabajos que se centran en el estudio de la respuesta de la piel bajo carga cíclica que permite entender de una mejor forma el comportamiento no lineal de este tejido.

Los objetivos de este trabajo se centran en determinar la relación existente entre ensayos monótonos y cíclicos en la piel para establecer el procedimiento óptimo de ensayo que caracterice el comportamiento mecánico de este tejido. Como segundo objetivo se encuentra la identificación de aspectos asociados a la respuesta mecánica de la piel para poder incorporarlos en modelos constitutivos.

2. MATERIAL Y MÉTODO

Todos los experimentos, tratamiento y cuidado de los animales han sido realizados de acuerdo con la aceptación de la comisión ética de la Universidad de Zaragoza y las guías internacionales para el uso de animales de laboratorio. Las muestras de piel se obtienen de la región abdominal en ratones de la especie B6SJLF1/J previamente anestesiados con sodio pentobarbital (40 mg/kg). Es posible obtener de cada ratón cuatro muestras de aproximadamente 4 mm de anchura y 10 de longitud. Dos de estas muestras se ensayan a tensión monótona y dos cíclicamente, siendo fotografiadas después de la disección y grabadas sus dimensiones utilizando un programa de análisis de imagen. El espesor de las mismas se obtiene colocándolas entre dos piezas de cristal y midiendo la distancia con un calibre digital. Durante el ensayo las muestras se someten a un ambiente húmedo, colocando dos marcas negras que sirven como puntos de referencia para el video extensómetro que controlará el ensayo.

Los ensayos uniaxiales se realizan bajo control en desplazamiento en una máquina INSTRON 5848 con una célula de carga de 5 N y un video extensómetro INSTRON AVE. Para el ensayo monótono, las muestras son cargadas a un ritmo de 15 mm/min hasta la rotura o a un valor máximo de carga de 5 N. En los

ensayos cíclicos el control se realiza de acuerdo al perfil mostrado en la Figura 2. Cada muestra se somete a un pre-acondicionamiento cargándola a 0.1 N y aplicando cuatro ciclos de carga desde 0 hasta 0.25 N antes de someterla al ensayo. La carga, el desplazamiento y la deformación longitudinal se almacenan con una frecuencia de 5 datos por segundo.

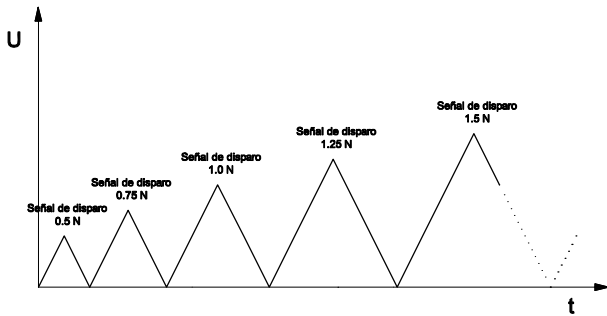


Figura 2. Señal de control utilizada para los ensayos cíclicos utilizando una señal de disparo que controla la carga máxima para comenzar la descarga.

3. RESULTADOS

Un total de 24 muestras de piel a lo largo de la dirección longitudinal del animal han sido extraídas de la región abdominal (11.36 ± 0.75) para ensayarlas monótonamente y cíclicamente como se ha descrito en la anterior sección. La diferencia de peso entre machos (46.2 ± 5.1 g) y hembras (50.17 ± 4.6 g) no se encontró significativa.

Las diferencias entre el máximo alargamiento después de cinco ciclos de carga en machos (1.26 ± 0.035) y hembras (1.18 ± 0.083), sin incluir el preacondicionamiento de la muestra tampoco es significativo, tampoco existen diferencias entre la máxima tensión después del mismo número de ciclos de carga para machos (0.61 ± 0.16 MPa) y hembras (0.78 ± 0.32 MPa).

Los ensayos cíclicos muestran el típico efecto Mullin [14] en el cual la curva de carga primaria se recupera después de cargar desde tensión nula, comparando el ensayo monótono y el cíclico la curva de carga primaria en ensayos cíclicos sigue la curva tensión-deformación del ensayo monótono. La Figura 3 muestra dos curvas representativas de un ensayo monótono y cíclico para un ratón macho y un ratón hembra donde puede observarse cómo la curva monótona es la envolvente de la curva cíclica. Este comportamiento es también observado en el resto de las muestras. Además, todas las muestras exhiben una trayectoria de carga y descarga con una evidente deformación residual para tensión nula así como un cambio significativo en la pendiente de la trayectoria de descarga.

A pesar de que las curvas tensión-deformación del mismo animal presentan una dispersión relativamente baja, esta dispersión aumenta entre distintos animales

del mismo sexo (ver Figura 4). Sin embargo, a pesar de la gran variabilidad en las curvas tensión-deformación, el alargamiento longitudinal (designado por λ_R) se encuentra correlado con el máximo alargamiento previo, $\lambda_U^t = \max_{0 \leq s \leq t} \lambda^s$, como se muestra en la Figura 5(a). Esta figura demuestra también que todos los datos se ajustan a un polinomio cuadrático ($R^2 = 0.97$) para machos y hembras. Además, el error se encuentra bien distribuido en torno a cero indicando mínima tendencia funcional (ver Figura 5(b)). Respecto a las diferencias de género, un test de señal de Wilcoxon fue realizado sobre λ_R y λ_U y no se revelan diferencias estadísticas para λ_R entre géneros. Sin embargo, diferencias significativas ($p < 0.01$) se encuentran entre machos y hembras para λ_U .

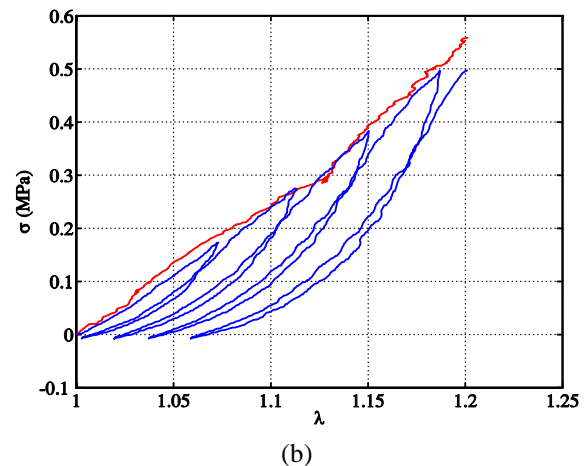
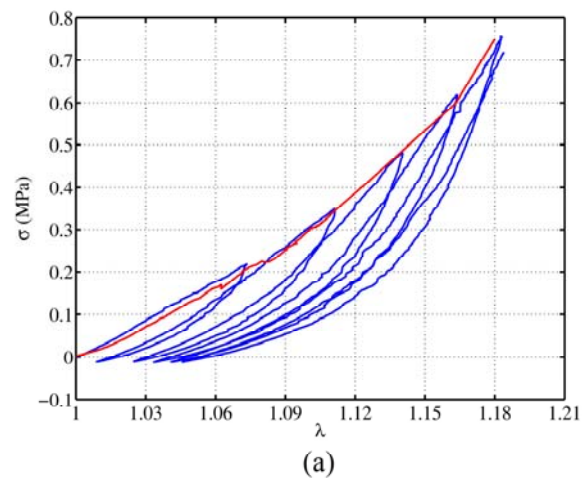


Figura 3. Resultados obtenidos para ratones de 18 meses de edad. En negro el ensayo cíclico y en gris el ensayo monótono. (a) Ratón macho (b) Ratón hembra.

El grado de suavizado de la tensión (pendiente de la curva tensión-deformación al comienzo de la descarga) parece incrementarse con λ_U , y se correlaciona bien con la tensión correspondiente al valor en λ_U , σ_U (regresión lineal con $R^2=0.87$) como se muestra en la Figura 6. Este comportamiento se observa para todas las muestras con relativa pequeña variabilidad entre individuos.

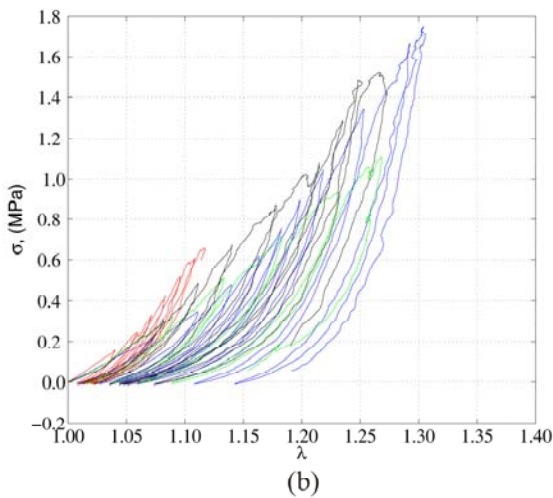
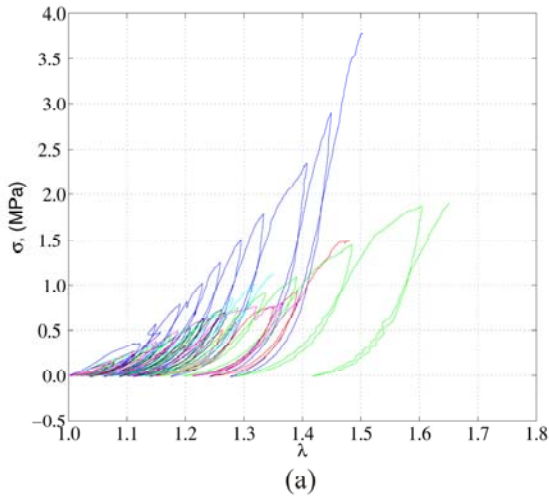


Figura 4. Ensayos cíclicos de la piel para ratones (a) Machos (b) Hembras.

4. DISCUSIÓN

El conocimiento del comportamiento mecánico de la piel es de considerable importancia para aplicaciones de cirugía reconstructiva puesto que es esencial para el desarrollo de estrategias en aplicaciones médicas y planteamiento quirúrgico. Este aspecto ha justificado el estudio de las propiedades elásticas y viscoelásticas de la piel. Por el momento, la mayoría de los estudios se han centrado en la respuesta monótona del tejido bajo carga uniaxial o biaxial [5,11]. Para ensayar y caracterizar materiales con una gran dependencia en su estructura interna como la piel es necesario definir un proceso de prueba efectivo, es por ello que en este caso particular el ensayo de carga cíclica proporciona información muy importante sobre el comportamiento del material como consecuencia de su configuración interna. Sin embargo, este tipo de ensayo no ha sido utilizado tradicionalmente para la caracterización de este tejido. En este trabajo, la respuesta mecánica de la piel del ratón bajo carga cíclica se utiliza para identificar parámetros asociados a la respuesta mecánica de la piel.

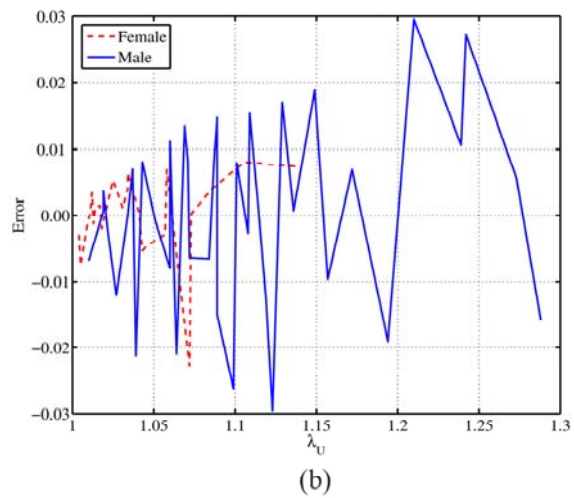
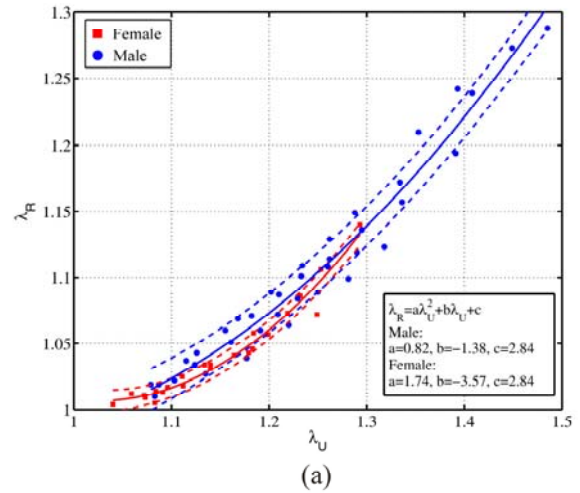


Figura 5. Alargamiento permanente versus alargamiento de descarga para todas las muestras. (a) λ_U vs λ_R valores experimentales y curva de ajuste. (b) Distribución del error residual del ajuste.

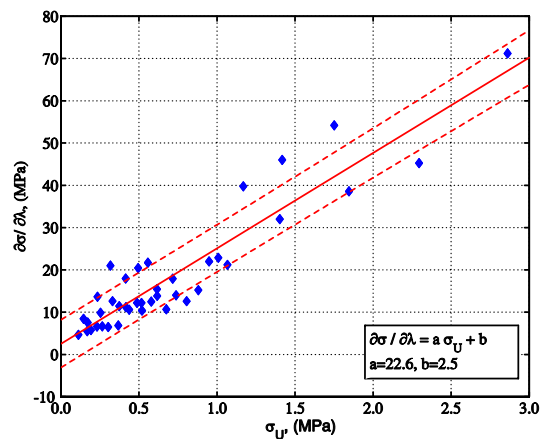


Figura 6. Tensión de descarga frente a la rigidez de descarga para todos los ensayos cíclicos.

Se observa de las curvas de carga monótona que coinciden con la carga primaria de curvas en ensayos cíclicos de acuerdo con el efecto Mullin. Esta característica ha sido observada en elastómeros [15] y

también en tejidos biológicos como el intestino delgado [16]. Los resultados mostrados no sólo confirman este comportamiento en la piel de los ratones si no que también identifican aspectos relacionados con la respuesta mecánica del tejido. También aparece reflejada una elevada variabilidad entre individuos en el comportamiento tensión-deformación de la piel con pequeña variabilidad intra-individual. Sin embargo, una posible fuente de variabilidad en los resultados venga de la incertidumbre presente a la hora de determinar con exactitud la sección transversal de las muestras.

Utilizando estos parámetros independientes es posible comparar diferentes grupos, en este caso machos y hembras. Además, estos parámetros pueden también utilizarse para formular ecuaciones constitutivas más generales para el tejido. Los ensayos muestran una elevada dependencia entre el alargamiento permanente λ_R del tejido después de eliminar toda la carga y la última deformación máxima experimentado por el tejido λ_U^1 (ver Figura 5). De hecho, se encuentran diferencias significativas entre λ_R para ambos sexos (siendo mayores para machos que para hembras). Estas conclusiones implican que la correlación entre λ_R y λ_U^1 obedece a características estructurales de la piel dependientes del sexo. Estudios previos han revelado que hormonas sexuales influyen sobre la estructura de la piel [17], una característica también observada en ratones [18]. Sin embargo, existen efectos viscoelásticos enmascarados en los resultados, como se muestra en la Figura 5, y por lo tanto experimentos adicionales deben realizarse con la finalidad de separar los efectos viscoelásticos de los inelásticos. Los ensayos cíclicos han mostrado también un incremento en la pendiente de las curvas de descarga con σ_U (ver Figura 6) lo que indica un incremento del daño en el tejido con el proceso de carga, un comportamiento también observado en gomas reforzadas con partículas [15] y también en piel humana sometida a presión cíclica [19]. Este hecho pone de manifiesto la posible ruptura de las fibras cohesivas dentro del tejido, lo que significa también una deformación permanente. Como en el caso de la relación entre λ_R y λ_U^1 la evolución del daño en la piel parece relacionada a la estructura interna del tejido y a la dependencia de sexo. El promedio de los resultados obtenidos de los ensayos cíclicos ponen de manifiesto un tipo de comportamiento viscoelástico asociado a la piel. Nuevos estudios han de llevarse a cabo y centrarse en la caracterización mecánica de la piel en la dirección transversal y bajo cargas biaxiales, así como el estudio del efecto de la edad en la respuesta tensión-deformación del tejido.

REFERENCIAS

- [1] L. Gambarota, R. Massabo, R. Morbiducci, E. Raposio y P. Santi. *In vivo experimental testing and model identification of human scalp skin*. Journal of Biomechanics, 38:2237–2247. 2005.
- [2] M. S. Sacks. *Biaxial mechanical evaluation of planar biological materials*. Journal Of Elasticity, 61:199–246. 2000.
- [3] O. A. Shergold. *The mechanics of needle-free injection*. Department of Mechanical Engineering. Cambridge, Cambridge University, page 200. 2004.
- [4] G. W. Dombi, y R. C. Haut. *The tensile strength of skin and correlations with collagen content*. Advances in Bioengineering, ASME, New York, 32:95–96. 1985.
- [5] R. Reihnsner, B. Balogh, y E. J. Menzel. *Two-dimensional elastic properties of human skin in terms of an incremental model at the in vivo configuration*. Medical Engineering And Physics, 17:304–313. 1995.
- [6] K. Langer. *On the anatomy and physiology of the skin: I. the cleavability of the cutis. 1861*; translated by gibson t. British Journal of Plastic Surgery, 31:3–8. 1978.
- [7] M. D. Ridge y V. Wright. *The directional effects of skin*. Journal of Investigation in Dermatology, 46(4):341–346. 1966.
- [8] Nimni, M. E., Deguia, E., and Bavetta, L. A. *Collagen hexosamine and tensile strength of rabbit skin during aging*. Jorunal Of Investigative Dermatology, 47:156–158. 1966.
- [9] Vogel, H. G. *Age dependence of mechanical and biochemical properties of human skin. I: Stress-strain experiments, skin thickness and biochemical analysis*. Bioengineering and the skin, 3:67–91. 1987.
- [10] Shergold, O. A., Fleck, N. A., and Radford, D. *The uniaxial stress versus strain response of pig skin and silicone rubber at low and high strain rates*. International Journal Of Impact Engineering, 32:1384–1402. 2006.
- [11] Sacks, M. S. *Biaxial mechanical evaluation of planar biological materials*. Journal Of Elasticity, 61:199–246. 2000.
- [12] Dombi, G. W. and Haut, R. C. *The tensile strength of skin and correlations with collagen content*. Advances in Bioengineering, ASME, New York, 32:95–96. 1985.

- [13] Lafrance, H., Guillot, M., Germain, L., and Auger, F. A. *A method for the evaluation of tensile properties of skin equivalents*. Med. Eng. Phys., 17(7):537–543. 1995.
- [14] Mullins, L. *Effect of stretching on the properties of rubber*. Journal of Rubber Research, 16:275–289. 1947.
- [15] Dorfmann, A. and Ogden, R. W. *A constitutive model for the mullins effect with permanent set in particle-reinforced rubber*. International Journal of Solids and Structures, 41:1855–1878. 2004.
- [16] Gregersen, H., Emery, J. L., and McCulloch, A. D. *History-dependent mechanical behavior of guinea-pig small intestine*. Annals of Biomedical Engineering, 26:850–858. 2004.
- [17] Seidenary, S., Pagnoni, A., Nardo, A. D., and Giannetti, A. *Ecographic evaluation with image analysis of normal skin: variations according to age and sex*. Skin Pharmacology, 7:201–209. 1994.
- [18] L. Azzi, El-Alfy, M., Martel, C., and Labrie, F. *Gender differences in mouse skin morphology and specific effects of sex steroids and dehydroepiandrosterone*. J. Invest. Dermatol., 124:22–27. 2005.
- [19] Edsberg, L. E., Mates, R. E., Baier, R. E., and Lauren, M. *Mechanical characteristics of human skin subjected to static versus cyclic normal pressures*. Journal of Rehabilitation Research and Development, 36(2). 1999.
- [20] Del Prete, Z., Antonucci, S., Hoffman, A. H., and Grigg, P. *Viscoelastic properties of skin in mov-13 and tsk mice*. Journal of Biomechanics, 37(10):1491–1497. 2004.

**FATIGA Y FRACTURA DE MATERIALES MICRO Y
NANO-ESTRUCTURADOS**

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE NANOCOMPUESTOS DE EVOH 44**M.LI. Maspoch¹, E. Franco-Urquiza, J. Gámez-Pérez, M. Eriksson, G. Porta, M. Sánchez-Soto, O.O. Santana**

¹ Centre Català del Plàstic. Universitat Politècnica de Catalunya (UPC)
C/Colom 114, 08222 Terrassa.
E-mail: maria.lluisa.maspoch@upc.edu

RESUMEN

Se han preparado y caracterizado films de EVOH y de diferentes mezclas con una arcilla de tipo Montmorillonita. Las mezclas se obtuvieron por el método de mezclado en fundido, utilizando una extrusora doble husillo. Mediante procesos de coextrusión plana se elaboraron films con dos espesores diferentes para todos los materiales. El estudio térmico se llevó a cabo empleando las técnicas de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis térmico dinámico (DMTA). Para el comportamiento mecánico, se realizaron ensayos a tracción, mientras que para el de fractura se utilizó la técnica del trabajo esencial de fractura (EWF). El análisis fractográfico se realizó por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB). Las propiedades se relacionaron con el número de procesados, el porcentaje de Montmorillonita contenida en la matriz y el espesor del film.

ABSTRACT

Films of ethylene vinyl alcohol (EVOH) and blends EVOH – MMT have been prepared and analyzed. The blends were produced by melt intercalation using a twin-screw extruder. The films were elaborated by co-extrusion processes to obtain two different thicknesses. Thermal characteristics were analyzed by differential scanning calorimetry (DSC) and dynamic mechanical thermal analysis (DMTA). Mechanical behaviour was analyzed by tensile test. Fracture properties were determined by the essential work of fracture (EWF) method. Fractographic analysis was carried out by scanning electronic microscopy (SEM). Properties were related among the number of twin-screw processes, the clay percentage and the thickness of the film.

PALABRAS CLAVE: Nanocompuestos, EVOH, trabajo esencial de fractura.

1. INTRODUCCIÓN

Los copolímeros etileno alcohol vinílico (EVOH) son de gran importancia y empleo en la industria del envasado de alimentos debido a su elevado efecto barrera a los gases. Sin embargo, las propiedades de éstos copolímeros (principalmente el efecto barrera) disminuyen significativamente al estar en contacto con la humedad y al ser sometidos a diversos procesos de envasado tales como la pasteurización y la esterilización, razón por la cuál, son empleados, en la mayoría de sus aplicaciones comerciales, en estructuras multicapas, donde los copolímeros se ubican entre materiales hidrofóbicos como las poliolefinas [1-2]. Una de las formas que se utiliza para incrementar estas propiedades barrera es la de modificar adecuadamente al copolímero con cargas inorgánicas (arcillas) para lograr una excelente dispersión y/o exfoliación de éstas dentro de la matriz de EVOH, obteniendo así un material nanocompuesto. Las arcillas se constituyen por dos capas bidimensionales, donde una capa octaédrica central de alumina o magnesia está unida por los extremos a dos tetraedros externos de sílice. El espesor de estas capas es de aproximadamente 1 nm, y se

organizan entre sí formando apilamientos con un espaciado regular entre ellas conocido como galerías [3]. A pesar de que las nanocapas de silicatos son ideales para actuar como refuerzos, éstas no se dispersan fácilmente dentro de los copolímeros debido a su tendencia a formar aglomerados. Por ello, las arcillas son modificadas mediante un proceso de intercambio catiónico, lo que permite al silicato hidrofílico ser más organofílico, logrando aumentar la separación entre las capas facilitando su intercalación/exfoliación en el polímero. Las arcillas comúnmente empleadas en la elaboración de nanocompuestos son la Hectorita, la Saponita y la Montmorillonita (MMT) [4-5]. Existen diferentes procedimientos para preparar nanocompuestos, entre los que destacan la polimerización in situ, en solución y el mezclado en fundido.

El objetivo de este trabajo es evaluar la influencia del procesado, el porcentaje de montmorillonita y el espesor del film, sobre las propiedades térmicas, mecánicas y a fractura. Para ello, se prepararon (por mezclado en fundido) y ensayaron films de EVOH y de diferentes mezclas EVOH-MMT.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Como matriz, se utilizó un copolímero comercial EVOH Soarnol® AT4403B suministrado por Nipon Gohsei, con un contenido de etileno del 44% en moles y temperaturas de fusión (T_m) y de transición vítrea (T_g) de 164 y 55 °C respectivamente. Como carga inorgánica se empleó una arcilla montmorillonita Cloisite® 30B de Southern Clay Products, modificada con una sal de amonio cuaternario (metil tallow bis-2-hidroxiethyl) [6]. Esta arcilla contiene un porcentaje de humedad del 2% y una pérdida en peso por calcinación del 30%.

2.2. Preparación de los materiales

La preparación de las mezclas requirió de tres procesos de extrusión, el primero para incorporar la arcilla a la matriz, el segundo para homogeneizar la mezcla y el tercero para diluirla a los porcentajes deseados. Para ello se utilizó una extrusora de doble husillo Collin ECS-T10, a una velocidad de giro de los husillos de 80 rpm y un rango de temperaturas desde 170 °C en la dosificación hasta 220 °C en la boquilla. Previo a cada proceso de extrusión, las mezclas se secaron durante 15 horas a 80 °C en una estufa con circulación forzada de aire J.P. Selecta®. Para eliminar por completo la humedad, las mezclas se colocaron durante 1 hora a 100 °C dentro de un deshumidificador PIOVAN DSN506HE que se utilizó a su vez, como tolva de alimentación.

Se obtuvieron films de dos espesores diferentes: 400 y 100 μm . Los de 400 μm se prepararon a través de un proceso de extrusión-calandra monocapa, utilizando una extrusora Collin Teach Line 20T-E y empleando una boquilla de sección rectangular con una apertura de los labios de aproximadamente 450 μm . La velocidad de giro del husillo de la extrusora fue de 60 rpm, con temperaturas desde 165 °C en la zona de alimentación (T_1) hasta 220 °C en la boquilla. En la calandra, la velocidad de los cilindros fue de 40 rpm, con una temperatura de 30 °C y una presión entre ambos de 8.5 bares.

La preparación de los films de 100 μm de espesor se llevó a cabo mediante un proceso de coextrusión multicapa. De esta forma se consiguió el espesor previsto sin necesidad de aplicar estiramiento, lo cual hubiera inducido a una orientación no deseada del polímero en el film. Para la coextrusión se emplearon dos extrusoras bajo la configuración **ABA**, tal como se ilustra en la figura 1. El EVOH o las distintas mezclas se ubicaron en la capa central (**B**), mientras que en las capas exteriores (**A**) y sin adhesión al EVOH se colocó un polipropileno. Debido a la relación de velocidad del flujo a la salida el cabezal (3:1), la velocidad del husillo en **A** fue de 180 rpm, mientras que en **B** fue de 60 rpm, el perfil de temperaturas, y las condiciones de la calandra fueron las mismas que para la extrusión monocapa.

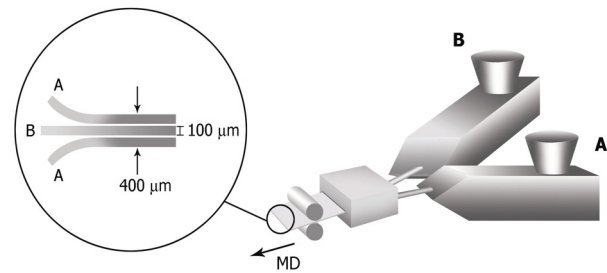


Figura 1. Esquema de la configuración ABA para la obtención de films de 100 μm de espesor.

En la tabla 1 se presenta la nomenclatura de los materiales analizados, el espesor de los films y el porcentaje real en peso de MMT.

Tabla 1. Resumen de los materiales preparados.

Nomenclatura	Espesor (μm)	% Real en peso MMT
E44 0X	401.6 \pm 6.8	0
E44 0X – 100	85.1 \pm 9.2	
E44 3X	414.6 \pm 7.7	
E44 3X – 100	66.3 \pm 10.7	
E44 0.5	410.1 \pm 4.9	0.56 \pm 0.02
E44 0.5 – 100	80.8 \pm 3.6	
E44 1	403.6 \pm 5.5	0.84 \pm 0.01
E44 1 – 100	82.2 \pm 2.5	
E44 2.5	395.5 \pm 6.4	2.16 \pm 0.08
E44 2.5 – 100	73.2 \pm 5.4	

En la nomenclatura, el primer término indica el EVOH y su contenido de etileno; el segundo el porcentaje nominal de arcilla contenida dentro de la matriz, o bien, el número de procesos de extrusión doble husillo; y el tercer término, precisa el espesor del film, resaltando que en ausencia de éste se da por entendido un film de 400 μm de espesor.

El espesor promedio fue medido en puntos aleatorios de las zonas central y lateral del film mediante un micrómetro digital CALIPER con una precisión de $\pm 1 \mu\text{m}$.

El porcentaje real en peso de arcilla contenida en la matriz se determinó, empleando el método A de la norma ISO 3451-1 [7], utilizando un horno mufla Selecta® 367PE a una temperatura de 600 °C hasta peso constante. Para su cálculo, se tomó en cuenta las pérdidas en peso por calcinación.

2.3. Caracterización físico-química

Para todas las mezclas se determinó el índice de fluidez (MFI) según la norma ISO 1133 [8], empleando un plastómetro CEAST a una temperatura de 210 °C con un precalentamiento del material de 2 minutos y una carga de 2.16 kg.

El comportamiento térmico del material se evaluó mediante calorimetría diferencial de barrido, utilizando un calorímetro DSC Perkin Elmer Pyris 1. Las muestras fueron tomadas de la zona central de cada film. Se realizó un primer calentamiento para borrar la historia térmica del material, un enfriamiento controlado y un segundo calentamiento. El rango de temperaturas fue de 30 a 230 °C a una velocidad de 10 °C/min, bajo atmósfera inerte de nitrógeno.

La temperatura de transición vítrea (T_g) de los materiales se determinó mediante ensayos térmico dinámico mecánico utilizando un DMTA MK-III. El rango de temperaturas empleado fue de 30 a 150 °C a 1 Hz de frecuencia y una velocidad de 2 °C/min. Se trabajó bajo el modo de flexión empleando probetas rectangulares de la zona central de los films de 400 μm . La geometría del ensayo no permitió analizar los films de 100 μm .

2.4. Caracterización mecánica y a fractura

Los ensayos a tracción se llevaron a cabo mediante una máquina de ensayos universales Galdabini V5E9, con una célula de carga de 1 kN y un videoextensómetro, a una velocidad de separación de las mordazas de 10 mm/min y una temperatura controlada de 23°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) según norma ISO 527-1 [9]. Se troquelaron probetas Halterio tipo IV en la dirección del flujo de extrusión (MD) de la zona central de los films.

Aplicando la teoría del trabajo esencial de fractura (EWF) y siguiendo las especificaciones del protocolo de la ESIS [10], se determinó el trabajo específico esencial de fractura (w_e) y el término plástico (βw_p). Se emplearon probetas tipo DDENT (doble entalla lateral ensayadas a tracción) con longitudes de ligamento (ℓ) comprendidas entre 5 y 20 mm (fig. 2a). Los ensayos se realizaron a las mismas condiciones que los de tracción.

El estudio fractográfico se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) con un microscopio JEOL JSM 6400. Se tomaron micrografías de las probetas ensayadas con longitud de ligamento de 13 mm para analizar, tanto la superficie de fractura en la zona de proceso (figura 2b), como el interior del material en la zona deformada plásticamente, tal como se indica en la figura 2c. Las muestras fueron recubiertas con una fina capa de oro a fin de hacerlas conductoras.

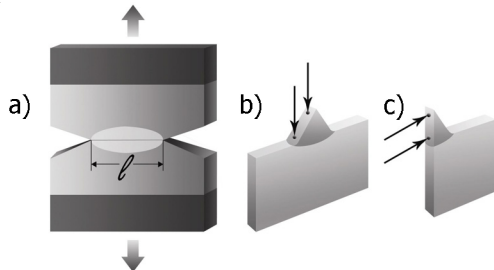


Figura 2. Esquemas. a) Probeta DDENT, b) superficie de fractura observada por MEB, c) zona interior de la probeta observada por MEB

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Características térmicas

El índice de fluidez disminuyó tal como cabría esperar, al agregar montmorillonita a la matriz de EVOH. No obstante, las variaciones fueron mínimas debido a las bajas proporciones de carga inorgánica presentes en el material, lo que permitió mantener prácticamente constante las condiciones de extrusión calandra en todos los films.

La tendencia general observada para la temperatura de transición vítrea (T_g), fue que ésta aumentó a mayor porcentaje de MMT debido a que la arcilla dificulta la movilidad de las cadenas poliméricas.

Con respecto a los ensayos realizados por DSC, la temperatura de fusión (T_m) determinada a partir de los termogramas correspondientes al segundo calentamiento, no presentó una variación significativa, manteniéndose entre 162 y 163 °C para todos los materiales.

En la figura 3, se presentan los termogramas obtenidos durante la fase de enfriamiento. La estimación del grado de cristalinidad (X_c) se calculó a partir del área bajo el pico de cristalización, empleando como referencia la entalpía de fusión de un alcohol polivinílico (PVOH: 157.8 J/g) [11].

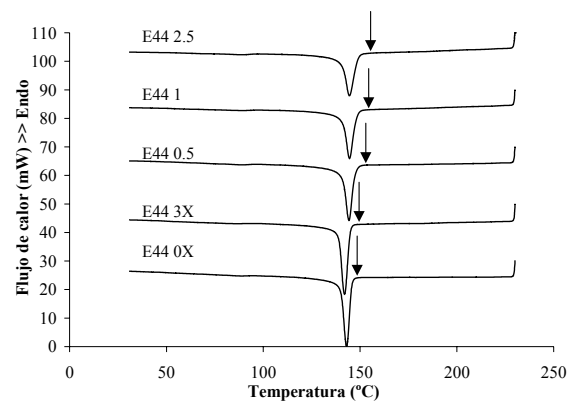


Figura 3. Termogramas resultantes del enfriamiento para los films de 400 μm .

El porcentaje de cristalinidad para todos los materiales resultó ser constante. No obstante, en los termogramas se observa un ensanchamiento gradual de los picos de cristalización, así como un aumento de la temperatura de inicio de la cristalización al incrementar el porcentaje de MMT. La anchura de los picos está relacionada con la perfección cristalina, la presencia de MMT promueve una distribución cristalina más heterogénea. Por otro lado, parece que la arcilla facilita la cristalización puesto que ésta se inicia a temperaturas más elevadas conforme aumenta el porcentaje de MMT. El mismo comportamiento se observó durante los ensayos realizados con los films de 100 μm de espesor.

El efecto que tiene la MMT como posible nucleante de la cristalización del EVOH, está siendo analizado actualmente por nuestro grupo.

3.2. Caracterización mecánica

La figura 4 presenta los valores del módulo elástico (E) obtenidos mediante los ensayos a tracción. Tanto para los films de 400 como de 100 μm de espesor, el valor del módulo disminuyó significativamente a mayor número de procesados (3X). Este efecto se relaciona con una posible degradación del EVOH a mayor número de procesos de extrusión doble husillo. Por otro lado, el porcentaje de arcilla aumenta la rigidez del material, tal como está descrito por otros autores [12].

Los films de 100 μm de espesor presentaron una mayor dispersión en el valor del módulo debido a que la rotura de las probetas ocurrió (en la mayoría de los casos) fuera de la zona de ensayo, esto se atribuyó a una menor calidad superficial de éstos films.

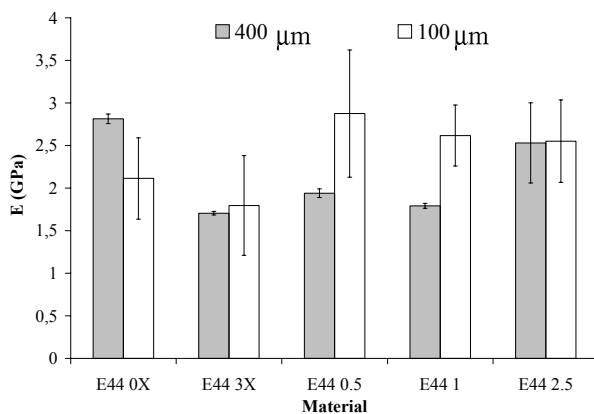


Figura 4. Variación del módulo elástico a tracción (E) en los films de 400 y 100 μm con respecto al número de procesados y el contenido de MMT.

La tensión a la cedencia (σ_y), no presentó variaciones significativas ni en función del número de procesados ni del porcentaje de arcilla, registrando una ligera disminución de su valor con respecto al espesor del film. El hecho de que σ_y se mantuviera constante con el porcentaje de MMT, permite suponer que la carga está compatibilizada con la matriz debido a la adecuada modificación de la arcilla, de no ser así, σ_y disminuiría al aumentar el porcentaje de MMT.

3.3. Caracterización a fractura

En la figura 5 se muestran algunos ejemplos de curvas fuerza-desplazamiento ($F-d$), obtenidas durante el ensayo de las probetas DDENT con longitud de ligamento de 16 mm. En la figura 5a, la curva correspondiente al EVOH sin modificar presenta una caída brusca de la carga después del máximo. Este hecho indica la formación de una estricción total del ligamento.

Al agregar MMT al EVOH, la forma de la curva $F-d$ cambia, presentando una caída suavizada de la carga. El mismo fenómeno, menos marcado, se observó para los films de 100 μm de espesor (figura 5b).

En la figura 5b, se observa que la curva $F-d$ correspondiente al film EVOH-MMT, presenta un aumento considerable de la carga máxima con respecto al EVOH sin modificar, mientras que el desplazamiento se mantiene constante para ambos. El mismo comportamiento se observó, en menor intensidad, para los films de 400 μm de espesor. Este hecho aunado al cambio de forma de la curva, provoca un incremento del área y por lo tanto, la energía requerida para el inicio y la propagación de la grieta es mayor, es decir, la MMT actúa como refuerzo en el EVOH.

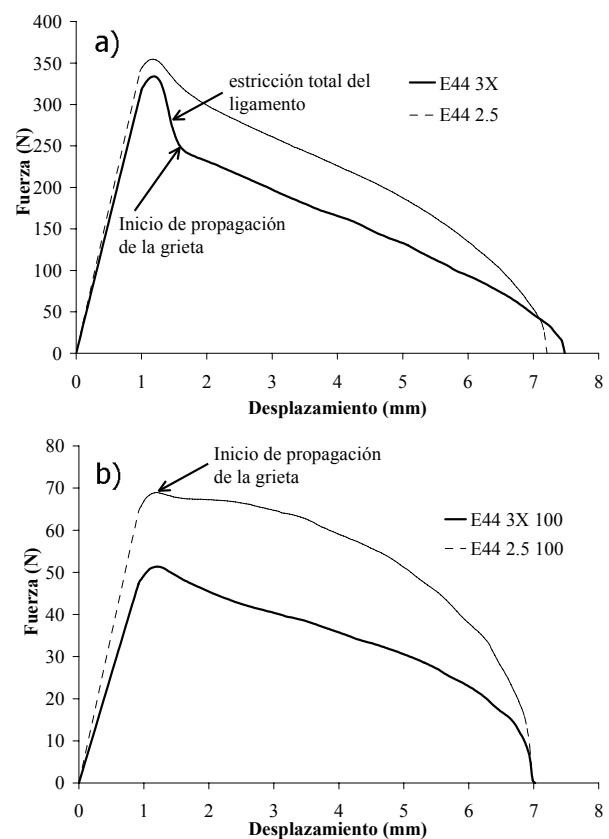


Figura 5. Curvas ($F-d$) obtenidas al ensayar probetas DDENT para una ℓ de 16 mm. a) 400 μm , b) 100 μm

En la figura 6 se presentan micrografías MEB, tomadas de la superficie de fractura en la zona de la entalla para los films de 400 μm de espesor.

La estricción en el EVOH sin modificar, provocó una reducción del espesor de aproximadamente 60% (figura 6a). Sin embargo, la estricción disminuye a mayor porcentaje de arcilla, demostrando que la arcilla dificulta la movilidad de las cadenas poliméricas. Para el material con 2.5% de MMT (E44 2.5) la reducción del espesor fue sólo del 30%. Un comportamiento similar lo presentaron los films de 100 μm de espesor.

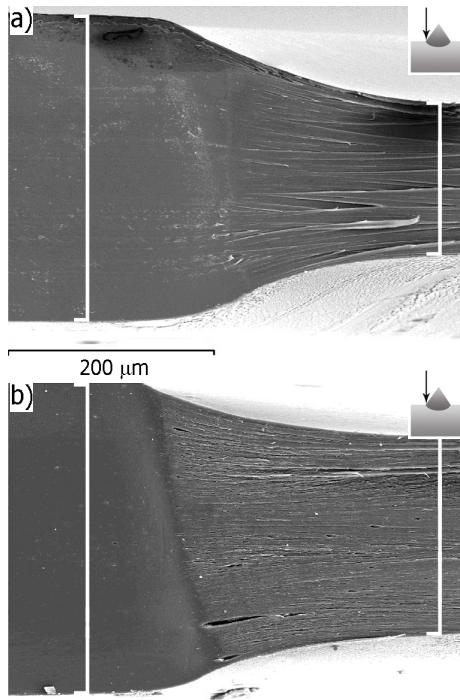


Figura 6. Micrografías MEB de la superficie de fractura en la zona de la entalla. a) E44 0X, b) E44 2.5

A medida que se incrementa el porcentaje de arcilla en el EVOH, se apreció un mayor emblanquecimiento de la zona deformada plásticamente (recuadros figura 7). Este fenómeno se asocia a la formación de cavitaciones en el interior del material, tal como puede apreciarse en la figura 7. Las cavitaciones se deben a la decohesión matriz – arcilla y aumentan con el porcentaje de MMT (figura 7), produciendo un incremento de volumen de la probeta. Esto explica que a igualdad de alargamiento (figura 5), la estricción es menor cuanto mayor es el porcentaje de arcilla.

En la figura 8, se muestran los gráficos correspondientes al trabajo total de fractura frente a la longitud de ligamento (para los films de 100 μm de espesor), que permiten calcular los parámetros de fractura (tabla 2). Se observa que para la mayoría de los materiales, se obtiene una buena regresión lineal de los puntos, con valores de R^2 entre 0.97 y 0.99 (tabla 2). Sin embargo, para el material E44 1 100 (sombreado en la gráfica de la figura 8 y en la tabla 2), los puntos no se ajustan por completo a la recta, obteniendo coeficientes de regresión lineal (R^2) muy bajos que alteran los parámetros de fractura (w_e y βw_p). Esto puede deberse a factores como la calidad superficial del film, la variación del espesor o el entallado de las probetas [13].

La figura 9 muestra la variación del trabajo esencial específico de fractura w_e de los films de 400 y 100 μm de espesor con respecto al número de procesados y el contenido de arcilla. Se observa que el valor de w_e disminuye a mayor número de procesados debido a una posible degradación del material.

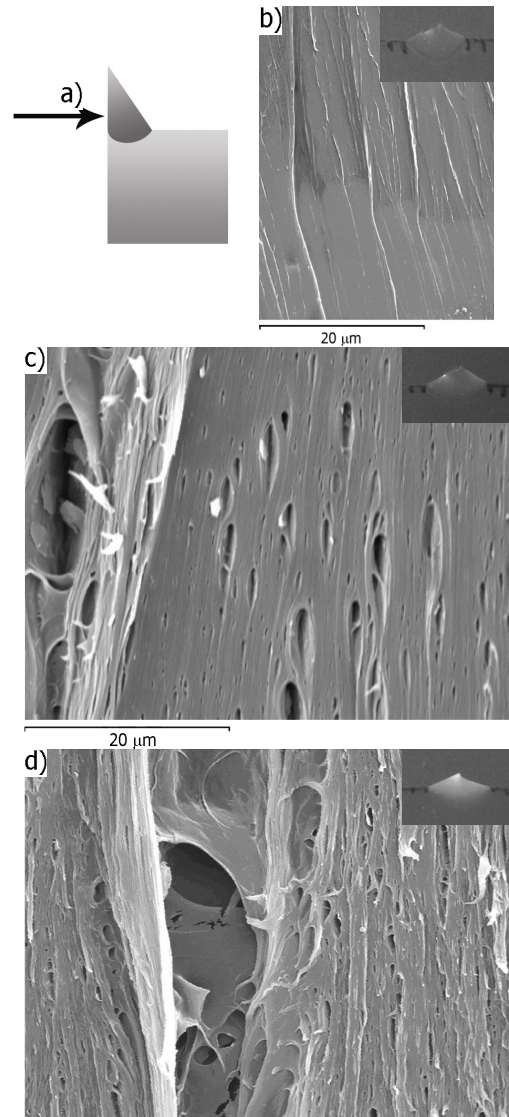


Figura 7. a) Esquema de la zona observada. Micrografías MEB tomadas del interior del material para los films de 400 μm. b) E44 0X, c) E44 1, d) E44 2.5

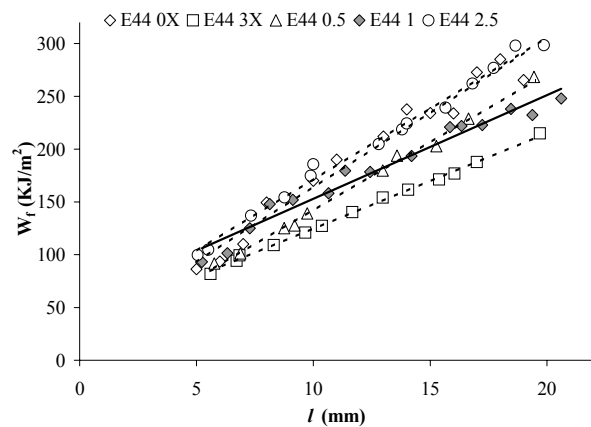


Figura 8. Gráfico del trabajo total de fractura frente a la longitud de ligamento y las regresiones lineales para films de 100 μm de espesor.

Al aumentar el contenido de arcilla, w_e aumenta debido a que la MMT actúa como refuerzo, dificultando la propagación de la grieta y absorbiendo mayor energía durante el proceso de fractura, tal como se deduce de las curvas F-d.

Con respecto al espesor, los films de 100 μm presentaron un estado de tensión plana, por lo que el valor de w_e es mayor que el de los films de 400 μm que se encuentran en un estado de mayor triaxialidad.

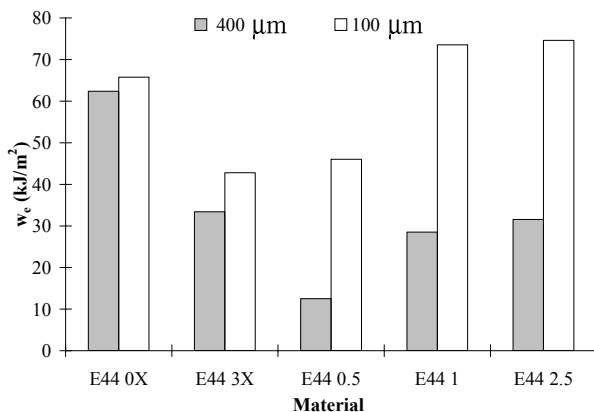


Figura 9. Variación del trabajo esencial específico de fractura (w_e) en los films de 400 y 100 μm con respecto al número de procesados y el contenido de MMT.

En la tabla 2 se resumen los valores de los parámetros de fractura para todos los materiales. Se aprecia que el término plástico (β_{wp}) no presentó cambios significativos con respecto a las variables analizadas.

Tabla 2. Parámetros de fractura obtenidos por EWF.

400 μm de espesor			
Material	w_e (kJ/m^2)	β_{wp} (MJ/m^3)	R^2
E44 0X	62.348	11.454	0.9768
E44 3X	33.414	9.1066	0.9977
E44 0.5	12.476	12.97	0.9953
E44 1	28.514	13.028	0.995
E44 2.5	31.522	13.793	0.9973
100 μm de espesor			
E44 0X	65.759	12.926	0.995
E44 3X	42.778	14.062	0.9857
E44 0.5	46.026	15.072	0.9948
E44 1	73.56	12.746	0.8493
E44 2.5	74.598	14.699	0.9904

4. CONCLUSIONES

La Montmorillonita Cloiste 30B, resultó compatible con la matriz de EVOH 44 debido a los grupos hidroxilo. El valor de la rigidez de las mezclas aumenta y σ_y se mantiene constante. Se concluye que la MMT actúa

como un refuerzo dentro de la matriz de EVOH, aumentando el valor de la tenacidad.

El análisis morfológico se llevará a cabo por microscopía electrónica de transmisión (TEM) y difracción de rayos X (WAXS). Se pretende dilucidar el grado de intercalación y/o exfoliación de la MMT en el EVOH.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia y Tecnología la financiación del proyecto MAT 2003-08480-C03-02. E. Franco-Urquiza agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología de México (CONACyT) la concesión de una beca predoctoral.

REFERENCIAS

- [1] Aucejo S., Marco C., Gavara R., *Water effect on the morphology of EVOH copolymer*, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 74, 1999, p. 1201-1206.
- [2] Doruker P., Kucukpinar E., *Effect of absorbed water on oxygen transport in EVOH matrices. A molecular Study*, Polymer, Vol. 45, 2004, p. 3555-3564.
- [3] Giannelis E.P., Krishnamoorti R., Manias E., *Polymer-Silicate Nanocomposites*, Advances in polymer Science, Vol. 138, 1999, p. 107-147.
- [4] Awaji H., Choi S-M., *Nanocomposites - a new material design concept*, Science and Technology of Advanced Materials, Vol. 6, 2005, p. 2-10.
- [5] Dubois P., Alexandre M., *Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses*, Materials Science and Engineering, Vol. 28, 2000, p. 1-63.
- [6] Kim Y., White James L., *Formation of Polymer Nanocomposites with Various Organoclays*. Journal of Polymer Science, Vol. 96, 2001, p. 1888-1896.
- [7] Norma ISO 3451-1: 1997, *Plastics: Determination of ash. Part 1: General methods*.
- [8] Norma ISO 1133, 1997, *Plásticos: Determinación del índice de fluidez de materiales termoplásticos en masa (IFM) y en volumen (IFV)*.
- [9] Norma ISO 527-1 :1994, *Plastics : Determination of tensile properties. Part 1: General principles*
- [10] Moore D.R., Pavan A., Williams J.G, *Fracture Mechanics testing methods for polymers adhesives and composites*, Publicaciones ESIS, Vol. 27, 2000, p. 213-230.
- [11] Santana O.O., Ponçot M., Gordillo A., Gámez-Pérez J., Maspoch M.Ll., *SSA análisis applied to EVOH copolymers: Effect of thermomechanical history*, Polymer Testing, (review)
- [12] Jeong H.M., Kim B.C., Kim E.H., *Structure and Properties of EVOH/Organoclay*. Journal of Materials Science, Vol. 40, 2005, p. 3783-3787.
- [13] Maspoch M.Ll., Franco-Urquiza E., Boggio M., Boitel H., Velasco J.I., Santana O.O. *Fracture Behaviour of EVOH Nanocomposites*. Polymer Engineering and Science. (review).

TENACIDAD A LA FRACTURA DE NANOCOMPUESTOS DE PMMA CON MONTMORILLONITA: INFLUENCIA DE LA ORIENTACIÓN INDUCIDA EN EL PROCESADO

V. Realinho, M. Antunes, D. Arencón, A. Gordillo, A. B. Martínez, J.I. Velasco.

Centro Catalán del Plástico. Universidad Politécnica de Cataluña.
Colom 114, 08222 Terrassa (Barcelona).
e-mail: jose.ignacio.velasco@upc.edu

RESUMEN

Diversos nanocompuestos de matriz PMMA conteniendo nanopartículas laminares de montmorillonita organofílica (0, 5, 10 y 20% en peso) fueron preparados por el método de mezcla dispersiva en estado fundido mediante extrusora de doble tornillo. Para estudiar el efecto de la orientación inducida por el procesado sobre su tenacidad se moldearon por compresión placas de 9 mm de espesor a partir de láminas de 1 mm previamente conformadas con los gránulos producidos con la extrusora. De las placas se mecanizaron probetas para ensayos de flexión por tres puntos paralelas y perpendiculares a su superficie. Se investigaron las propiedades mecánicas y el comportamiento a la fractura de estos materiales, en relación con su estructura y morfología inducida durante el procesado. Los resultados han mostrado un comportamiento muy distinto según la dirección de aplicación de la carga, fruto de la gran anisotropía de estos materiales.

ABSTRACT

PMMA nanocomposites containing different fractions of organophilic montmorillonite nanoparticles (0, 5, 10 and 20wt.%) were prepared by dispersive melt-mixing in a co-rotating twin-screw extruder. To study the influence of the processing induced orientation on the nanocomposite fracture behaviour, plates of thickness 9 mm were compression-moulded by using several 1 mm sheets, which were previously compression-moulded from the granules produced by extrusion. Prismatic and SENB specimens were machined from the plates in both parallel and perpendicular directions with respect of the plate surface. Flexural properties and fracture behaviour of the nanocomposites were investigated with regard to their structure and morphology, which were analyzed by using WAXD and TEM techniques. Results have shown different fracture behaviour depending on the relative loading direction with respect to the clay platelets orientation, which is due to great anisotropy in these materials.

PALABRAS CLAVE: Nanocompuestos, PMMA, orientación.

1. INTRODUCCIÓN

La incorporación de partículas de arcillas u otros silicatos laminares en polímeros es una práctica utilizada en la actualidad para conseguir mejoras en las propiedades de estos materiales, especialmente en sus propiedades mecánicas [1-8]. Estas partículas laminares, de dimensión nanométrica, poseen elevada rigidez, resistencia y relación de aspecto, por lo que cuando se dispersan convenientemente en una matriz polimérica se pueden conseguir mejoras significativas en sus características mecánicas [9]. La dispersión de laminillas de arcilla en el polímero no suele resultar tarea fácil debido a la baja compatibilidad entre ambos materiales. Por ello, es habitual la utilización de arcillas previamente modificadas a través del intercambio de sus cationes metálicos interlaminares por cationes orgánicos, normalmente sales de alquilamonio [10, 11]. La organofilización de las partículas primarias de la arcilla conlleva un aumento de su distancia interlaminares, con la consiguiente reducción de las fuerzas atractivas

entre láminas [14], las cuales pueden llegar a ser, idealmente, superadas por las fuerzas locales de cizalla generadas durante el mezclado con el polímero fundido. Se llega, por esta vía, a la deslaminación de las partículas de arcilla por exfoliación en el seno del polímero. La modificación química del precursor también reduce la su energía superficial, lo que favorece su compatibilidad con los polímeros. Así, se promueve el que las macromoléculas se puedan introducir en el espaciado interlaminares de la arcilla durante el mezclado en estado fundido, (fenómeno denominado intercalación [11]), y se da lugar a una interfase resistente por las fuerzas de interacción entre el polímero y la superficie modificada de las laminas.

Las exfoliación de estas laminillas de espesor nanométrico en el polímero conlleva un aumento muy importante de la fracción volumétrica de polímero afectada por la influencia de las partículas, en comparación con los homólogos microcompuestos y nanocompuestos intercalados de igual composición

ponderal [12]. En los nanocompuestos exfoliados la interfase tiene, por tanto, una especial importancia, y las nanopartículas actúan modificando las propiedades del material, no sólo por sus propias características mecánicas y morfológicas, sino porque pueden llegar a inducir cambios relevantes en la estructura y orientación del polímero en la interfase [4] debido a su alta fracción efectiva. Las nanocargas pueden, por lo tanto, introducir nuevos mecanismos importantes de disipación de energía en polímeros, que pueden dar lugar a mejoras significativas de tenacidad [9, 13].

Muchos trabajos han sido publicados sobre nanocompuestos de polímeros con nanopartículas de silicatos laminares, que han mostrado mejoras notables en la rigidez y resistencia a la tracción del polímero empleando bajas concentraciones de nanopartículas (5-10% en peso) [15], sin embargo, el comportamiento a la fractura de estos materiales no está todavía bien establecido. El presente trabajo recoge los efectos de la incorporación de diferentes fracciones de una arcilla organofílica en las propiedades mecánicas y en los parámetros de la LEFM del polimetacrilato de metilo (PMMA), poniendo particular énfasis en las diferencias observadas al variar la dirección de aplicación de la carga en el material, esto es, debido a las diferencias locales de microestructura originadas durante el procesado del material. El PMMA se encuentra, a temperatura ambiente, por debajo de su temperatura de transición vítrea (T_g). Presenta un comportamiento elástico y lineal, siendo un termoplástico rígido y frágil dada su estructura amorfa. El mecanismo de deformación plástica en este polímero es el *crazing*, y normalmente las vías para incrementar su tenacidad pasan por inducir en él múltiple *crazing* [16-18].

2. EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Se ha usado un PMMA comercial (*Altuglas V 825 T*), suministrado por *Arkema Group Altuglas*, de MFI = 2.8 g/10min determinado a 230°C y 3.8kg; y una montmorillonita comercial modificada, (*Nanofil SE 3000*) suministrada por *Sud-Chemie*, denominada en ese trabajo por MMT, con un tamaño medio de partícula primaria inferior a 10µm y una densidad de 1,3 g/cm³. La arcilla, de fórmula $[(Al_{3,2}Mg_{0,8})(Si_8)O_{20}(OH)_4]^{C-}$ fue previamente modificada introduciendo el catión diestearildimetilamonio, $[N(CH_3)_2(C18)_2]^+$, en su espaciado interlamina, sustituyendo así los cationes metálicos (sodio, calcio...) existentes en el mineral.

2.2. Preparación de los nanocompuestos

La preparación de los nanocompuestos se llevó a cabo por el método de mezclado en estado fundido, empleando para ello una extrusora corrotatoria de doble tornillo (*Collin ZK-36*) dotada de varios elementos

amasadores y una relación $L/D = 36$, a la cual se adaptó una boquilla circular de 3mm de diámetro. El perfil de temperaturas empleado varió entre los 140°C, en la zona de alimentación, y 200°C a la salida en la boquilla, y se empleó una velocidad de rotación de 110 rpm. Los materiales preparados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Referencia y composición de los materiales.

Material	Composición (% en peso de MMT)
PMMA	-
PMMA/5%MMT	4.7
PMMA/10%MMT	10.7
PMMA/20%MMT	20.0

Usando una prensa de platos calientes (IQAP-LAP, PL15) y el correspondiente molde, se moldearon por compresión placas cuadradas de $1,0 \pm 0,2$ mm de espesor nominal y 150 mm de lado. Posteriormente, a partir del apilamiento de trece de estas láminas se moldearon placas de 9 mm de espesor y, a partir de ellas, se mecanizaron probetas prismáticas para ensayos de flexión en la dirección paralela y perpendicular, con las dimensiones recomendadas en la norma ISO 178 y en el protocolo de norma para materiales plásticos de ESIS [19]. En las probetas SENB para ensayos de la LEFM la grieta inicial se insertó mecanizando, primeramente, en la mitad de su longitud una entalla, y agudizándola posteriormente con el filo de una hoja de afeitar por deslizamiento. En la Figura 1 se presenta el esquema de las placas moldeadas y las probetas de flexión y fractura mecanizadas en la dirección paralela y perpendicular a la superficie de la placa:

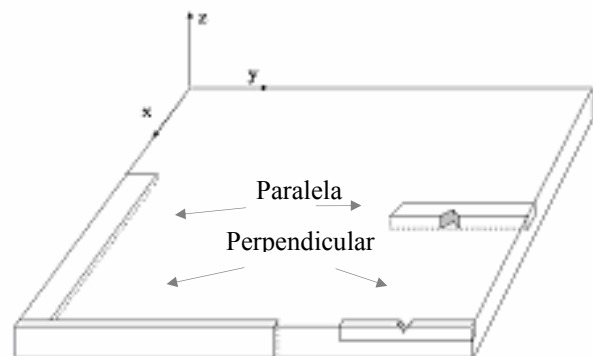


Figura 1. Probetas para ensayos de flexión y fractura mecanizadas en dirección paralela o perpendicular a la superficie del molde.

2.3. Caracterización estructural

Se registraron los espectros de difracción de rayos X a ángulos altos (WAXD) al objeto de analizar la estructura cristalina de los nanocompuestos, en particular para tener información sobre la exfoliación y orientación de las laminillas del precursor híbrido analizando la señal de difracción de su plano basal (001) principalmente. Para ello se usó un equipo Siemens D-500 con radiación K_α de Cu ($\lambda=0,154$ nm).

El espectro fue adquirido en el rango $2\theta = 0.6-60^\circ$ a una velocidad de $0,05^\circ/\text{min}$.

2.4. Ensayos de flexión por tres puntos

Las propiedades mecánicas del PMMA y de los nanocompuestos preparados fueron determinadas en ambas direcciones mediante ensayos de flexión por tres puntos. El método seguido fue el establecido en ISO 178: 1993. Se determinó la resistencia, σ_f y el módulo aparente de elasticidad, E_f .

De los ensayos de fractura sobre probetas SENB se obtuvieron valores de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) y de la tasa crítica de liberación de energía elástica (G_{IC}). Los ensayos se realizaron en una máquina GALDABINI Sun 2500 con una célula de carga de 1 kN, a velocidad constante de 1 mm/min y temperatura ambiente. Se ensayó un mínimo de 5 probetas por cada material y condición.

2.5. Fractografía

Para elucidar los mecanismos de deformación plástica y, eventualmente, los de refuerzo de la tenacidad en los nanocompuestos, las superficies de fractura fueron analizadas con la ayuda del microscopio electrónico de barrido (JEOL JSM-5610) después de ser metalizadas con una capa delgada de oro para hacerlas conductoras.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización de la estructura y morfología.

El análisis de los espectros WAXD permitió determinar la microestructura de los nanocompuestos. En las Figuras 2 y 3 se presentan los espectros registrados en dirección perpendicular y paralela a la superficie de las muestras.

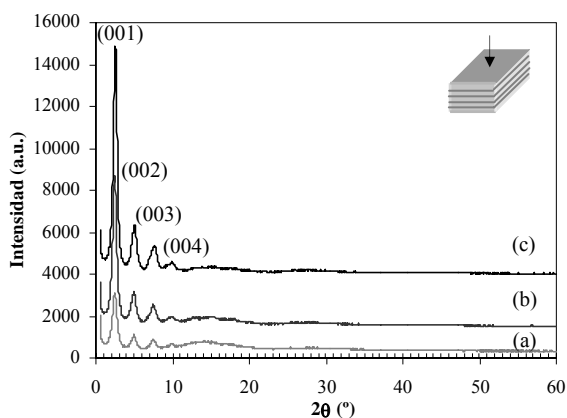


Figura 2. Espectros WAXS registrados en dirección perpendicular a la superficie de la placa de PMMA/5%MMT (a), PMMA/10%MMT (b) y PMMA/20%MMT (c).

La notoria diferencia existente entre los espectros registrados en ambas direcciones permite confirmar que

estos nanocompuestos están lejos de presentar una distribución aleatoria de partículas, presentando una estructura altamente ordenada, tal como se pretendió inducir con la preparación descrita anteriormente.

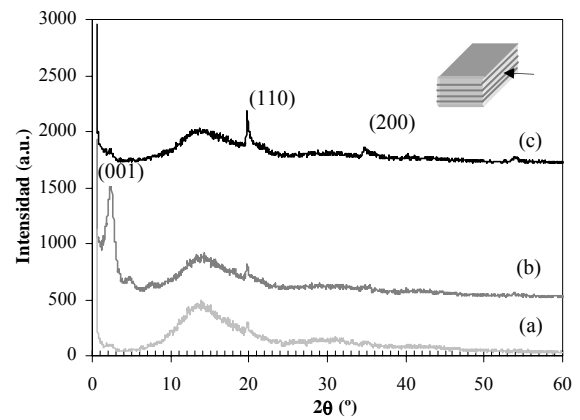


Figura 3. Espectros WAXS registrados en dirección paralela a la superficie de la placa de PMMA/5%MMT (a), PMMA/10%MMT (b) y PMMA/20%MMT (c).

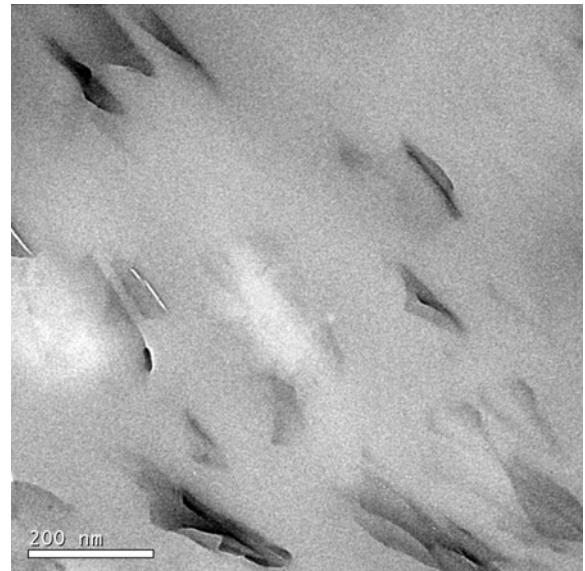


Figura 4. Fotografía obtenida por TEM del PMMA/5%MMT, mostrando la morfología y dimensión típica de las laminillas en el material compuesto.

En este tipo de nanocompuestos el ángulo de difracción al que aparece la señal del plano basal (001) de la arcilla puede variar dependiendo de las especies químicas alojadas en el espaciado interlamilar, y por tanto con la intercalación del polímero, llegando a desaparecer cuando las laminillas están totalmente exfoliadas. En los espectros registrados en dirección perpendicular se observan con gran intensidad los picos de difracción del plano basal de la arcilla. En esta dirección aparecen de manera muy intensa las señales de los planos (002), (003) y (004) a ángulos de difracción mitad, un tercio y un cuarto del (001), evidenciando un apilamiento muy regular de laminillas. La distancia interlamilar calculada a partir de la ley de Bragg es de 3.5 nm.

Por el contrario, en los espectros registrados en la dirección paralela no se observan las señales del plano basal, a excepción de la señal del plano (001) en el nanocompuesto con el 10% que aparece con una intensidad casi 10 veces inferior a la de su espectro en dirección perpendicular. Asimismo, en dirección paralela se observan las señales de los planos (110) y (200) del cristal monoclinico de la arcilla a ángulos $2\theta = 20^\circ$ y 35° respectivamente en los nanocompuestos, con mayor intensidad al aumentar el porcentaje de arcilla en el PMMA. Estas observaciones indican que el cristal de la arcilla se orienta fuertemente durante el moldeo con su plano basal paralelo a la superficie del molde. La muestra con 10% de MMT no tendría esta orientación tan acusada. Las señales de difracción observadas estarían provocadas, bien por la orientación de las partículas primarias de la arcilla organofílica con ausencia de exfoliación (permaneciendo intactas sus características cristalinas), bien por una orientación y consiguiente apilamiento de laminillas exfoliadas durante el moldeo. A la vista de las observaciones efectuadas por microscopía electrónica de transmisión (TEM) esta segunda causa parece la más probable (Figura 4).

3.2. Propiedades a flexión

La Figura 5 muestra comparativamente los valores del módulo aparente y resistencia a la flexión en el punto máximo del polímero puro y de los nanocompuestos en las dos direcciones analizadas.

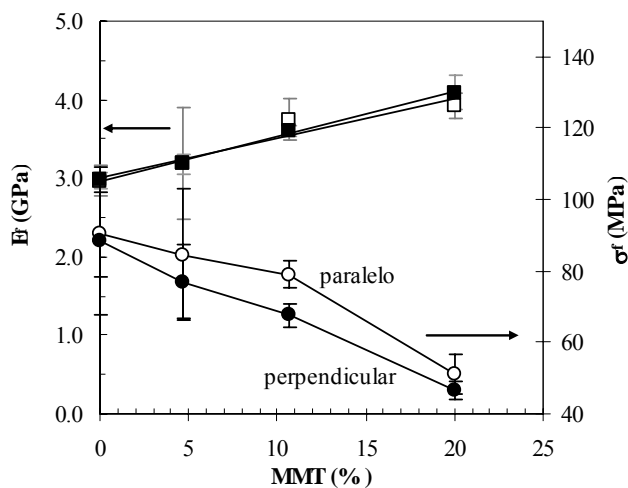


Figura 5. Valores del módulo aparente de elasticidad y resistencia a flexión en las dos direcciones.

Tal y como se observa, el módulo mantiene una tendencia creciente con el contenido de partículas, y no hay diferencias significativas entre el módulo de las dos direcciones. La resistencia a la flexión, por su parte, decrece con la concentración de arcilla, indicando que no existe una interfase suficientemente resistente como para transmitir los esfuerzos de la matriz a las partículas, ya que no se ha hecho nada por producir una buena adhesión entre ambos constituyentes, como podría haber sido un tratamiento superficial de las partículas

con agentes de acoplamiento. La dirección paralela conduce a mayor resistencia, que sería consecuencia del efecto favorable de las laminillas orientadas en paralelo a la superficie.

3.3. Tenacidad a la fractura

En las Figuras 6 y 7 se compilan registros típicos F-d obtenidos en los ensayos de la LEFM realizados sobre las probetas SENB de ambas direcciones.

Las probetas paralelas evidencian comportamiento elástico y lineal, y sufren fractura frágil, esto es, con muy poca deformación plástica acumulada en el frente de propagación. La grieta se propaga principalmente a través de la matriz con su frente de avance en paralelo a la dirección principal de orientación de las laminillas dispersas. De este modo, éstas no contribuyen a reforzar la tenacidad en dicha dirección. Por su parte, como puede verse en las curvas de las probetas perpendiculares, la fractura en estas muestras sucede con varias etapas de arranque y paro en la propagación de la grieta (*pop-in*), alcanzándose valores de la fuerza máxima superiores al del PMMA.

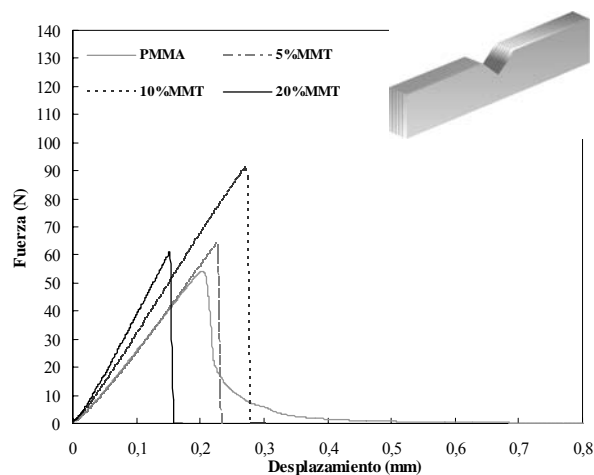


Figura 6. Registros fuerza-desplazamiento en las probetas paralelas.

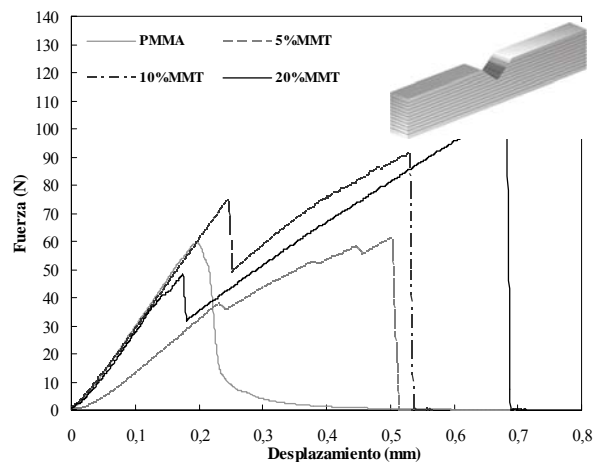


Figura 7. Registros fuerza-desplazamiento en las probetas perpendicular.

En las probetas perpendiculares, el frente de avance de la grieta está perpendicular al plano de orientación principal de las laminillas, es decir, éstas se disponen favorablemente al refuerzo de la tenacidad del polímero en esta dirección. El comportamiento de arranque y paro de la fractura surgiría como consecuencia de un modo mixto I/II en el frente de propagación. La elevada y particular orientación de estos materiales provoca una trayectoria de fractura en zin-zag, más marcada cuanto mayor es el porcentaje de laminillas y su orientación. Otra posible causa del pop-in debería buscarse en la posible inhomogeneidad en la distribución y/o orientación de las laminillas a través del espesor de la placa.

En las Figuras 8 y 9 se representan comparativamente los valores de K_{ic} y G_{ic} determinados a partir de los ensayos experimentales, correspondientes al primer y último máximo de la fuerza, para todos los materiales y ambas direcciones.

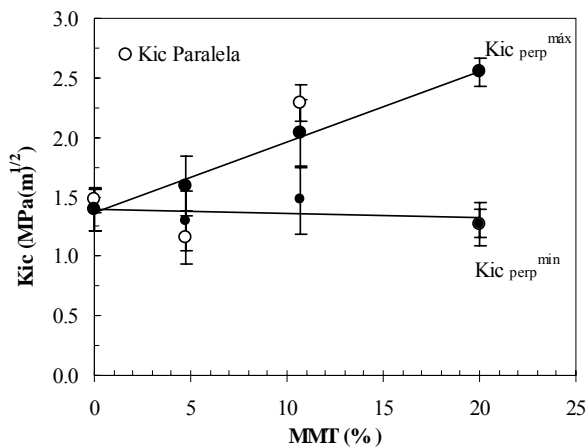


Figura 8. Valores de la tenacidad a fractura.

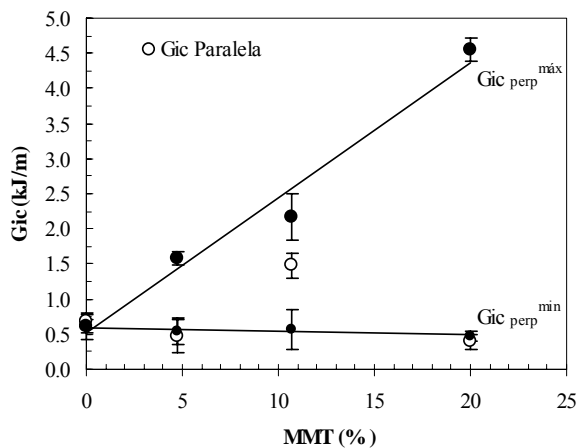


Figura 9. Valores de la energía de fractura.

Como se aprecia en las figuras, se ha podido determinar un máximo y un mínimo de tenacidad y energía de fractura para las probetas perpendiculares. Los parámetros mínimos (K_{ic}^{min} y G_{ic}^{min}) resultan constantes y parecen coincidir razonablemente con los valores característicos del PMMA no reforzado, mientras que

los máximos muestran tendencias crecientes con el porcentaje del nanorefuerzo incorporado.

Por su parte, en las probetas paralelas se aprecian dos tendencias en el valor de los parámetros de fractura. Mientras que para los materiales con el 5 y 20% de partículas los valores de K_{ic} y G_{ic} resultan similares a los del PMMA sin reforzar y por tanto a los mínimos de las probetas perpendiculares, el nanocompuesto preparado con el 10% de montmorillonita presentó unos valores muy superiores, incluso en el límite superior de K_{ic} de las probetas perpendiculares. Una posible explicación a esta aparente anomalía podría basarse en diferencias morfológicas o estructurales con respecto a los demás nanocompuestos. A pesar de haberse procesado de manera similar todos los materiales, las condiciones particulares de presión, tiempo y temperaturas de moldeo aplicadas para la elaboración de las placas no pudieron ser rigurosamente idénticas para todos ellos, debido a su diferente reología. La superior tenacidad evidenciada por las probetas paralelas del material con 10% provendría de la existencia en ellas de una fracción de laminillas orientadas en dirección transversal al frente de la grieta, las cuales se encontrarían así dispuestas por déficit de orientación en el procesado de este material. La aparición del pico de difracción (001) en la probeta paralela de este material apoya la citada hipótesis.

3.3. Fractografía

Las observaciones efectuadas por SEM sobre las superficies de fractura (Figura 10) indican que la orientación de las laminillas en el material juega un papel importante en la resistencia y tenacidad a fractura del material compuesto. La microdeformación plástica que acompaña la fractura de este polímero sucede por múltiple crazing. Las crazes se nuclean y mueren en la superficie de las partículas. Al mismo tiempo, y fruto de la pobre adhesión en la interfase, la matriz se despega de las partículas, ocurriendo un proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades, iniciado en la interfase partícula-matriz.

4. CONCLUSIONES

Se han preparado y caracterizado placas moldeadas por compresión con muy alta orientación de laminillas procedentes de la exfoliación de montmorillonita en PMMA. La investigación se ha realizado sobre probetas mecanizadas en dirección paralela y perpendicular a la superficie de las placas. La rigidez se incrementó y la resistencia a la flexión se redujo proporcionalmente a la fracción de laminillas presentes. El módulo elástico apenas varió con la orientación, pero sí la resistencia y los parámetros de la LEFM, que resultaron ser superiores en los casos en los que la tensión principal fue paralela a la dirección de orientación de las laminillas.

La incorporación de las laminillas de montmorillonita en el polímero genera anisotropía por su elevada

relación de aspecto y facilidad de orientación durante el moldeo. En dirección paralela la tenacidad no varía. En dirección perpendicular las laminillas interfieren con el frente de la grieta, desviándolo y promoviendo la aparición de modo II que contribuye a valores más altos de tenacidad. Las particulares condiciones experimentales aplicadas en el moldeo de las placas, junto con la fracción de laminillas presentes en el material son los factores que determinan la tenacidad a la fractura del nanocompuesto. A mayor fracción de laminillas dispersas y grado de orientación, mayor refuerzo de la tenacidad. La microdeformación plástica que acompaña a la fractura de estos materiales se localiza alrededor de las laminillas, cuyo despegue de la matriz viene favorecido por un bajo nivel de adhesión interfacial.

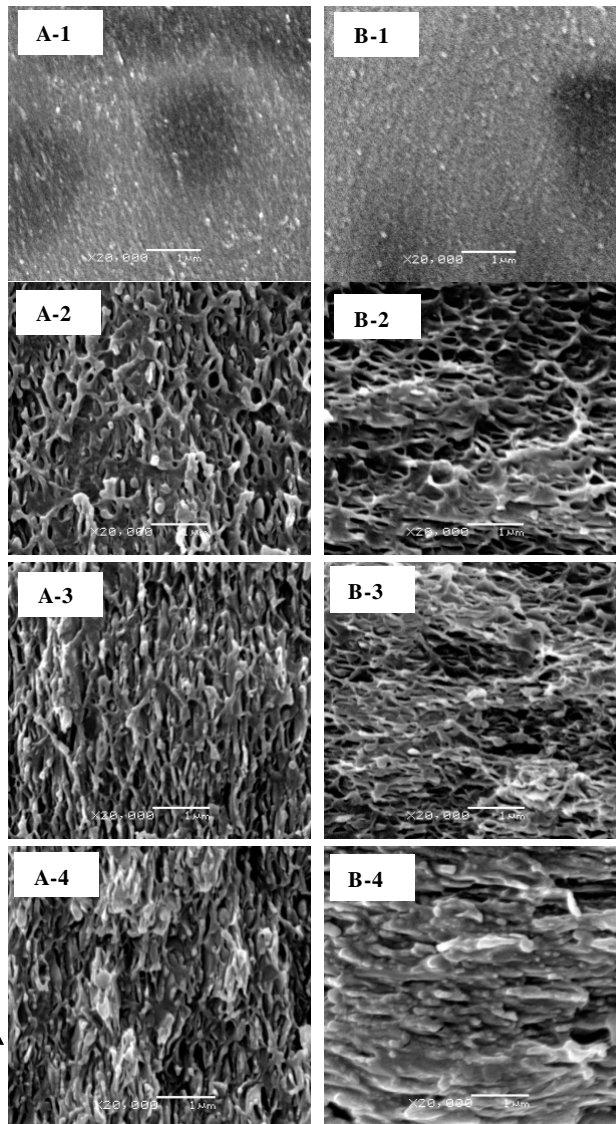


Figura 10. Superficies de fractura por SEM a 20.000 aumentos, en dirección paralela (A) y perpendicular (B). Los números del 1 al 4 indican respectivamente los materiales con 0, 5, 1 y 20% de MMT. La flecha marca la dirección principal de la propagación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia por financiar el proyecto MAT2004 - 01563.

REFERENCIAS

- [1] Gloaguen, J.M. and J.M. Lefebvre, *Polymer*, 2001. 42(13): p. 5841-5847.
- [2] Liu, T.X., et al., 2004. 94(3): p. 1236-1244.
- [3] Luo, J.J. and I.M. Daniel, *Composites Science and Technology*, 2003. 63(11): p. 1607-1616.
- [4] Jordan, J., et al., *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2005. 393(1-2): p. 1-11.
- [5] Zeng, Q.H., Yu, A. B., Lu, G. Q., Paul, D. R., *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2005. 5(10): p. 1574-1592.
- [6] Han, J.T. and K. Cho, *Journal of Materials Science*, 2006. 41(13): p. 4239-4245.
- [7] Zunjarrao, S.C., R. Sriraman, and R.P. Singh, *Journal of Materials Science*, 2006. 41(8): p. 2219-2228.
- [8] Sheng, N., et al., *Polymer*, 2004. 45(2): p. 487-506.
- [9] Tjong, S.C., *Materials Science & Engineering R Reports*, 2006. 53(3-4): p. 73-197.
- [10] Xi, Y.F., et al., *Langmuir*, 2005. 21(19): p. 8675-8680.
- [11] Kadar, F., et al., *Langmuir*, 2006. 22(18): p. 7848-7854.
- [12] Kinloch, A.J. and A.C. Taylor, *Journal of Materials Science*, 2006. 41(11): p. 3271-3297.
- [13] Zerda, A.S. and A.J. Lesser, *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics*, 2001. 39(11): p. 1137-1146.
- [14] Lee, S.Y., et al., *Applied Clay Science*, 2005. 30(3-4): p. 174-180.
- [15] Pinnavaia, T.J., Beall, G. W., *Polymer - Clay Nanocomposites*. Wiley, England, 2000.
- [16] Kramer, E.J.a.B., L. L., *Advances in Polymer Science*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany, 1990. 2.
- [17] Bjerke, T.W. and J. Lambros, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2003. 51(6): p. 1147-1170.
- [18] Ash, B.J., et al., *Polymer Composites*, 2002. 23(6): p. 1014-1025.
- [19] ESIS, A linear elastic fracture mechanics (LEFM) standard for determining K_{Ic} and G_{Ic} for plastics. 1990.

PREPARACION DE NANOCOMPOSITES DE POLIAMIDA

Valea, A.; Miguez, J.C.; Mondragón, I.; González, M.L.

Dpto. Ingeniería Química y del Medio Ambiente de Univ. País Vasco-EHU
Escuela Univ. Ingeniería Técnica Industrial (Plaza La Casilla,3)(48012-BILBAO)
e-mail: iapvapea@lg.ehu.es

RESUMEN

Se han preparado nanocomposites de PA6- arcilla organofilizada por el procedimiento de mezclado directo en fundido utilizando una extrusora de doble husillo convencional y una extrusora monohusillo. Se han medido las propiedades mecánicas y se ha analizado la morfología de los nanocomposites comparándola con composites similares hechos por polimerización "in situ". La organoarcilla parece que se exfolia bien y se dispersa adecuadamente cuando el mezclado se lleva a cabo en la extrusora de doble husillo, aunque el mezclado en la extrusora monohusillo no es capaz de producir el mismo resultado. Las propiedades mecánicas de los nanocomposites así preparados mejoran considerablemente, excepto que se observa una disminución en la ductilidad, con respecto a los materiales composites convencionales obtenidos a partir de refuerzos del tipo fibra de vidrio.

ABSTRACT

PA6 –organoclay nanocomposites were prepared via direct melt compounding using a conventional twin screw extruder. The mechanical properties and morphology of these nanocomposites were determined and compared to similar materials made by an "in situ" polymerization process. The organoclay was well exfoliated into the PA6 matrix when compounded with the twin screw extruder, but the use of a single screw extruder was far less effective. The mechanical properties of the organoclay nanocomposites were increased, with a little decrease in ductility and showed much greater values than conventional glass fiber composites.

PALABRAS CLAVE: nanocomposites; poliamidas; propiedades termomecánicas

1. INTRODUCCION

En los últimos 50 años se han venido incorporando una gran cantidad de materiales inorgánicos, tales como fibra de vidrio, talco, sílice y arcillas minerales para mejorar la rigidez y resistencia de los polímeros dando lugar a los llamados materiales composites. La magnitud de la mejora depende de muchos factores, incluyendo la relación de forma del refuerzo, su grado de dispersión y orientación en la matriz y la adhesión interfacial entre la matriz y el refuerzo o carga.

Generalmente los materiales inorgánicos no tienen una buena interacción con los polímeros orgánicos y por eso para alcanzar una buena dispersión y adhesión son necesarios tratamientos superficiales. Los filosilicatos tipo 1:2, tales como montmorillonita, hectorita y saponita han centrado recientemente la atención (1-3) como materiales de refuerzo para polímeros. Tales arcillas presentan una estructura en capas (de aprox. 1 nm de espesor) que cuando se exfolian adecuadamente pueden conducir a hojas (con aprox. 1 μm de dimensión lateral) que adecuadamente dispersadas en matrices poliméricas dan lugar a materiales composites con muy alta rigidez y resistencia.

Para alcanzar una buena interacción con los polímeros orgánicos, los cationes, típicamente Na⁺ (aunque acompañados frecuentemente por Ca²⁺, Mg²⁺ e incluso trivalentes como Fe³⁺ y Al³⁺) presentes en las superficies

de la MMT para balancear las cargas netas negativas de la capa de silicatos de aluminio y magnesio, deben intercambiarse con moléculas orgánicas con un grupo catiónico p.ej. iones de alquilamonio, para producir una organoarcilla (o arcilla organofilizada).

La incorporación de estas organoarcillas en matrices de polímero se conoce desde hace 50 años. En 1950 Carter et al (4) desarrolló organoarcillas con varios grupos "onio" para reforzar elastómeros basados en látex. En 1963 la incorporación de organoarcillas en matrices poliolefinicas fue comunicado por Nahim y Backlund de Union Oil Co (5). Ellos comunicaron composites de organoarcillas con gran resistencia a los disolventes y alta resistencia en tracción por reticulación inducida por irradiación. Sin embargo, ninguno focalizó el estudio hacia las características de la intercalación de la organoarcilla y menos aún sobre la influencia de esta intercalación sobre las potenciales propiedades del composite.

En 1976 Fujiwara y Sakamoto (6) de Unichika Co. Describen el primer híbrido poliamida-organoarcilla con dimensiones de nanocomposite. Una década después, un equipo de investigación de Toyota descubre métodos mejorados para producir nanocomposites de nylon 6-arcilla utilizando polimerización "in situ", similar al proceso de Unichika (7-10). Posteriormente se han comunicado otros tipos de nanocomposites híbridos arcilla-polímero basados en diferentes tipos de resinas.

De acuerdo con Vaia et al (11,12) los nanocomposites pueden obtenerse por intercalación directa del polímero fundido, con lo cual las cadenas poliméricas difunden al interior del espacio entre las capas de arcilla o galerías. Sugieren que esta aproximación puede combinarse con técnicas convencionales de procesamiento de polímero tales como extrusión, para disminuir el tiempo para formar estos híbridos por rotura de los aglomerados de arcilla y para mejorar la uniformidad.

La incorporación de organoarcillas en matrices termoplásticas por mezclado convencional en polímero fundido es una técnica prometedora y puede ser significativamente más económica y sencilla que la polimerización "in situ". Mediante esta técnica se pueden utilizar aparatos convencionales de mezclado, como extrusoras u otras mezcladoras, de acuerdo con las necesidades.

Sin embargo, hay pocos estudios de formación de nanocomposites por mezclado directo en fundido (13) por lo que el conocimiento de cuándo puede o no debe utilizarse es incompleto. En este proceso las características reológicas y termodinámicas de los materiales es muy importante y afecta el grado de exfoliación y las propiedades del composite final (14). En el caso de organoarcillas intercaladas la magnitud de exfoliación parece fuertemente afectada por las condiciones de mezclado. Generalmente el grado de dispersión viene condicionado por la viscosidad de la matriz, velocidad media de cizalla y tiempo medio de residencia, en el proceso de mezclado.

Recientemente se ha descrito la preparación de nanocomposites de nylon-6 por mezclado en fundido y se ha investigado el grado de exfoliación y propiedades mecánicas tratando de correlacionarlas con el tipo de organoarcilla, extrusora y configuración del husillo (15) encontrándose que las propiedades mecánicas del nanocomposite de nylon-6 están afectadas por el grado de exfoliación, que es dependiente de las condiciones de procesamiento y del tratamiento químico de la arcilla.

En este trabajo, primero sobre este sistema que presentamos, estudiaremos algunos resultados individuales, pendiente de correlacionar los resultados con algunos aspectos microestructurales derivados de difracción de rayos X. Se avanzarán fundamentalmente características generales y se describirá la optimización de los parámetros de procesamiento, tales como temperaturas de procesamiento, tiempos de residencia y esfuerzo de cizallado en dos equipos diferentes de extrusión.

2. EXPERIMENTAL

La poliamida 6 utilizada en este trabajo es un material comercialmente disponible que corresponde a un Technyl C-216 natural de GEP, con un $M_n = 29500$ D. Las arcillas fueron suministradas por Southern Clay

Products. La montmorillonita (MMT) de sodio se recibió como un micronizado fino, con tamaño de partícula medio de unas $7\mu\text{m}$, y con una capacidad de intercambio catiónico (CEC) nominal de 95 meq/100 g arcilla.

El proceso de organofilización se realizó mediante intercambio catiónico de la MMT-Na con cloruro de bis(hidroxiethyl) metil octadecilamonio, mediante procedimiento habitual a reflujo. Este proceso de organofilización se utilizó para los estudios iniciales. Después se han seguido con otros tratamientos de organofilización. Se ha preparado también un material reforzado con fibra de vidrio conteniendo una cantidad comparable de refuerzo a partir de un composite comercial de nylon 6/FV = 70/30 (propio del sector de automovil) con fines de comparación de propiedades. Antes de cada etapa de proceso todas las poliamidas se secaron en horno de vacío durante no menos de 16h/80°C para evitar la degradación provocada por la humedad.

Los composites se prepararon por mezclado en fundido utilizando dos extrusoras diferentes. La primera serie de nanocomposites se prepararon utilizando una extrusora de doble husillo co-rotatorio Haake de 30 mm de diámetro, con un espaciado entre husillos de 26 mm y 305 mm de longitud de husillo. La configuración tiene dos discos mezcladores localizados a 35 mm y a 147 mm de la tolva. La temperatura del cilindro fue 240°C en la mayoría de los casos, con velocidad de husillo 180 rpm. El valor medio del tiempo de residencia para la poliamida 6 en estas condiciones es de 5,3 min.

Con fines comparativos, se ha utilizado también una extrusora de husillo simple Standard Davies. Esta máquina se la habilitó un husillo de 25,4 mm de diámetro con dos cabezales de mezclado intensivo (L/D = 1). El mezclado se ha llevado a cabo a 240°C utilizando una velocidad de husillo 40 rpm. El valor medio del tiempo de residencia en esta extrusora para la poliamida 6 en estas condiciones ha sido de 2,35 min.

A la salida de la extrusora se enfría el cordón en baño de agua y se recoge en una pelletizadora Mallincrodt y la granza se la permitió que secase manteniendo el contenido en humedad de equilibrio con la atmósfera. La granza fue inyectada en una huella de doble haltera para obtener probetas normativas de tracción; en una huella Izod y Charpy estandar de 0,318 cm de espesor (ASTM D256) utilizando una prensa de inyección Arberg Allrounder. La temperatura del cilindro se puso en 260°C y la temperatura del molde en 80°C. La presión de inyección fue de 70 bar y la presión de mantenimiento 35 bar.

Las propiedades térmicas estudiadas fueron DSC y TGA, utilizando sendos equipos Mettler. El barrido de

DSC se realizó a 20°C/min en atmósfera de N₂. La muestra primero se calienta a 240°C y se mantiene durante 5 min, para eliminar la historia térmica. Seguidamente se enfría a -50°C a velocidad de 20 °C/min. La T_g se determinó como el punto de inflexión en la región de la transición vítrea sobre el termograma DSC.

La morfología de los nanocomposites de poliamida 6 se comprobó por microscopía electrónica de barrido con un SEM Jeol 5501 y de transmisión con un TEM Phillips EM 301. En este último caso se cortaron secciones ultrafinas (5 nm) a partir de las barretas de impacto, perpendicularmente a la dirección del flujo, bajo condiciones criogénicas, utilizando un microtomo Reichert- Jung Ultracut E.

Todos los especímenes se mantuvieron en desecador sellado bajo vacío durante 24 hr antes de llevar a cabo las medidas de propiedades. Los valores representados han sido las medias previstas por la norma, y en ningún caso menos de 5 medidas.

El ensayo en tracción se realizó con una máquina universal de ensayos Ibertest a velocidad de 1mm/min. El ensayo de impacto se llevó a cabo en un péndulo J.Bot i Riera (7,5 J) o en un péndulo Hoytom (300 J) siguiendo el procedimiento normativo.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1.- Exfoliación de las láminas de MMT

A partir de las micrografías SEM de las partículas de la organoarcilla y de las micrografías TEM de los nanocomposites preparados en los dos tipos de extrusionadoras, se pueden extraer algunas conclusiones. La forma de la partícula del polvo de organoarcilla muestra una estructura parecida a placas, con un diámetro medio de partícula en torno a las 6-7 µm.

Para los composites preparados por extrusión simple, no se alcanza una exfoliación total, probablemente debido a una insuficiente cizalla y a un tiempo de residencia demasiado corto. En este estudio preliminar se observan partículas sin dispersar de organoarcilla y muchas capas de silicato con estructuras tactoides en la vecindad de las partículas de arcilla. Sin embargo, algunas partes de la organoarcilla están localmente bien exfoliadas. Consecuentemente, el producto final es una mezcla de composites con arcilla exfoliada y convencionales. Habrá que estudiar con detenimiento los patrones de X-RD del composite para establecer a partir de las figuras de difracción los espaciados correspondientes a la separación de capas de organoarcilla en la matriz.

Las micrografías TEM del composite de poliamida 6/arcilla preparada en la extrusora de doble husillo

revela que la organoarcilla parece estar bien distribuída (uniformemente) en la matriz de la poliamida 6. Además revela que la organoarcilla está bien exfoliada en la matriz de poliamida 6 y las capas individuales se encuentran bastante alineadas con el eje de flujo. El espesor promedio de las placas de arcilla parecen ser de aprox. 3 nm, mientras que su longitud supera los 100 nm. El espesor deducido de estas micrografías es mayor que el de una sola capa sencilla de la arcilla que debe ser de 1nm aprox.

Hay varias razones para justificar esta discrepancia. Una posibilidad es que las plaquitas de arcilla no estén totalmente exfoliadas. Otra posibilidad es que las plaquitas aparezcan en la imagen mayores que lo que realmente son, debido a una inadecuada focalización del TEM. Una tercera posibilidad es que la dirección del microtomo no sea perfectamente perpendicular a la superficie de las plaquitas y por tanto éstas aparezcan ligeramente inclinadas, y por tanto mas anchas de lo que son realmente. Es necesario profundizar en este asunto para esclarecer estas posibilidades.

3.2.- Propiedades térmicas

Las propiedades térmicas de la poliamida 6 y de varios composites fueron determinadas por calorimetría diferencial de barrido (DSC) y por análisis termogravimétrico (TGA).

Las medidas DSC indican que la presencia de la carga de organomontmorillonita no parece afectar la T_g de la matriz de poliamida 6, que aparece a 53,0°C. La temperatura de fusión (T_m) aparece en el DSC para el composite a ligeramente menor temperatura que para el homopolímero de poliamida 6 puro. Esto puede relacionarse con una pequeña reducción en las cristalitas en presencia de la organoarcilla.

Todas las cargas producen un aumento en la temperatura de cristalización (T_c) respecto a la poliamida 6. Para varios grados, las cargas pueden actuar como agentes de nucleación, provocando una mayor velocidad de cristalización que en el caso de la poliamida 6 pura.

De acuerdo con los resultados del TGA, los nanocomposites tienen menor estabilidad que la poliamida 6 pura. Esto, que ya se ha comunicado en la literatura, puede atribuirse a la degradación del alquilamonio del tratamiento dado a la MMT para organofilizarla.

Gilman et al, observó que las propiedades retardantes de llama para los nanocomposites de nylon 6 se mejoraban. En este caso, las capas individuales de arcilla actúan como un aislante y una barrera de transporte frente al oxígeno o para los productos volátiles de la degradación del nylon 6. Por otro lado, Gilman et al no encuentran diferencias en cuanto a la estabilidad térmica en estos materiales.

3.3.-Propiedades mecánicas

Del estudio de las propiedades mecánicas de estos materiales en función de la cantidad de organoarcilla incorporada (realmente determinada por el método convencional en mufla a partir de la muestra finalmente preparada) puede deducirse que para cualquier tipo de organoarcilla incorporada, la resistencia y el módulo aumentan sustancialmente con respecto a la poliamida 6 que constituye la matriz, sin una variación significativa en cuanto a rigidez o resistencia a impacto, medido por ensayos Charpy o Izod estandar.

Los nanocomposites muestran propiedades mecánicas superiores, especialmente en cuanto a módulo, cuando se comparan con los composites convencionales de poliamida 6 reforzada con fibra de vidrio o con la arcilla MMT sin tratamiento. El alargamiento a rotura para los nanocomposites es aproximadamente igual que el de la poliamida 6 pura, mientras que para los composites convencionales, como es conocido, disminuye de una manera muy importante. El alargamiento a rotura para los nanocomposites está fuertemente influenciado por la velocidad con que se ejecuta el ensayo, como en el caso de la poliamida 6 pura. Por otro lado, la velocidad de alargamiento tiene un pequeño efecto sobre el alargamiento total a rotura de los composites con fibra de vidrio.

Debería notarse que el composite de poliamida 6 con MMT-Na sin tratar (sin organofilizar) muestra una resistencia y módulo ligeramente mayor que la poliamida 6. Esto es bastante diferente a los resultados de otros investigadores que concluyen que los compuestos con arcillas sin tratar de poliamida 6 son inferiores a la poliamida 6 pura en términos de algunas propiedades mecánicas.

Hay una interesante sinergia sobre la resistencia en tracción y módulo elástico cuando se emplea nanocomposite exfoliado como matriz para un composite convencional reforzado con fibra de vidrio.

En cuanto a la resistencia a impacto a temperatura ambiente, puede estimarse que son similares a los de la matriz de poliamida 6 pura, por lo que no se sacrifica esta propiedad al aumentar la resistencia y el módulo, como frecuentemente sucede en los composites convencionales.

3.4.- Efecto del contenido en organoarcilla

Se han medido las propiedades de impacto y en tracción para evaluar el efecto reforzante de la organoarcilla. Las características mas interesantes son que la resistencia y la rigidez mejoran notablemente a medida que aumenta la cantidad de organoarcilla. Por otro lado, la resistencia a impacto y el alargamiento total a rotura se mantienen en valores de la matriz poliamida 6 pura, hasta al menos aproximadamente 5% wt. y luego parecen disminuir,

aunque el establecimiento de estos límites precisan de trabajo posterior para una mejor definición.

3.5.- Efecto del procesado

El efecto del tipo de mezclador y los parámetros de procesado sobre las propiedades mecánicas de los nanocomposites son factores de extraordinaria importancia. No obstante hay que reconocer la dificultad de saber cuáles son las variables a estudiar y los efectos de sinergia o antagonismo que con seguridad se presentan.

En el caso de nanocomposites formados en una extrusora de husillo simple creemos que no se obtiene una exfoliación extensiva de las plaquitas de arcilla. Incluso después de un segundo paso a través de la extrusora los tactoides sin dispersar se pueden ver con una lupa.

Por otro lado, el módulo y la resistencia en tracción de la organoarcilla producido en una segunda pasada mejora ligeramente, mientras que el alargamiento total a rotura y la resistencia a impacto del composite no mejoran por esta segunda pasada por la extrusora.

Aunque requiere un estudio mas profundo, parece que las propiedades finales del nanocomposite son casi independientes de la temperatura del cilindro de la extrusora, en el rango típico de condiciones de procesado para una poliamida 6 (aprox. 230- 280°C). Las propiedades mecánicas mejoran ligeramente aumentando la velocidad de rotación del husillo o bien haciendo una segunda pasada a través de la extrusora. Por tanto, deben optimizarse las condiciones de procesado para lograr una mayor exfoliación de las plaquitas de arcilla.

Parece claro que es necesario un tiempo de residencia suficientemente largo y una adecuada historia de cizalla para mejorar la delaminación de la arcilla. De acuerdo con Lan y Pinnavaia las arcillas exfoliadas en los nanocomposites presentan mejores características mecánicas que sus análogas arcillas intercaladas.

Para finalizar, quisiéramos hacer una reflexión sobre las características de los nanocomposites que se encuentran reflejados en la bibliografía, que en ocasiones conducen a resultados y conclusiones aparentemente opuestos. Es difícil hacer comparaciones de valores absolutos de materiales hechos en diferentes laboratorios. Puede ocurrir que los tipos de refuerzos (arcillas) no sean exactamente iguales en origen; puede ocurrir que el tratamiento de organofilización no sea igual e incluso que la forma de proceder sea diferente, aún siendo exactamente iguales los precursores. En cualquier caso conducirá a resultados diferentes y en ocasiones antagónicos. Esto sucede en cualquier rama de la ciencia en sus inicios.

4. CONCLUSIONES

Se han preparado nanocomposites de poliamida 6 por mezclado en fundido utilizando una extrusora de doble husillo co-rotatorio y comparados los composites con otros procesados en extrusora monohusillo. También se comparan con otros composites que contienen como refuerzo fibra de vidrio y también arcilla sin tratar. La microscopía TEM y SEM indican que las organoarcillas estaban bien dispersadas en la matriz de poliamida 6 y las propiedades mecánicas de estos materiales están conformes con los nanocomposites formados por polimerización "in situ".

El procesado en fundido utilizando extrusora de husillo simple no logra dar niveles semejantes de dispersión o exfoliación.

Un elevado grado de exfoliación por procesado en fundido parece exigir un tiempo de residencia adecuado en la extrusora y una historia de cizalla apropiada.

Mientras que los nanocomposites bien exfoliados muestran mejora continua en resistencia y módulo con respecto a los valores de estas propiedades que presenta la matriz de poliamida 6 a medida que aumenta la cantidad de organoarcilla incorporada, también parece que hay una pérdida de ductilidad mas allá de cierta cantidad de carga mineral (aspecto que deberá seguir estudiándose).

El tipo de organofilización y la velocidad de ensayo parece tener un efecto significativo sobre la ductilidad. Ambos aspectos serán estudiados en el futuro. La adición de organoarcilla a la poliamida 6 podría tener influencia sobre la temperatura de transición dúctil-frágil. Este aspecto también deberá ser estudiado ya que es uno de las características débiles de las poliamidas y por tanto uno de los vectores claros a mejorar.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad del País Vasco-E.H.U. y al Gobierno Vasco el apoyo económico para la realización de este trabajo.

BIBLIOGRAFIA

[1] Pinnavaia TJ.; Science 1983; 220:365

[2] Mehrotra, V.; Giannelis, EP.; Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 1990; 171:39

[3] Giannelis, EP.; J. Minerals, Metals Mater Soc. 1992; 44:28

[4] Carter, LW.; Hendricks, JG.; Bolley, DS.; United States Patent No 2531396 (1950) Assigned to National Lead Co.

[5] Nahin, PG.; Backlund, PS.; United States Patent No. 3084117 (1963) (assigned to Union Oil Co.)

[6] Fijiwara, S.; Sakamoto, T.; Japanese Kokai Patent Application No. 109998 (1976) assigned to Unichika K.K. Japan).

[7] Fukushima, Y.; Inagaki, S.; J. Inclusion Phenomena 1987; 5:473.

[8] Okada, A.; Fukushima, Y.; Kawasumi, M.; Inagaki, S.; Usuki, A.; Sugiyama, S.; Kurauch, T.; Kamigaito, O.; United States Patent No. 4739007 (1988) (assigned to Toyota Motor Co. Japan)

[9] Kawasumi, M.; Kohzaki, M.; Kojima, Y.; Okada, A.; Kamigaito, O.; United States Patent No. 4810734 (1989) (assigned to Toyota Motor Co. Japan)

[10] Usuki, A.; Kojima, Y.; Kawasumi, M.; Okada, A.; Fukushima, Y.; Kurauch, T.; Kamigaito, O.; J. Mater. Res. 1993; 8: 1179

[11] Usuki, A.; Mizutani, T.; Fukushima, Y.; Fujimoto, M.; Fukumori, K.; Kojima, Y.; Sato, N.; Kurauch, T.; Kamigaito, O.; United States Patent No. 4889885 (1989) (assigned to Toyota Motor Co., Japan)

[12] Okada, A.; Fukumori, K.; Usuki, A.; Fujima, Y.; Sato, N.; Kurauch, T.; Kamigaito, O.; ACS Polym. Preprints 1991; 32:540

[13] Okada, A.; Usuki, A.; Mater. Sci. Eng. C 1995; 3 :109

[14] Yano, K.; Usuki, A.; Okada, A.; Kurauch, T.; United States Patent No 5164460 (1992) (assigned to Toyota Motor Co., Japan)

[15] Yano, K.; Usuki, A.; Okada, A.; J. Polym. Sci. Part A; Polym. Chem. 1997; 35 :2289.

