Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

XXVI ENCUENTRO DEL
GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA

Volúmenes I y II

Santander

25, 26 y 27 de marzo de 2009

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

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

Depósito Legal: D.L. SA-37-2009
I.S.S.N: 0213-3725

Impreso en España. *Printed in Spain*.
Imprime: GRÁFICAS CALIMA, S.A.
✉ Av. de Candina, s/n
39011 Santander – Cantabria
☎ (+34) 942320807
Fax (+34) 942320405

EDITORIAL

Este número de los Anales de Mecánica de la Fractura recoge las 105 comunicaciones presentadas en el XXVI Encuentro del Grupo Español de Fractura, celebrado en Santander los días 25, 26 y 27 de marzo de 2009, organizado por la Sociedad Española de Integridad Estructural-Grupo Español de Fractura y el Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales de la Universidad de Cantabria.

En este vigésimo sexto Encuentro hemos contado con la participación de tres relevantes conferenciantes invitados, el Profesor Dr. Bilal Dogan, *Senior Manager in the Major Component Reliability section of Generation division* del *Electric Power Research Institute*, EPRI (Estados Unidos), el Profesor Dr. Robert A Ainsworth, *Research Coodinator Desing Authority* de *British Energy Generation* (Reino Unido) y el Profesor Dr. Andrés Valiente, del Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad Politécnica de Madrid. Al igual que en años anteriores, y gracias a la colaboración de los editores de las diferentes publicaciones, los artículos más relevantes presentados al Encuentro serán publicados en las revistas *Engineering Failure Analysis*, *Strain*, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* y *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*. Una vez más, agradecemos a los responsables de estas revistas su apoyo a nuestras actividades.

Los organizadores también deseamos agradecer el apoyo y esfuerzo realizado por las siguientes entidades que han colaborado en la organización y financiación del Encuentro: Vicerrectorado de Investigación y Transferencia del Conocimiento de la Universidad de Cantabria, Ministerio de Ciencia y Tecnología, Gobierno Regional de Cantabria y Ayuntamiento de Santander. Tampoco deseamos olvidar el gran esfuerzo realizado por parte de las empresas afines a este encuentro, que con su patrocinio han contribuido a hacer posible la organización del mismo: INSTRON, ZWICK ROELL, IZASA y MTS-Sistemas de Ensayos de Materiales (SEMSA)-RUMUL.

También deseamos expresar nuestro agradecimiento a los miembros del Comité Científico y a nuestros compañeros del Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales de la Universidad de Cantabria y de la Fundación Leonardo Torres Quevedo, que han participado activamente en la organización. Por último, no podemos olvidar mencionar a todos los autores de los trabajos presentados, que con su esfuerzo han hecho posible la publicación de este vigésimo sexto número de los Anales de Mecánica de la Fractura.

Santander, marzo de 2009

José Alberto Álvarez Laso
Sergio Cicero González
Diego Ferreño Blanco
Federico Gutiérrez-Solana Salcedo
Roberto Lacalle Calderón
Gustavo V. Guinea Tortuero
Antonio Martín Meizoso

ÍNDICE

VOLUMEN I

CONFERENCIAS INVITADAS

CREEP CRACK GROWTH ASSESSMENT METHODS
R.A. Ainsworth, Y. Lei 3

PREVENCIÓN DE LA ROTURA POR FATIGA Y LA ROTURA FRÁGIL EN LOS CÓDIGOS ESPAÑOLES DE ESTRUCTURAS METÁLICAS
A. Valiente 10

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES

EVOLUCIÓN CON LA EDAD DE LA RESISTENCIA DE LA AORTA TORÁCICA DESCENDENTE HUMANA
L. Yiqun, J.M. Atienza, F.J. Rojo, C.García, E. Claes, C.García-Montero, R.L. Burgos, G.V. Guinea 21

ESTUDIO DE TENACIDAD DE FRACTURA DE NUEVAS FORMULACIONES DE CEMENTOS ÓSEOS ACRÍLICOS
G. Frutos, J.Y. Pastor, N. Martínez, M.R. Virto, S. Torrado 27

RESISTENCIA A TRACCIÓN DE MEMBRANAS DE PERICARDIO PARA VÁLVULAS CARDIACAS BIOLÓGICAS
F.J. Rojo, J.M. Atienza, E. Jorge-Herrero, J.M. García-Páez, G.V. Guinea 33

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

LA FRACTURA DEL VIDRIO
F. Capel 39

NANOINDENTACIÓN DE COMPUESTOS DE ALÚMINA-10 VOL. % TITANATO DE ALUMINIO
C.A. Botero, E. Jiménez-Piqué, N. Salán, C. Baudín, L. Llanes 45

COMPARACIÓN DEL VALOR DE LA ENERGÍA DE FRACTURA REAL DEL HORMIGÓN OBTENIDO POR DISTINTOS PROCEDIMIENTOS
H. Cifuentes, F. Medina 51

DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES DE INTERÉS ESTRUCTURAL DE MATERIALES DE TITANATO DE CIRCONIO
E. López-López, C.A. Botero, E. Jiménez-Piqué, L. Llanes, R. Moreno, C. Baudín 57

EFECTO DE LA VELOCIDAD DE SOLICITACIÓN EN LA ENERGÍA DE FRACTURA DEL HORMIGÓN DE ALTA RESISTENCIA
G. Ruiz, X.X. Zhang, J.R. del Viso, R. Porras, E. Poveda 63

MODELADO DE LA FRACTURA EN MODO MIXTO EN HORMIGÓN ARMADO
R.C. Yu, L. Saucedo, G. Ruiz 69

INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE PROCESADO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y MAGNÉTICAS DE FERRITAS Ni-Zn FABRICADAS MEDIANTE MOLDEO POR INYECCIÓN DE POLVOS
A. Martín, J. Gutiérrez, E. Rodríguez-Senín, B. Levenfeld, J.Y. Pastor, A. Várez, M.A. Paris 75

MECANISMOS DE DESGASTE EN POLICRISTALES DE CIRCONA DOPADA CON 3% MOLAR DE ITRIA
A. Mestra, P. Hvizdos, J. Valle, M. Anglada 81

INFLUENCE OF HYDROTHERMAL DEGRADATION ON WEAR BEHAVIOUR OF ZIRCONIA TETRAGONAL POLYCRISTALS DOPED WITH 3% MOLAR OF YTTRIA
R. Chintapalli, J. Valle, A. Mestra, M. Anglada 86

A NUMERICAL STUDY OF CONFINED AND FREESTANDING MASONRY FAÇADES UNDER WIND LOAD
A.M. Fathy, J. Planas, J.M. Sancho 92

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ TITANIO Y REFORZADO CON PARTÍCULAS DE TiB
E. Silveira, M. García de Cortázar, A.M. Irisarri 101

TENACIDAD DE FRACTURA DE ACEROS 9CR CADIDATOS PARA REACTORES DE FUSIÓN Y DE FISIÓN DE IV GENERACIÓN
M. Serrano, P. Fernández, J. Lapeña 106

AN ANALYSIS OF VOID GROWTH USING DISCRETE DISLOCATION DYNAMICS
J. Llorca, J. Segurado 112

INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN Y MICROESTRUCTURA SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIONES DE WOLFRAMIO
M.V. Aguirre, A. Martín, J.Y. Pastor, J. Llorca, M.A. Monge, R. Pareja 118

PROPIEDADES MECÁNICAS, MICROESTRUCTURAS Y FRACTURAS DE BANDAS Y HOJAS FINAS DE ALUMINIO 1050 A, PROCEDENTES DE ESBOZOS DE COLADA CONTINUA Y DE LAMINACIÓN EN CALIENTE
J. Pérez-Ilzarbe, J. Fernández Carrasquilla, C. Berlanga, A. Albístur 124

EFECTO DE LA EXTRUSIÓN ANGULAR EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL Ti REFORZADO CON PARTÍCULAS DE ITRIA
G. Salmi, A. Muñoz, M.M. Monge, T. Leguey, R. Pareja 130

COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE ACEROS PARA TRABAJO EN FRÍO: INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA
A. Góez, I. Picas, Y. Torres, D. Casellas, L. Llanes 136

RELACIÓN MICROESTRUCTURA-PROPIEDADES MECÁNICAS EN ACERO PERLÍTICO PROGRESIVAMENTE TREFILADO
B. González, J.C. Matos, J. Toribio 142

DEFECTOS MICROESTRUCTURALES QUE GOBIERNAN LA FRACTURA ANISÓTROPA EN ACEROS FUERTEMENTE TREFILADOS
R. Rodríguez, J. Toribio, F.J. Ayaso 148

LOCALIZACIÓN DE LA DEFORMACIÓN DURANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN: RESULTADOS EXPERIMENTALES Y NUMÉRICOS
D.A. Cendón, J.M. Atienza, M. Elices 154

INFLUENCIA DE LA FASE SIGMA EN LA RESISTENCIA AL DESGASTE DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX
G. Fargas, A. Mestra, M. Anglada, A. Mateo 160

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE ACEROS DE DOBLE FASE MEDIANTE EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO
E. Cárdenas, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón 166

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS

INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS ESTRUCTURALES EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE COPOLÍMEROS EN BLOQUE ETILENO-PROPILENO
A. Salazar, J. Rodríguez, O.O. Santana, A. Martínez 175

FRACTURA Y MORFOLOGÍA DE COMPUESTOS DE POLIPROPILENO REFORZADOS CON FIBRA DE CURAUÁ
J. Araujo, B. Mano, M.A. De Paoli, A.B. Martínez 181

MECHANICAL BEHAVIOR OF COMPOSITE MATERIALS IN SHEAR: EXPERIMENTS AND SIMULATIONS
E. Totry, C. Gónzalez, J. Llorca 187

FRACTURA A VELOCIDADES DE IMPACTO DE DISTINTOS GRADOS DE COPOLÍMEROS DE PROPILENO-ETILENO
A.B. Martínez, A. Segovia, S. Illescas, M. Sánchez-Soto 193

INFLUENCIA DE LAS IMPUREZAS Y DEL AMBIENTE EN EL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LA POLIAMIDA REFORZADA RECICLADA
S. Diego, J.A. Casado, I.A. Carrascal, J.A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana 199

EXTRACTING IN-SITU THE MECHANICAL PROPERTIES OF THE POLIMERIC MATRIX IN COMPOSITES THROUGH IN-SITU NANOINDENTATION TESTS
M- Rodríguez, J.M. Molina-Aldareguia, C. Cabeza, C. González, J. Llorca 205

PROPIEDADES MECÁNICAS Y TÉRMICAS DE LAS ALEACIONES PC/ABS
A. Valea, I. Mondragón, M.L. González 211

CONTROL DEL PROCESO DE CURADO DE RESINAS FURÁNICAS PARA USO COMO MATERIALES DE INGENIERÍA
M.L. González, J.C. Miguez, F.J. Juanes, B. González, A. Valea.....215

EFECTOS DE LA ADICIÓN DE COMPATIBILIZANTES Y CARGAS EN LA CRISTALINIDAD DE LA POLIAMIDA 6
B. González, A. Valea, M.L. González.....220

MEJORA DE LA TENACIDAD DE LAS RESINAS FURÁNICAS POR COPOLIMERIZACIÓN CON ε-CAPROLACTONA
M.L. González, F.J. Juanes, J.C. Miguez, B. González, I. Mondragón, A. Valea.....226

COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE NANOCOMPUESTOS EN BASE POLI (ÁCIDO LÁCTICO) Y MONTMORILLONITA ORGANOMODIFICADA (PLA/OMMT)
M.Ll. Maspoch, L. Nascimento, J. Gamez-Perez, O. Santana.....232

CARACTERIZACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE ESPUMAS FLEXIBLES DE POLIOLEFINAS
J.I. Velasco, D. Arencón, M. Antunes, V. Realinho, A.I. Fernández.....238

ESTUDIO DE LA INTERCONVERSIÓN ENTRE LAS FUNCIONES DE COMPORTAMIENTO DE UN MATERIAL VISCOELÁSTICO
P. Fernández Fernández, D. Rodríguez Argüelles, M.J. Lamela Rey, A. Fernández Canteli.....244

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO

LOCALIZACIÓN DE DAÑO Y PREDICCIÓN DE VIDA A FATIGA DE UNA BARRA EN VOLADIZO
P. Fernández Fernández, M. López Aenlle, A. Fernández Canteli, A. Sendín Álvarez, M.A. Serrano López.....253

ESTUDIO NUMÉRICO DE LA EVOLUCIÓN DEL ESTADO TENSIONAL A LO LARGO DEL ESPESOR EN PROBETAS CT
D. Camas-Peña, J. García-Manrique, P. López-Crespo, A. González-Herrera.....259

PREDICCIÓN DE VIDA EN COMPONENTES CON GRADIENTE DE TENSIONES: ENTALLAS Y FATIGA POR FRETTING
C. Navarro, J. Vázquez, J. Domínguez.....265

ANÁLISIS DEL PROCESO DE FATIGA EN ENTALLAS MEDIANTE LA ACUMULACIÓN DE DAÑO EN EL FRENTE DE GRIETA
J. Vázquez, C. Navarro, J. Domínguez.....271

MODELO DE COMPORTAMIENTO EN FATIGA BASADO EN EL DAÑO CONTINUO MEDIDO A PARTIR DE PARÁMETROS ENERGÉTICOS DE UN POLÍMERO COMPUESTO
I.A. Carrascal, J.A. Casado, S. Diego, J.A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana.....277

DETERMINACIÓN DEL LÍMITE A FATIGA EN HORMIGONES RECICLADOS DE APLICACIÓN ESTRUCTURAL
C. Thomas, I.A. Carrascal, J. Setién, J.A. Polanco.....283

LÍMITE DE FATIGA EN ENTALLAS DE GEOMETRÍA ARBITRARIA BAJO CARGA EN MODO I
V. Chaves, A. Navarro.....289

EFECTO DEL NÚMERO DE RECICLADOS EN EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE LA POLIAMIDA REFORZADA
J.A. Casado, S. Diego, I.A. Carrascal, J.A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana.....295

EFECTO DE LOS CAMBIOS BRUSCOS DE CARGA SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE ACERO PERLÍTICO TREFILADO
J.C. Matos, B. González, F.J. Ayaso, J. Toribio.....301

INFLUENCIA DEL ESTADO TENSODEFORMACIONAL RESIDUAL GENERADO POR FATIGA EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ALAMBRES FISURADOS
L. Aguado, M. Lorenzo, V. Kharin, J. Toribio.....307

INFLUENCIA DE LA LONGITUD DE TRANSICIÓN DE LA HILERA DE TREFILADO SOBRE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ACEROS DE PRETENSADO
M. Lorenzo, V. Kharin, J. Toribio.....313

ANÁLSIS DEL EFECTO BAUSCHINGER EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA
M. Lorenzo, B. González, J.C. Matos, L. Aguado, V. Kharin, J. Toribio.....319

INFLUENCIA DE LA ANISOTROPÍA MICROESTRUCTURAL DE LOS ACEROS DE PRETENSADO EN EL ASPECTO FRACTOGRÁFICO DE LA ZONA TTS
D. Vergara, J. Toribio.....325

INFLUENCIA DE LAS TENSIONES RESIDUALES EN LA EVOLUCIÓN GEOMÉTRICA DE LA ZONA TTS CON EL TIEMPO DE EXPOSICIÓN AL HIDRÓGENO
D. Vergara, M. Retortillo, J. Toribio.....331

CARACTERIZACIÓN DEL RANGO DE VIDA FINITA EN FATIGA DE LA ALEACIÓN AA7075 CON DISTINTOS TRATAMIENTOS SUPERFICIALES UTILIZANDO EL ENSAYO DE FATIGA EN FLEXIÓN EN CUATRO PUNTOS
M. Toledano, M.A. Arenas, L. Ramírez, S.M. Borja, A. Monsalve, A. Conde.....337

MODELIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO CÍCLICO DE LA SUPERALEACIÓN INCONEL © 625
R. Rodríguez-Martín, J.L. Pedrejón, D. González, M.R. Elizalde, I. Ocaña, A. Martín-Meizoso, J.M. Martínez-Esnaola...343

ANÁLISIS DE PARÁMETROS DETERMINANTES DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN TENDONES DE ALTA RESISTENCIA GALVANIZADOS EN CONTACTO CON MEDIOS ALCALINOS
F.J. Recio, M.C. Alonso.....348

EVALUACIÓN A FATIGA DE COMPONENTES NUCLEARES EMPLEANDO SISTEMAS DE MONITORIZACIÓN Y EL CÓDIGO ASME
R. Cicero, I. Gorrochategui, J.A. Álvarez.....357

VOLUMEN II

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS

DINÁMICA DE FRACTURA EN MATERIALES PIEZOELÉCTRICOS MEDIANTE UNA FORMULACIÓN SIMÉTRICA DEL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO
M. Wünsche, A. Sáez, F. García-Sánchez 365

TENSIÓN PLANA EN EL FRENTE DE GRIETA: UN CASO INCOMPATIBLE CON LA MECÁNICA DE FRACTURA ELÁSTICA LINEAL
D. Fernández Zúñiga, A. Fernández Canteli, E. Castillo 370

MODELLING THE RATE-DEPENDENT FRACTURE PROPAGATION IN CONCRETE
A.L. Rosa, R.C. Yu, G. Ruiz, J.L.A.O. Sousa 376

EVALUACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA MEDIANTE LA COMBINACIÓN DEL DIAGRAMA FAD Y DE ENSAYOS SPT SOBRE PROBETAS FISURADAS
I.I. Cuesta, J.M. Alegre, P.M. Bravo 382

ESTUDIO ATOMÍSTICO DE LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN MONOCRISTALES DE Fe-α AGRIETADOS
A. Irastorza, A. Luque, J. Aldazabal, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano 388

SIMULACIÓN NUMÉRICA DEL COMPORTAMIENTO A TRACCIÓN DE UN FIELTRO DE FIBRA DE VIDRIO
A. Ridruejo, C. González, J. Llorca 394

ANÁLISIS DEL ERROR EN LA DETERMINACIÓN NUMÉRICA DEL FACTOR DE CONCENTRACIÓN DE TENSIONES
J. García-Manrique, D. Camas-Peña, A. González-Herrera 400

CÁLCULO DEL LÍMITE DE FATIGA MEDIANTE EL MÉTODO DE MÁXIMA VEROSIMILITUD
A. Martín-Meizoso, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano 406

EFECTO DE LA CONSTRICCIÓN TRANSVERSAL EN LAS COMPONENTES DE ÁREA Y LÍNEA DE LA INTEGRAL J_{x1}
E. Giner, D. Fernández Zúñiga, J. Fernández Sáez, A. Fernández Canteli 411

ECUACIONES DE FLUJO PLÁSTICO PARA EL MÉTODO DE LAS DEFORMACIONES LOCALES CON CARGA MULTIAXIAL
A. Navarro, C. Madrigal 417

RETORNO A BCS
A. Navarro, C. Vallellano 424

MEJORA DEL CONTACTO DE CARAS DE GRIETA EN X-FEM MEDIANTE UN PLANTEAMIENTO TIPO MORTAR
E. Giner, M. Tur, J.E. Tarancón, F.J. Fuenmayor 429

FORMULATION AND IMPLEMENTATION OF COHESIVE FRACTURE MODELS IN THE SYMMETRIC GALERKIN BOUNDARY ELEMENT METHOD. STUDY OF MODE I CRACK GROWTH
L. Távara, V. Mantic, L. Gray, F. París, A. Salvadori 435

VALIDACIÓN DE MODELOS NUMÉRICOS CON TÉCNICAS EXPERIMENTALES DE CORRELACIÓN DE IMAGEN EN MECÁNICA DE LA FRACTURA
P. López-Crespo, D. Camas-Peña, A. González-Herrera, J.R. Yates, J. Zapatero 441

CARACTERIZACIÓN EXPERIMENTAL DE UNA GRIETA INICIADA EN UN CONCENTRADOR DE TENSIONES
P. López-Crespo, A. López-Moreno, A. Shterenlikht, P.J. Withers, E.A. Patterson, J.R. Yates 446

ANÁLISIS MESO-ESTRUCTURAL DE LA FRACTURA DEL HORMIGÓN EN MODO MIXTO
M. Rodríguez, C.M. López, I. Carol 452

ANÁLISIS NUMÉRICO MESOMECÁNICO DEL ATAQUE SULFÁTICO EXTERNO EN HORMIGÓN
A. Idiart, I. Carol, C.M. López 458

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS

VIDA EN SERVICIO Y RIESGO DE ROTURA EN ESTRUCTURAS SOMETIDAS A AMBIENTES AGRESIVOS
M.V. Biezma, J.R. San Cristóbal, R. Martínez 467

EVALUACIÓN DEL DETERIORO DEL HORMIGÓN SOMETIDO A CICLOS HIELO-DESHIELO
G. Al-Assadi, M.J. Casati, J. Fernández, J.C. Gálvez 472

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

APLICACIÓN DE LAS TÉCNICAS SMALL PUNCH PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ORO
S. Cicero, R. Lacalle, F. Gutiérrez-Solana 481

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA A ESCALA PICOMÉTRICA DE $YBa_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-\delta}$ MONOCRISTALINO MEDIANTE LA TÉCNICA DE AUTOFLUJO
J.J. Roa, F.T. Dias, V.N. Vieira, G. Oncins, J. Diaz, J. Schaf, X.G. Capdevila, M. Segarra 489

CURVA TENSIÓN-DEFORMACIÓN MEDIANTE INDENTACIÓN ESFÉRICA PARA MATERIALES CERÁMICOS SUPERCONDUCTORES DE YBCO-TSMG
J.J. Roa, M. Morales, M. Martínez, X.G. Capdevila, M. Segarra 495

OBTENCIÓN MEDIANTE EL ENSAYO SMALL PUNCH DE LAS PROPIEDADES DE TRACCIÓN DE MATERIALES METÁLICOS
R. Lacalle, J. García, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana 501

CRACK VELOCITIES IN HIGH-STRENGTH CONCRETE AT A WIDE RANGE OF LOADING RATES
X.X. Zhang, G. Ruiz, R.C. Yu, M. Tarifa, M. Camara 507

FRACTURE ENERGY OF HIGH-STRENGHT CONCRETE UNDER DIFFERENT LOADING RATES
G. Ruiz, X.X. Zhang, M. Tarifa, R.C. Yu, M. Camara 513

ANÁLISIS DE LA CONCENTRACIÓN CRÍTICA DE CLORUROS EN LA VIDA ÚTIL DE LAS ESTRUCTURAS
C. Alonso, M. Sánchez 519

ANÁLISIS DE FACTORES QUE INFLUYEN EN LA FATIGA EN MATERIAL TERMOPLÁSTICO REFORZADO: APLICACIÓN DE TERMOGRÁFICA
M. Canales, C. Gómez, M. Laspalas, A. Cajal, J.L. Núñez 525

ENVEJECIMIENTO Y PÉRDIDA DE PROPIEDADES EN LOS MORTEROS DE CEMENTO REFORZADOS CON FIBRA DE VIDRIO (GRC)
A. Enfedaque, D. Cendón, F. Gálvez, V. Sánchez-Gálvez 531

EFECTO DE LA AGUDIZACIÓN DE LA ENTALLA POR FEMTOLÁSER EN EL TRABAJO ESENCIAL DE FRACTURA
A.B. Martínez, A. Segovia, J. Rodríguez, E. Franco-Urquiza 537

PROPIEDADES MECÁNICAS A ESCALA NANOMÉTRICA DE YSZ Y GDC USADOS COMO ELECTROLITOS EN PILAS DE COMBUSTIBLE DE ÓXIDO SÓLIDO
M. Morales, J.J. Roa, M. Martínez, X.G. Capdevila, M. Segarra, S. Piñol 543

DEBRIS AND 1/f NOISE IN SLIDING FRICTION UNDER WEAR CONDITIONS
M. Duarte, I. Vragovic, J.M. Molina, R. Prieto, J. Narciso, E. Louis 549

MODELO DE ROTURA PARA MATERIALES METÁLICOS SOMETIDOS A DISTINTAS TRIAXIALIDADES
B. Erice, D. Cendón, F. Gálvez, V. Sánchez-Gálvez 554

PARADA DE FISURA EN CORROSIÓN BAJO TENSIÓN. APLICACIÓN DEL MÉTODO DE LA FLEXIBILIDAD
J. Sánchez, C. Andrade, J. Fullea 560

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA MEDIANTE LA TÉCNICA DE NANOINDENTACIÓN DE PARTÍCULAS DURAS
N. Cuadrado, D. Casellas, J. Caro, L. Llanes 566

ANÁLISIS DE LA DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA MEDIANTE EL ENSAYO SPT
I. Peñuelas, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón 572

IN-SITU MICROTRIBOLOGY WITH HIGH LOCAL RESOLUTION
W.P. Weinhold, R. Stengler, T. Schuessler 578

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA

ANÁLISIS DE LA ROTURA DEL EXTREMO DE UN EJE MOTOR
G. Atxaga, A.M. Irisarri 585

ANÁLISIS DEL ENVEJECIMIENTO TÉRMICO EN UNA VÁLVULA DE ACERO INOXIDABLE COLADO Y EVALUACIÓN DE SU EFECTO EN LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL
S. Cicero, J. Setién, I. Gorrochategui 591

ESTUDIO DE LA ROTURA DE UNA HERRAMIENTA DE MECANIZADO
E. Silveira, A.M. Irisarri....599

ESTUDIO DEL FALLO POR FATIGA DE UN MUELLE PERTENECIENTE AL MECANISMO DE MANIOBRA DE PUERTAS DE ASCENSOR
R. Rivera, A. Chiminelli, C. Gómez, J.L. Núñez....605

APLICACIÓN DE LA MECÁNICA DE LA FRACTURA PARA OPTIMIZAR LA RELACIÓN DESGASTE-TENACIDAD EN HERRAMIENTA DE CORTE EN FRÍO DE ACEROS DE ALTA RESISTENCIA
I. Picas, R. Hernández, D. Casellas, B. Casas, I. Valls....611

DEALING WITH CRISIS-SOLVING ENGINEERING FAILURES IN FORMULA 1 MOTOR RACING
G. Savage 617

ESTUDIO EXPERIMENTAL DE PANELES ESBELTOS DE HORMIGÓN DÉBILMENTE ARMADOS
R. Porras-Soriano, G. Ruiz, J.R. Carmona, R.C. Yu 627

ESTUDIO Y ANÁLISIS DE FALLO MECÁNICO DE PANELES SÁNDWICH FABRICADOS POR PULTRUSIÓN
C. Manteca, A. Yedra, I. Gorrochategui, R. Miguel....633

APLICACIÓN DEL PROCEDIMIENTO ASME-API 579 PARA EL DISEÑO EN FATIGA DE VASIJAS DE ALTA PRESIÓN BOBINADAS
J.M. Alegre, P.M. Bravo, I.I. Cuesta 640

ANÁLISIS EXPERIMENTAL Y FRACTOGRÁFICO DE LA ROTURA DE UNA PLATAFORMA ELEVADORA
J. Toribio, V. Kharin, F.J. Ayaso, B. Gónzalez, J.C. Matos, D. Vergara, M. Lorenzo 648

SIMULACIÓN DEL COMPORTAMIENTO A IMPACTO DE UN COMPONENTE DE MATERIAL COMPUESTO PARA AUTOMOCIÓN
M. Mateos, J. Aurrekoetxea, A. Ispizua, L. Aretxabaleta, G. Castillo, I. Urrutibeascoa, I. López....654

ANÁLISIS DE FALLO MECÁNICO EN EJE DE SALIDA DE REDUCTOR DE VELOCIDAD PARA MÁQUINA DE SECADO DE CAUCHO
R. Báscones, I. Gorrochategui, J.A. Álvarez....658

ESTUDIO COMPARATIVO DE LOS PARÁMETROS INFLUYENTES EN LA MAQUINANIBILIDAD DE LOS LATONES AL PLOMO
P. García, S. Rivera, M. Palacios, J. Belzunce 664

ÍNDICE TEMÁTICO

....671

ÍNDICE DE AUTORES

....677

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

CREEP CRACK GROWTH ASSESSMENT METHODS

R A Ainsworth and Y Lei

British Energy Generation Ltd, Gloucester GL4 3RS, UK.
bob.ainsworth@british-energy.com

ABSTRACT

This paper describes engineering methods for assessing defects in components operating at elevated temperatures where creep crack growth needs to be considered. Practical aspects such as the treatment of secondary and residual stresses and the inclusion of realistic creep laws are included. Recent finite element results for complex loading are described, as validation of the assessment methods. The British Energy R5 procedures and the European FITNET procedures, which treat creep crack growth, are briefly described.

KEY WORDS: Creep, Crack, Reference Stress

1. INTRODUCTION

Procedures for assessing cracks in components operating in the creep range were first produced about 20 years ago [1-3]. Such methods were included in the first issue of the British Energy R5 procedures. Since then, there have been developments in methods for assessing both creep and creep-fatigue crack growth [4] and these have led to updates to R5 [5]. Parts of the R5 approach have also been included in the British Standards document BS7910 [6], as described in [7], and more recently in the European FITNET procedure [8].

The R5 procedure gives methods for assessing defects in structures operating under creep-fatigue loading conditions. The information required for assessments is: the operating conditions; the nature of the defects; materials data; and structural calculations to correlate materials data with the behaviour of complex structures. This information may be used to assess whether a defect of a given size will grow to an unacceptable size in a given service life under a given loading history. A step-by-step procedure is given in R5 to perform these assessments and methods for following each step are given in detail. Reference is made to R6 [9] for calculation of the limiting defect size under short-term loadings.

This paper describes the background to creep crack growth assessment methods, starting with steady state creep crack growth under primary loading in Section 2. Then Section 3 addresses more complex loadings involving transient creep and relaxation of secondary stresses. Finite element results which have aided development of the methods are described in Section 4. Following the discussion in Section 5, the paper finally briefly summarises some existing high temperature assessment methods in Section 6.

2. BACKGROUND

The behaviour of a defect in a component operating at elevated temperature may be described in terms of three phases. The first phase is an incubation period, t_i, before any significant crack growth (usually taken as no more than 0.2mm) occurs. The second phase is one of crack growth. The third phase is creep rupture due to accumulation of creep damage in the component. This third phase eventually occurs even if a defect is not present or if a defect is present and there is no crack growth. Incubation may be expressed in terms of a critical crack tip opening displacement or, for widespread creep conditions, by a relationship of the form:

$$t_i (C^*)^{\beta} = \gamma \tag{1}$$

where β, γ are material constants and C^* is the steady state creep crack tip parameter. Reference stress methods [3] estimate this from

$$C^* = \sigma^p_{ref}(a)\dot{\varepsilon}^c_{ref}[\sigma^p_{ref}(a), \varepsilon^c_{ref}]R' \tag{2}$$

where σ^p_{ref} is the reference stress for the primary loading, P, and $\dot{\varepsilon}^c_{ref}$ is the creep strain rate at the current reference stress and creep strain, ε^c_{ref}. The reference stress is usually defined by

$$\sigma^p_{ref} = P\sigma_y / P_L(a, \sigma_y) \tag{3}$$

where P is the applied primary load, a is crack size and P_L is the collapse load which depends on crack size and is proportional to the yield stress σ_y. The characteristic length, R' in eqn (2) is then defined by

$$R' = (K^p / \sigma^p_{ref})^2 \tag{4}$$

where K^p is the stress intensity factor for the primary loading. As both K^p and σ^p_{ref} are directly proportional to the loading P, the value of R' is independent of the magnitude of P. However, R' does vary with crack size and, when creep and/or fatigue

crack growth are being considered, both K and σ^p_{ref} should be calculated for the defect size equal to that of the original crack plus the amount of crack growth. The value of R' is also different at the surface and deepest points of a semi-elliptical surface defect due to differences in the values of K^p, for example.

Following incubation, creep crack growth rates are estimated from C* obtained from eqn (2) and data generally presented in the simple form:

$$\dot{a} = A(C^*)^q \tag{5}$$

where A and q are material constants.

In calculating creep crack growth rates from eqn (5), C^* is obtained from eqn (2) with $\dot{\varepsilon}^c_{ref}$ defined at the creep strain accumulated under the reference stress history up to time t. That is, a strain hardening rule is used to define creep strain rates under increasing stress during the crack growth stages.

The reference stress estimate of eqn (2) enables realistic creep laws rather than simple secondary creep rates to be used and this is illustrated in Section 4 by some finite element analyses. Equation (2) is for primary loading in the steady state. Estimates of C* for the more complex loadings which occur in practice are described next in Section 3.

To assess the third phase of behaviour described above, it is necessary to assess general levels of creep damage in cracked components. For constant primary loading, the stress is well known and the time, t_{CD}, for creep damage to propagate through a structure and lead to failure is taken as

$$t_{CD} = t_r[\sigma^p_{ref}(a)] \tag{6}$$

where $t_r(\sigma)$ is the rupture time at stress, σ, from conventional stress/time-to-rupture data and the reference stress is calculated for the primary loads only for the current crack size, a. Prior to crack growth the rupture time is calculated for the initial defect size, a_0. In ductile materials, the rupture time may be life limiting rather than the crack incubation and growth phases and this is illustrated in [3].

3. COMPLEX LOADING

3.1 Transient Creep for Primary Loading

Time is required for stress redistribution due to creep from the initial elastic or elastic-plastic stress field to the steady state creep field. Stress redistribution is complete and widespread creep conditions are established for times in excess of a redistribution time, t_{red}. For constant loading this may be expressed for small-scale yielding as

$$\varepsilon^c_{ref}[\sigma^p_{ref}(a), t_{red}] = \sigma^p_{ref}(a)/E \tag{7}$$

where $\varepsilon^c_{ref}[\sigma^p_{ref}(a), t]$ is the accumulated creep strain at the reference stress for time, t, and crack size, a, from uniaxial creep data.

In the period before steady state creep is established, it is necessary to allow for transient creep with the crack tip fields being described by C(t), the transient crack tip characterising parameter, which generally exceeds C* [3]. It is assumed that for times less than the redistribution time ($t<t_{red}$), eqn (5) may be generalised to

$$\dot{a} = A[C(t)]^q \tag{8}$$

The parameter C(t) may be estimated from

$$\frac{C(t)}{C^*} = \frac{(1+\varepsilon^c_{ref}/\varepsilon^e_{ref})^{1/(1-q)}}{(1+\varepsilon^c_{ref}/\varepsilon^e_{ref})^{1/(1-q)} - 1} \tag{9}$$

where ε^c_{ref} is the accumulated creep strain at time t, ε^e_{ref} is the elastic strain at the reference stress and q is the exponent in the creep crack growth law of eqn (5). If there is plasticity on initial loading, eqn (9) can be modified to allow for the initial plastic strains and this is discussed below for more general loading.

3.2 Combined Primary and Secondary Loading

For combined primary and secondary loading, if the initial response on loading is elastic, an initial reference stress, σ^0_{ref}, can be defined by

$$\sigma^0_{ref} = \sigma^p_{ref}(K^p + K^s)/K^p \tag{10}$$

where K^s is the stress intensity factor for the secondary loading. The reference stress may also be defined from the stress resultants for combined loading using an equation similar to eqn (3). This is not discussed in detail here but is particularly suitable for loadings with significant stresses not in the plane of the defect. The combined reference stress of eqn (10) may relax due to both creep straining and crack growth and the rate of change is given by

$$\frac{\dot{\sigma}_{ref}}{\sigma_{ref}} + \left[\frac{K^s}{(K^p+K^s)}\left\{\frac{\partial K^p/\partial(a/w)}{K^p} - \frac{\partial K^s/\partial(a/w)}{K^s}\right\} - \frac{\partial\sigma^p_{ref}/\partial(a/w)}{\sigma^p_{ref}}\right]\frac{\dot{a}}{w} + \frac{E\dot{\varepsilon}^c_{ref}}{Z\sigma_{ref}} = 0 \tag{11}$$

for a crack of depth a in section width w, where Z is the elastic follow-up factor and the creep strain rate is calculated at the current combined reference stress. Evaluation of the elastic follow-up factor is discussed later in Section 5.

Equations (10, 11) enable the initial reference stress and its relaxation to be determined. Omitting algebraic details, the resulting value of the transient crack tip characterising parameter, generalised to the case of combined primary and secondary loading involving stress relaxation due to both creep and crack growth and plasticity on initial loading is

$$\frac{C(t)}{C^*} = \left(\frac{\sigma_{ref}\dot{\varepsilon}^c_{ref}}{\sigma^p_{ref}\dot{\varepsilon}^c_{ref,p}} \right) \left[\frac{(\varepsilon_{ref}/\varepsilon^0_{ref})^{1/(1-q)}}{(\varepsilon_{ref}/\varepsilon^0_{ref})^{1/(1-q)} - (\sigma^0_{ref}/E\varepsilon^0_{ref})} \right] \quad (12)$$

where $\dot{\varepsilon}^c_{ref}$ and $\dot{\varepsilon}^c_{ref,p}$ are the creep strain rates at σ_{ref} and σ^p_{ref}, respectively, ε_{ref} is the total strain at σ_{ref}, C^* refers to the value evaluated for the primary loading only, and ε^0_{ref} is the total elastic-plastic strain corresponding to the initial value of the total reference stress σ^0_{ref}. For pure primary loading, eqn (12) can be written

$$\frac{C(t)}{C^*} = \frac{(\varepsilon^{e+p+c}_{ref}/\varepsilon^{e+p}_{ref})^{1/(1-q)}}{(\varepsilon^{e+p+c}_{ref}/\varepsilon^{e+p}_{ref})^{1/(1-q)} - (\varepsilon^{e}_{ref}/\varepsilon^{e+p}_{ref})} \quad (13)$$

where superscripts e, e+p and e+p+c denote elastic, elastic-plastic and elastic-plastic plus creep, respectively. This generalizes eqn (9) to the case when plasticity occurs on initial loading. Plasticity tends to reduce the value of C(t) making it closer to the steady state value, C*.

For pure primary loading, it is straightforward to evaluate the strain terms in eqn (13) as the reference stress is well defined from the limit load expression of eqn (3). For more general loading, the initial strain term may be obtained from an estimate of the initial value of J, J_0. Estimates of J_0 are discussed in low temperature defect assessment procedures such as R6 [9] and FITNET [8] and these enable ε^0_{ref} to be estimated from

$$\sigma^0_{ref}\varepsilon^0_{ref} = \frac{(\sigma^p_{ref})^2}{E} \frac{(1 + VK^s/K^p)^2}{f^2(L_r)} \quad (14)$$

where $L_r = P/P_L$, both V, the parameter treating interactions between primary and secondary stress, and $f(L_r)$, the shape of the failure assessment diagram, are defined in R6 [9] and FITNET [8]. Equation (14) may be used to define σ^0_{ref} and ε^0_{ref} if the shape of the stress-strain curve is known.

4. FINITE ELEMENT ANALYSIS RESULTS

The estimates of C(t) described above are based on reference stress methods and are extensions of those developed by Ainsworth [10]. Validation of the extended methods by finite element analysis is described here.

The finite element analyses have been preformed for an external fully circumferential crack of normalised depth a/w=0.2, where a is the crack depth and w is the wall thickness, in a cylinder of internal radius R_i and external radius R_o. A small uniform primary axial stress (17.6% of the yield stress σ_y) and an axisymmetric secondary stress based on a residual stress due to girth welding were applied. The axial, σ_a, and hoop, σ_θ, residual stresses as a function of distance $r - R_i$ from the inside of the vessel wall are shown in Figure 1. It can be seen that the secondary stresses are high and relatively uniform where the crack is postulated with $\sigma_a \approx 1.4\sigma_y$ and $\sigma_\theta \approx 2.5\sigma_y$ so that the loading is dominated by the secondary stresses and there is potential for substantial stress relaxation.

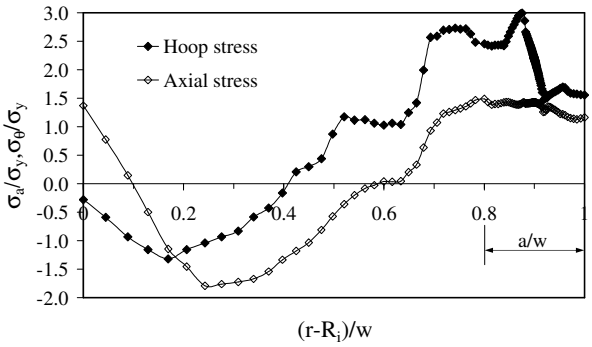


Figure 1. Normalised residual stress distributions in the uncracked body as a function of normalised distance from the inside vessel wall.

The true stress-strain curve was fitted by a piece-wise polynomial rising to a stress of about $3\sigma_y$ at a plastic strain of 25%. The creep law was typical of a Type 316H stainless steel at 550°C and was described by a primary, secondary creep law. The stress dependence in primary creep was described by a power law with stress exponent cn_1=4.18 and secondary creep was described by a power law with stress exponent cn=8.2. A creep analysis of the uncracked cylinder with residual stress acting alone led to rapid relaxation due to primary creep with both axial and

hoop stresses falling to about $0.75\sigma_y$ at the outside of the cylinder after 10,000h.

The primary reference stress ($\sigma_{ref} = 0.2\sigma_y$) was obtained from eqn (3) using the limit load solution in [11] and K^p was obtained from the stress intensity factor solution in [9]. The value of K^s was obtained from an elastic analysis of the cracked cylinder with the residual stress only and $\sigma^s_{ref} (= 0.95\sigma_y)$ was obtained from an elastic-plastic finite-element analysis of the cracked cylinder with the residual stress only and a version of eqn (14) simplified to secondary stress only. This is sufficient to determine the initial reference stress, relaxation of the reference stress and hence C(t) using the equations set out in Section 3, provided an estimate of elastic follow-up factor, Z, is available. The estimate of Z is discussed in Section 5 below.

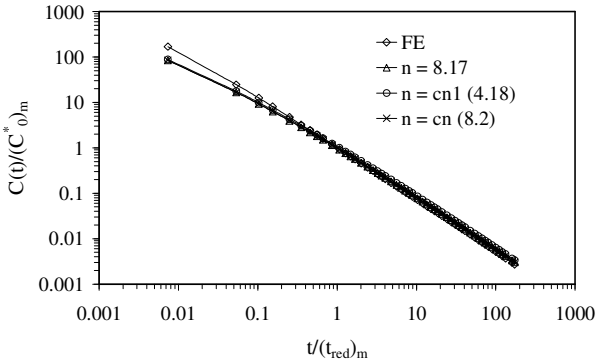


Figure 2. Comparison of C(t) estimated by eqn (12) and values obtained from finite element analysis for the residual stress acting alone for a/w=0.2.

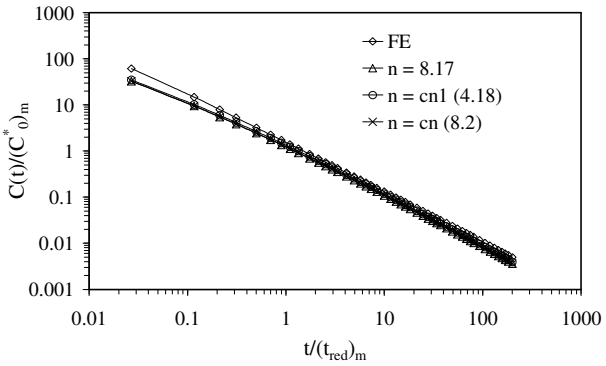


Figure 3. Comparison of C(t) estimated by eqn (12) and values obtained from finite element analysis for combined residual stress and axial stress for a/w=0.2.

Rather than the normalisation by C* in eqn (12), the finite element results for C(t) have been normalised by $(C^*_0)_m$ which is obtained from eqn (2) using the initial reference stress σ^0_{ref} instead of σ^p_{ref} and with $\dot{\varepsilon}^c_{ref}$ defined by the secondary creep strain rate at σ^0_{ref}. Changing the normalisation does not, of course, affect C(t) but it enables results to be presented for the case of residual stress acting alone, for which C*=0. Results are also presented in terms of time normalised by $(t_{red})_m$ which is obtained from eqn (7) using the stress σ^0_{ref} instead of σ^p_{ref}.

The results are shown in Figure 2 for residual stress acting alone and in Figure 3 for combined residual stress and axial tension. In plotting eqn (13), three estimates of the exponent q have been taken, related to corresponding estimates of the stress exponent n by n=q/(1-q) or equivalently q=n/(n+1). It can be seen that the estimates of eqn (13) are not sensitive to the choice of q and are close to the finite element results, although slightly underestimating the finite element values at short times. The results are discussed further in Section 5 but clearly the simplified reference stress approximation has been validated for a loading case involving major biaxial residual stress and substantial stress relaxation for a complex creep law.

5. DISCUSSION

5.1 Generalised Creep Laws

The reference stress estimate of eqn (2) was initially validated by comparison with solutions described by power-law plasticity. However, it was written in the form of eqn (2), rather than a power of stress, to enable it to be used for other creep laws. Comparison of the resulting values of C* with experimental values deduced from measured displacement rates have demonstrated its accuracy for a range of material descriptions [3]. Finite element analyses have also demonstrated accuracy for a range of creep laws [12] for primary loading cases. The finite element results reported in Section 4 confirm the accuracy of the reference stress method for complex creep laws for complex loading involving stress relaxation. It has also been shown (Figures 2, 3) that an accurate estimate of an equivalent power-law exponent (n) is not needed to obtain an accurate estimate of the creep characterising parameter.

5.2 Elastic Follow-up

To evaluate stress relaxation in eqn (11), it is necessary to have an estimate of the elastic follow-up factor Z. For the comparisons in Figures 2 and 3, Z has been estimated from the long-term stress relaxation response obtained in the finite element analyses as Z=1.7 for residual stress acting alone and Z=2.3 for combined residual and axial stresses. At shorter times, higher values of Z may be expected when the residual stresses are high and more uniform

over the defective region of the cylinder. Commonly, a value of Z=3 is taken for uncracked bodies and R5 recommends that the uncracked value of Z is increased by unity to allow for the potential increased follow-up caused by the crack. This would result in a value Z=4 in the present case which would lead to significant underestimation of stress relaxation and overestimation of C(t). However, Figures 2 and 3 suggest that the long-term value of Z may lead to an overestimate of stress relaxation and an underestimate of C(t) at short times.

Finite element results have also been performed for crack sizes a/w=0.1, 0.3 and 0.4. These show that Z is larger at smaller crack sizes and is higher for combined loading than for residual stress acting alone. However, the results are not particularly sensitive to a/w suggesting that simplified estimates of Z may be possible for practical applications. This is a topic where further work is required.

5.3 Effect of Crack Growth

Crack growth has not been considered in the finite element results reported in Section 4. However, the effect of crack growth would be to lead to increased stress relaxation for two reasons. First, elastic follow-up reduces with increasing crack size as discussed in Section 5.2. Secondly, as the crack grows out of the region of high uniform residual stress there will be a significant reduction in the effect of these stresses on the crack tip loading. Indeed, it can be seen from Figure 1 that the crack tip will be in a compressive residual stress for large crack sizes. The effect of both creep and crack growth is illustrated schematically in Figure 4.

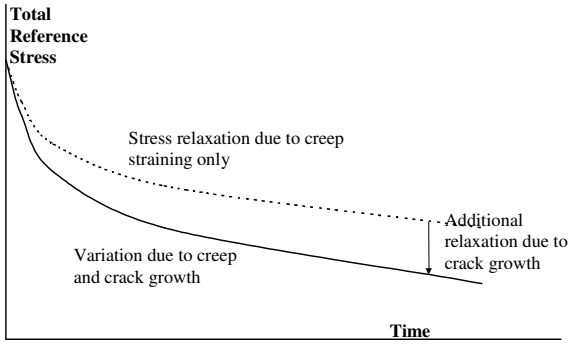


Figure 4 Schematic of residual stress relaxation due to both creep strain and crack growth

Clearly, the combined effect of creep straining and crack extension leads to significantly greater stress relaxation than the case of creep straining acting alone. The effects of crack growth are treated by eqn (11). It should be noted, however, that for cases dominated by primary loading there is an increase in reference stress with crack growth (due to the reduction of the limit load in eqn (3)) rather than stress relaxation.

6. FITNESS-FOR-SERVICE ASSESSMENT

There are now a number of procedures that address crack growth at elevated temperatures. Many of these are, however, limited to simplified loading cases or small amounts of crack growth that do not affect the loading parameters. Within Europe, two procedures that do address the more complex cases presented in Section 3 are R5 [5] and the FITNET procedure [8]. In the application of these procedures the following significant times are specified or calculated:

t_o The period over which the defective component has been subject to high temperature operation.

t_s The future assessment period.

t_i The incubation time for creep crack growth. Creep growth will only occur for times in excess of t_i.

t_{red} The redistribution time prior to the attainment of widespread creep conditions during which the initial elastic crack tip stresses relax due to the creep.

t_{CD} The time for structural failure by continuum damage mechanisms (creep rupture).

The procedures then define the steps to be followed to perform a fitness-for-service assessment. These include the following steps, which are briefly described here.

Define Service Parameters

Loadings and temperature histories are required for the total assessment time t_o+t_s. All stresses need to be categorised as primary or secondary to apply the procedures as demonstrated in Section 3.

Calculate Creep Life Fraction

For cases dominated by primary loading, the creep damage may be evaluated for the load and temperature history using the life fraction rule with the continuum damage failure time evaluated from eqn (6). Alternatively, R5 presents ductility exhaustion methods where the creep life fraction is obtained from the ratio of the creep strain to the material ductility. As the reference stress method described in Section 3 leads to an estimate of accumulated creep strain, it is straightforward to apply ductility exhaustion approaches in conjunction with the calculations of Section 3 and these are particularly suitable for cases involving significant stress relaxation.

Calculate Incubation Time

Various methods of estimating the incubation time are set out in R5 and FITNET and have recently been summarised in [13-15]. These include approaches other than the steady state estimate using eqn (1). The use of a failure assessment diagram similar to that in R6 [9] is described in detail in the FITNET document [8] for two similar diagrams [14, 15].

Calculate Redistribution Time

The requirement for the initial transient creep conditions to be complete is defined by the redistribution time of eqn (7) for primary loading with an initial elastic response. For initial elastic-plastic conditions and combined loading, the transient conditions are implicitly treated through the calculation of C(t) by eqn (12). Thus, in the general case there is no need to consider transient creep as a separate period.

Material	**Temperature (°C)**	**Upper Bound**		**Mean**	
		A	**q**	**A**	**q**
Plain C steels	482 - 538	0.015	1.0	0.006	1.0
½CrMoV, wrought and cast	500 - 600	0.06	0.80	0.006	0.80
½CrMoV, Type IV	540 - 565	0.15	0.80	0.007	0.80
½CrMoV, coarse HAZ	565	0.30	0.80	0.10	0.80
1CrMo	450-600	0.02	0.84	0.006	0.84
1CrMoV	538 - 594	0.015	0.75	0.005	0.79
2¼Cr1Mo weld metal	540 - 565	0.015	0.647	0.003	0.647
2¼Cr1Mo wrought	550 - 600	0.006	0.80	0.004	0.83
Type 304 and Type 304H	650 - 760	0.035	1.0	0.007	1.0
Type 304, service exposed	760	0.10	0.85	0.05	0.85
Type 321, wrought	650	0.02	0.90	0.005	0.90
Type 316 and 316H, wrought	500 - 550	0.023	0.81	0.005	0.81
Type 316 weld	600 - 650	0.06	0.876	0.01	0.876
Inconel 800H	800	0.08	0.90	0.025	0.90
In 939	850	0.20	1.0	0.04	1.0
Modified 9Cr	580 - 593	0.005	0.65	0.003	0.70
Aluminium alloy RR 58	150	2.5	0.85	1.5	0.85
Aluminium alloy 2519 - T851	135	0.35	0.90	0.175	0.90
Astroloy API	700	0.124	0.78	0.054	0.79

Table 1. Typical Creep crack growth data collated during the FITNET project. Constants are those in eqn (5) with $\dot{a}$ in units of m/h and C in units of MPa m/h.*

Calculate Crack Growth

The total crack growth during a loading cycle is generally given by the sum of fatigue crack growth per cycle and the creep crack growth. Fatigue crack growth rates are often described by a Paris law but at high temperature allowance for crack closure is often also required. Creep crack growth is determined as discussed in detail in Sections 2 and 3.

Collect Materials Property Data

The key materials property data for a high temperature fitness-for-service assessment are creep strain, creep rupture and creep and fatigue crack growth information. Assessments of the type described above have been performed for a range of materials and data were collated during the FITNET project as illustrated in Table 1 for creep crack growth data. More recently, long-term creep crack growth data have been obtained from tests lasting several years [16] and these indicate that data are approximately inversely proportional to material ductility as suggested by the models discussed in [3]. Thus, where materials are known to have low long-term ductility, caution must be exercised in using creep crack growth data from short-term tests in which the representative ductility is higher, possibly because the failure mechanism differs at long times.

The R5 procedures [5] address both creep-fatigue crack growth and creep-fatigue damage accumulation in uncracked components. Short-term fracture is addressed in the companion R6 document [9]. Conversely, FITNET [8] does not address creep-fatigue damage accumulation in uncracked components but covers both creep-fatigue crack

growth and short-term fracture in a single procedure. Additionally, the FITNET procedure contains extensive advice on the treatment of both fatigue and corrosion. Further details of R5 and the creep part of FITNET may be obtained from the review papers [17] and [18].

7. CONCLUSIONS

Creep crack growth assessment methods have been described with particular attention paid to combined primary and secondary loading. It has been demonstrated that practical defect assessments may be performed for cases involving combined loading, creep crack growth, stress relaxation and complex creep laws. Validation of the methods has been illustrated by comparisons with finite element analyses.

ACKNOWLEDGEMENT

This paper is published with permission of British Energy Generation Ltd.

REFERENCES

[1] R A Ainsworth, G G Chell, M C Coleman, I W Goodall, D J Gooch, J R Haigh, S T Kimmins and G J Neate, CEGB assessment procedure for defects in plant operating in the creep range, Fatigue Fract Engng Mater Struct **10**, 115-127, 1987.

[2] R A Ainsworth, M B Ruggles and Y Takahashi, Flaw assessment procedure for high temperature reactor components, ASME J Pres. Ves. Tech. **114**, 166-170, 1992.

[3] G A Webster and R A Ainsworth, High Temperature Component Life Assessment, Chapman & Hall, London, 1994.

[4] D W Dean, R A Ainsworth and S E Booth, Development and use of the R5 procedures for the assessment of defects in high temperature plant, Int J Pres Ves Piping **78**, 963-976, 2001.

[5] R5, Assessment Procedure for the High Temperature Response of Structures, Issue 3, British Energy Generation, Gloucester, 2003.

[6] BSI, BS7910:2005, Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures, British Standards Institution, London, 2005.

[7] C S Wiesner, S J Maddox, W Xu, G A Webster, F M Burdekin, R M Andrews and J D Harrison, Engineering critical analyses to BS7910 - the UK guide on methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures, Int J Pres Ves Piping **77**, 883-893, 2000.

[8] M Kocak, S Webster, J J Janosch, R A Ainsworth and R Koers (Editors), FITNET Fitness-for-Service (FFS) – Procedure (Volume I), ISBN 978-3-940923-00-4, GKSS Research Centre, Germany (2008).

[9] R6, Assessment of the Integrity of Structures Containing Defects, Revision 4 and subsequent amendments, British Energy Generation, Gloucester, 2007.

[10] R A Ainsworth, Singular fields at defects in creeping structures subjected to mechanical loading combined with thermal stresses, in Behaviour of Defects at High Temperatures, Proceedings ESIS15, eds R A Ainsworth and R P Skelton, MEP, London, 423-439,1993.

[11] M A Lynch, D G Moffat, D N Moreton and R A Ainsworth, Limit loads for cylinders with fully circumferential internal cracks in tension: comparison of analytical and finite-element data, 9th Int Conf on Pressure Vessel Technology, ICPVT-9, 233-240, Sydney, 2000.

[12] Y-J Kim, J-S Kim, N-S Huh and Y-J Kim, Engineering C-integral estimates for generalised creep behaviour and finite element validation, Int J Pres Ves Piping **79**, 427-443, 2002.

[13] C M Davies, N P O'Dowd, D W Dean, K M Nikbin and R A Ainsworth, Failure assessment diagram analysis of creep crack initiation in 316H stainless steel, Int J Pres Ves Piping **80**, 541-551, 2003.

[14] R A Ainsworth, The use of a failure assessment diagram for initiation and propagation of defects at high temperatures, Fatigue Fract Engng Mater Struct **16**, 1091-1108, 1993.

[15] J Ewald, S Sheng, A Klenk and G Schellenberg, Engineering guide to assessment of creep crack initiation on components by two-criteria-diagram, Int J Pres Ves Piping **78**, 937-949, 2001.

[16] C M Davies, D W Dean, M Yatomi and K M Nikbin, The influence of test duration and geometry on the creep crack initiation and growth behaviour of 316H steel, Matl Science and Engng, in press, 2009.

[17] R A Ainsworth, R5 procedures for assessing structural integrity of components under creep and creep-fatigue conditions, Int Matls Reviews **51**, 107-126, 2006.

[18] S R Holdsworth and R A Ainsworth, Assessment of creep-fatigue crack growth, Paper FITNET-06-27, Proc FITNET 2006, Int Conf on Fitness-for-Service, Amsterdam, 2006.

PREVENCIÓN DE LA ROTURA POR FATIGA Y LA ROTURA FRÁGIL EN LOS CÓDIGOS ESPAÑOLES DE ESTRUCTURAS METÁLICAS

A. Valiente

Universidad Politécnica de Madrid
Departamento de Ciencia de Materiales
E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos. c/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid

Resumen. Este trabajo analiza las especificaciones recientemente incorporadas a los códigos españoles y europeos para prevenir la rotura por fatiga y la rotura frágil en las estructuras metálicas. Las especificaciones están formuladas en términos de ingeniería de diseño estructural y las teorías de Mecánica de Fractura que las sostienen no son fácilmente reconocibles. Los modelos y las simplificaciones asumidas en relación con el comportamiento de los detalles estructurales y de los aceros de construcción empleados en las estructuras metálicas son examinados en el contexto de la Mecánica de Fractura.

Abstract. This work describes from a Fracture Mechanics view the failure prevention approaches recently embodied to the European and Spanish codes for the design of steel structures. The codes formulate the design rules to prevent fatigue and fracture failures in terms of engineering practice and the Fracture Mechanics foundations underlying them are not apparent. The design models and simplifications assumed concerning the behaviour of structural details and constructional steels are presented in the framework of Fracture Mechanics.

1. INTRODUCCIÓN

El incremento constante de las prestaciones que se exigen a las estructuras metálicas, junto con la mejora y diversificación que los aceros para construirlas han experimentado en los últimos años, ha hecho necesaria una revisión profunda de los códigos técnicos que regulan este campo en España, especialmente para incorporar especificaciones de diseño que prevengan tipos de fallo como la fatiga y la rotura frágil, hasta ahora sólo tenidos en cuenta mediante recomendaciones cualitativas [1]. La reciente aparición de dos nuevos códigos [2, 3] prestando especial atención a la prevención de estos fallos pone de relieve el cambio de tendencia. En ambos casos las especificaciones se basan en los métodos de prevención del eurocódigo para el diseño de estructuras metálicas (Eurocódigo 3), recogidos en las partes 1-9 [4], 1-10 [5], y 1-12 [6].

Un eurocódigo estructural es una norma europea concebida para regular el diseño técnico en un ámbito relevante de la construcción, mediante especificaciones y directrices armonizadas. El programa de eurocódigos, promovido en 1975 y transferido al Comité Europeo de Normalización en 1989, abarca 10 eurocódigos. Las versiones definitivas han estado precedidas por versiones experimentales que quedan anuladas por la publicación de aquellas. El Eurocódigo 3 está dividido en 8 partes, la primera de las cuales está su vez subdividida en otras 12 partes. Cada una de estas divisiones y subdivisiones se publica como norma europea. A menudo, la publicación de las distintas partes va acompañada de la de informes más extensos con guías de aplicación y ejemplos muy desarrollados [7].

Este trabajo inscribe en el marco de la Mecánica de Fractura las especificaciones recientemente incorporadas a los códigos españoles para prevenir la rotura por fatiga y la rotura frágil. El apartado 2 está dedicado a la fatiga y el apartado 3 a la rotura frágil. El contenido de las especificaciones se describe en términos de Mecánica de Fractura, poniendo de manifiesto los principios de esta disciplina y las simplificaciones que las sustentan.

2. FATIGA

Formalmente, la prevención de roturas por fatiga en el Eurocódigo 3 y en los códigos españoles no se basa en la Mecánica de Fractura, sino en las curvas de Whöler [8] y en la regla de Palmgren-Miner [9], pero de hecho son los principios y las teorías de esta disciplina, con algunas simplificaciones los que subyacen en las especificaciones.

2.1 Resistencia a la fatiga de un detalle estructural

Las especificaciones tipifican un total de 96 detalles estructurales susceptibles al daño por fatiga y comunes en estructuras metálicas. Los 96 detalles están agrupados en 11 clases, y en una tabla dedicada a cada clase, cada detalle tiene asignado un valor numérico que se denomina categoría de detalle. Las tablas también indican la ubicación esperable de la fisuras de fatiga dentro del detalle. Las 11 clases de detalles son:

- Detalles sin uniones o con uniones mecánicas.
- Piezas armadas soldadas

- Empalmes soldados
- Cartelas y rigidizadores soldados
- Uniones soldadas transmisoras de fuerza
- Perfiles huecos (espesor de pared inferior a 12,5 mm)
- Uniones en nudos de vigas en celosía
- Tableros ortótropos con largueros cerrados
- Tableros ortótropos con largueros abiertos
- Uniones ala superior-alma de vigas carril
- Uniones soldadas transmisoras de carga con gradientes de tensión favorecedores de la fisuración de pié de cordón

Cada uno de los 96 detalles tipificados tiene su propia curva de Whöler, asignada a través de la categoría de detalle. La abscisa y la ordenada de una curva de Whöler son las combinaciones críticas de carrera de tensión S y de número $\tilde{N}$ de ciclos, de modo que el fallo por fatiga del detalle cuando sobre éste se aplican $\tilde{N}$ ciclos sucesivos de carga con carrera de tensión S. Las curvas de Whöler contenidas en las especificaciones forman las dos familias que pueden verse en las figuras 1 y 2, la primera para tensiones normales y la segunda para tensiones cortantes. En cada curva figura la categoría de detalle a que corresponde. Las tablas de detalles indican el tipo de tensión a considerar para cada uno de ellos.

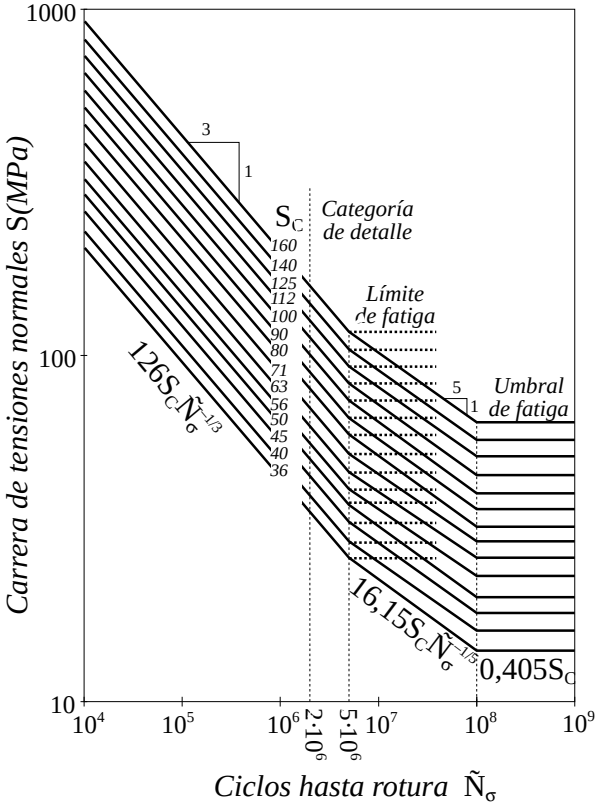


Fig.1.- Curvas de Whöler para tensiones normales especificadas en los códigos técnicos.

Las curvas de ambas familias son curvas paralelas formadas por tramos rectos cuando se representan en escala bilogarítmica. La categoría de detalle de cada curva es la ordenada correspondiente a dos millones de ciclos, y por tanto representa la carrera de tensiones S_C que produce la rotura por fatiga del detalle cuando se aplica dos millones de veces consecutivas. El número de tramos rectos que componen las curvas es de 3 para las tensiones normales y de 2 para las tensiones cortantes. En ambos casos las curvas son semirrectas horizontales a partir de 8 millones de ciclos, lo que equivale a admitir la existencia de un valor límite S_L para las carreras de tensión por debajo del cual no es posible la rotura por fatiga del detalle estructural. Este límite se denomina umbral de fatiga del detalle.

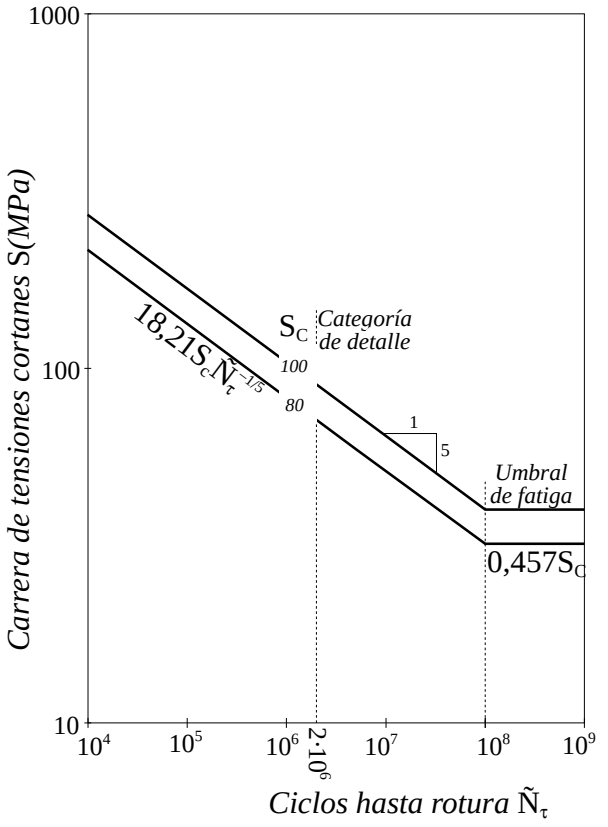


Fig.2.- Curvas de Whöler para tensiones cortantes especificadas en los códigos técnicos.

Los tramos rectos anteriores al umbral de fatiga tienen la misma pendiente de –1/5 y se extienden desde los 8 millones de ciclos hasta los 5 millones para las tensiones normales y hasta el eje de ordenadas para las tensiones cortantes. El resto de la curva para las tensiones normales es otro tramo recto de pendiente –1/3. La ordenada S_D del punto de intersección de este tramo con el de pendiente –1/5 se identifica convencionalmente con el límite de fatiga del detalle estructural, es decir, con la máxima carrera de tensiones de un ciclo de carga cuya aplicación repetida un número ilimitado de veces no produce la rotura por fatiga del detalle. Las ecuaciones de los distintos tramos de las curvas de Whöler aparecen en las figuras 1 y 2, formuladas en términos de la categoría de detalle S_C.

Los modelos de rotura basados en Mecánica de Fractura se caracterizan porque sus predicciones incorporan el efecto del tamaño. Las especificaciones de los códigos técnicos analizados también incorporan este efecto en la resistencia a fatiga de los detalles estructurales haciendo que la categoría de detalle dependa de alguna dimensión relevante. Así ocurre con el detalle de la figura 3, la sección transversal de unión de dos perfiles laminados empalmados mediante soldaduras con groeras. La categoría de detalle de estas uniones decrece con el espesor de ala t. Para espesores inferiores a $t_0 = 25$ mm, la categoría de detalle asignada en las tablas es de 90 MPa, pero para espesores mayores debe ser dividida por el factor $(t/t_0)^{1/5}$.

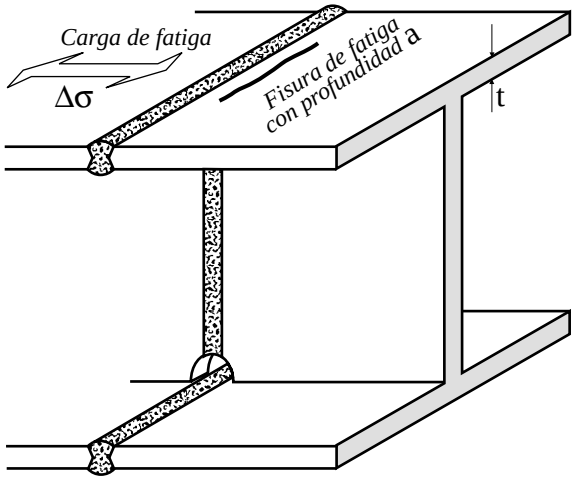


Fig.3.- Detalle estructural con categoría de detalle que incorpora el efecto del tamaño.

Las categorías de detalle de las especificaciones proceden de ensayos de fatiga realizados con probetas de gran tamaño [7], que incorporan todos los elementos de los detalles constructivos determinantes del comportamiento a fatiga. De ahí que los resultados de los ensayos tengan en cuenta los efectos debidos a defectos, errores de geometría, concentradores de tensión no previstos en diseño, tensiones residuales, y otras imperfecciones producidas durante la fabricación del material o la ejecución de la estructura. De hecho, en consonancia con el incremento que experimenta la resistencia a fatiga del detalle, la categoría de detalle asignada es mayor si el detalle se ejecuta empleando técnicas contrastadas que evitan o mitigan el efecto de las imperfecciones (por ejemplo, la nivelación de cordones de soldadura con amoladora).

Los aceros de construcción para los cuales son válidas las categorías de detalle especificadas son todos los aceros tipificados laminados en caliente con límite elástico entre 235 y 700 MPa [10] y todos los aceros inoxidables tipificados con límite elástico entre 218 y 480 MPa [11]. Las condiciones de servicio requeridas para la validez de las categorías de detalle son ambiente atmosférico normal, temperatura inferior a 150°C, mantenimiento regular del detalle, y protección contra la corrosión.

2.2. Criterio de rotura por fatiga

Las especificaciones de los códigos admiten que la rotura por fatiga de un detalle estructural se produce según la regla de Palmgrem-Miner, en virtud de la cual un detalle falla por fatiga bajo el N-ésimo ciclo de carga si

$$1=\sum_{i=1}^{N}\frac{1}{\tilde{N}(S_i)} \qquad (1)$$

siendo S_i la carrera de tensiones del i-ésimo ciclo y $\tilde{N}(S_i)$ el número de ciclos consecutivos de carrera S_i que provocan la rotura, según la curva de Whöler del detalle. Los ciclos de carga y las carreras de tensiones S_i son los debidos a un valor estimado de la envolvente superior que limita el conjunto de cargas de servicio esperadas en la vida de la estructura. La historia de tensiones nominales que las cargas producen en el detalle ha de ser determinada y transformada en un espectro de carreras de tensión mediante alguno de los métodos de conteo universalmente aceptados. Los efectos de las cargas dinámicas y de los concentradores de tensión sobre las tensiones del detalle han de tenerse en cuenta, a menos que estén incorporados en la categoría del detalle.

2.3. Fundamentos de Mecánica de Fractura

En Mecánica de Fractura la fisuración por fatiga de detalles estructurales se aborda mediante la ley de Paris [12]. Esta ley empírica establece que el crecimiento de una fisura en un ciclo de carga sólo depende de la variación ΔK experimentada por el factor de intensidad de tensiones durante el ciclo. Cuando los valores experimentales del crecimiento de la fisura por ciclo de carga da/dN se representan frente a los de ΔK en escala bilogarítmica, para la mayoría de los materiales metálicos estructurales se comprueba que los datos tienen a agruparse sobre una curva como indica la figura 4.

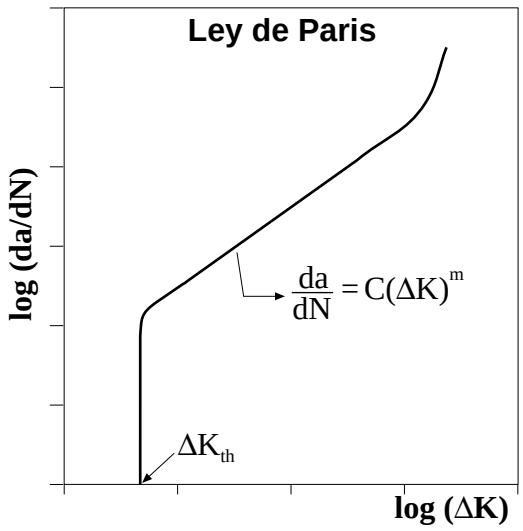


Fig.4.- Ley de Paris de crecimiento de grietas por fatiga.

Hasta no sobrepasar un valor umbral no hay crecimiento

de fisura, y una vez sobrepasado basta una función potencial para describir la curva sobre la que se agrupan los datos. Cuando la fisura se aproxima al tamaño que produce la fractura, éste proceso también contribuye a su crecimiento, y los datos se separan de la función potencial. Este tramo de la curva no es tenido en cuenta en las especificaciones de los códigos por exceder los márgenes de seguridad adoptados para las combinaciones de tensiones de fatiga y tamaños de fisura. Consecuentemente, la ley de Paris empleada en diseño queda determinada por tres constantes: el valor umbral ΔK_{th}, el exponente m y la constante C.

Las especificaciones de los códigos adoptan los valores $m = 3$ y $C = 5{,}69\cdot10^{-12}$ (m/ciclo)/(MPam$^{1/2}$)^3 para los aceros de construcción, de acuerdo con la correlación de Gurney [13] y con los resultados de un amplio programa de ensayos de fatiga realizado con detalles estructurales soldados y sin soldar [7].

La ley de Paris permite predecir la evolución del tamaño de una fisura de fatiga en un detalle conocida la secuencia de cargas. El factor de intensidad de tensiones K del detalle puede escribirse como

$$K=\sigma\sqrt{t}F(\alpha) \tag{2}$$

donde σ es una magnitud con dimensiones de tensión dependiente de la carga, t es una dimensión lineal relevante del detalle y α es el tamaño relativo del detalle o cociente a/t entre la dimensión a de la fisura que identifica su tamaño y la dimensión t (véase como ejemplo el detalle de la figura 3). La función $F(\alpha)$ está determinada por la configuración del detalle y la ubicación de la fisura.

En el N-ésimo ciclo de carga la carrera de la tensión σ es $S = S(N)$ y por tanto la fisura crece a un ritmo

$$\frac{da}{dN}=C[S\sqrt{t}F(\alpha)]^m H \tag{3}$$

donde H es la función escalón, con valor unidad si $\Delta K \geq \Delta K_{th}$, y con valor nulo en caso contrario. Teniendo en cuenta que $da = \alpha dt$, la ecuación (3) puede reordenarse para separar las variables α y N,

$$\frac{d\alpha}{[F(\alpha)]^m}=Ct^{(m/2-1)}S(N)^m H dN \tag{4}$$

y obtener el número de ciclos de carga N_R que agotan la vida del detalle a partir de los valores inicial y crítico, α_0 y α_c, del tamaño relativo de fisura,

$$\int_{\alpha_0}^{\alpha_c}[F(\alpha)]^{-m}d\alpha=Ct^{(m/2-1)}\int_0^{N_R}[S(N)]^m H dN \tag{5}$$

Para resolver rigurosamente esta ecuación es necesario realizar una integración ciclo a ciclo comparando en cada uno ΔK y ΔK_{th}, y determinar así el valor de la función H. Ahora bien, esto requeriría conocer exactamente la función $S(N)$ y calcular específicamente la integral (5) en cada caso. Puede obtenerse un resultado más general si se admite como hipótesis que H es función de S, con la justificación de que los ciclos de carga con carrera de tensiones por debajo de un límite inferior S_L nunca contribuyen al crecimiento de la fisura, y los ciclos de carga por encima de un límite superior S_D siempre contribuyen. Las carreras de tensión S_L y S_D son las que producen variaciones del factor de intensidad de tensiones iguales al valor umbral ΔK_{th}, respectivamente para los valores máximo y mínimo de la función $F(\alpha)$ en el intervalo $\alpha_0 \leq \alpha \leq \alpha_c$. Si la función $F(\alpha)$ es creciente sus valores máximo y mínimo se producen en los del intervalo, luego

$$\Delta K_{th} = S_D\sqrt{t}\,\underset{\alpha}{\text{Max}}\{F(\alpha)\} = S_D\sqrt{W}F(\alpha_c)$$

$$\Rightarrow \qquad S_D=\frac{\Delta K_{th}}{\sqrt{t}F(\alpha_c)} \tag{6}$$

$$\Delta K_{th} = S_L\sqrt{t}\,\underset{\alpha}{\text{Min}}\{F(\alpha)\} = S_L\sqrt{W}F(\alpha_0)$$

$$\Rightarrow \qquad S_L=\frac{\Delta K_{th}}{\sqrt{t}F(\alpha_0)} \tag{7}$$

Las carreras de tensión S_L y S_D son el umbral de fatiga y el límite de fatiga de la sección 2.1, en la medida que los tamaños de fisura inicial y crítico y el valor umbral ΔK_{th} sean constantes del detalle estructural. Los códigos estructurales postulan la configuración, la ubicación, el tamaño inicial y el tamaño crítico de las fisuras de fatiga en función del detalle, pero ΔK_{th} depende del cociente R entre los valores extremos de la tensión σ durante el ciclo de carga. Sólo es posible tener rigurosamente en cuenta esta dependencia mediante el conocimiento exacto de la historia de tensiones del detalle y la integración ciclo a ciclo de la ecuación (5), pero de nuevo se tiene un resultado conservador más general adoptando el valor umbral más bajo como umbral único. Las carreras de tensión S_L y S_D deducidas de las figuras 1 y 2 son funciones de la categoría del detalle S_C de valor

$$S_L = 0.405S_C \qquad S_D = 0.737S_C \tag{8}$$

para tensiones normales y

$$S_L = S_D = 0.457S_C \tag{9}$$

para tensiones cortantes. Consecuentemente, la función H tiene valor unidad para carreras de tensiones superiores a S_D y valor nulo para carreras de tensiones inferiores a S_L. Estos datos sugieren aplicar algún tipo de función de interpolación en el intervalo $S_L \leq S \leq S_D$; con ello, para S constante (ciclos de carga de carrera de tensión S aplicados repetidamente), la ecuación (5) se transforma en

$$S^m H(S)\tilde{N}=\frac{1}{Ct^{(m/2-1)}}\int_{\alpha_0}^{\alpha_c}[F(\alpha)]^{-m}d\alpha \tag{10}$$

toda vez que según las curvas de Whöler de las figuras 1 y 2, el número N_R de ciclos de amplitud constante que agotan la vida a fatiga del detalle es $\tilde{N}$. El segundo miem-

bro de esta ecuación depende únicamente de la configuración del detalle, luego la ecuación predice dichas curvas con $m = 3$ para las tensiones normales y $m = 3$ para las tensiones cortantes, siempre que se empleen las funciones interpoladas $H(S)$ de la figura 5.

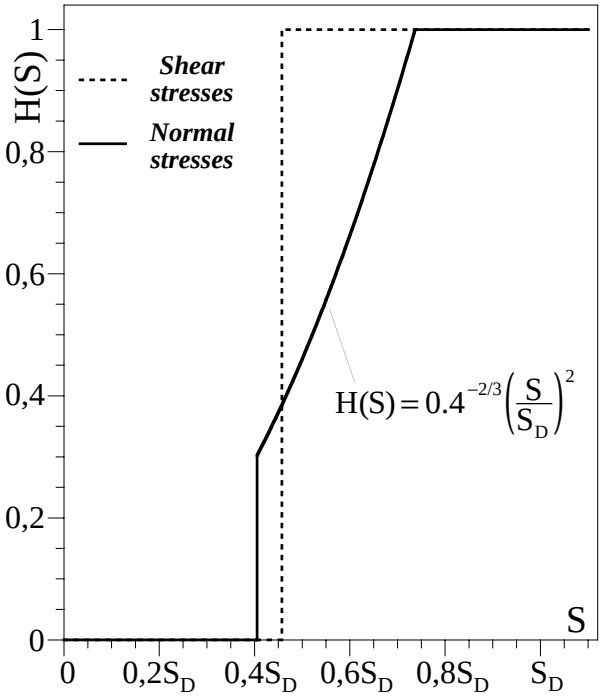


Fig.5.- Interpolaciones de la función escalón en las especificaciones de los códigos.

El valor del segundo miembro de la ecuación (10) se obtiene particularizándola para la categoría del detalle S_C

$$\frac{1}{Ct^{(m/2-1)}}\int_{\alpha_0}^{\alpha_c}[F(\alpha)]^{-m}d\alpha = S_C^m \cdot 1 \cdot (2\cdot 10^6) \qquad (11)$$

de modo que la ecuación (5) puede reescribirse como

$$\int_0^{N_R}[S(N)]^m H(S)dN = S_C^m 2\cdot 10^6 \qquad (12)$$

Finalmente se llega a la regla de Palgrem-Miner sustituyendo el valor de S deducido de la ecuación (11) en la integral de la ecuación (12):

$$S_C^m 2\cdot 10^6 = \int_0^{N_R}\frac{S_C^m 2\cdot 10^6}{\tilde{N}(N)}dN \Rightarrow 1 = \int_0^{N_R}\frac{dN}{\tilde{N}(N)} \qquad (13)$$

A consecuencia de las simplificaciones introducidas, la vida a fatiga de un detalle estructural depende de la magnitud y del número de veces que se repite cada carrera de tensión, pero no del orden en que se suceden. La ley de Paris no predice el retardo en el crecimiento de fisura que originan los ciclos con sobrecarga y este efecto es ignorado por las especificaciones de los códigos. En cambio, sí contemplan el efecto del tamaño en la resistencia a la fatiga de los detalles, a través de la categoría de detalle. El siguiente resultado se deduce de la ecuación (11)

$$S_C = \frac{\sqrt[m]{2\cdot 10^6}}{C^{1/m}t^{(1/2-1/m)}}\sqrt[m]{\int_{\alpha_0}^{\alpha_c}[F(\alpha)]^{-m}d\alpha} \qquad (14)$$

y pone de manifiesto que la categoría de detalle no sólo depende del material y la configuración del detalle, sino también de su tamaño. El tamaño del detalle influye directamente sobre S_C a través de la dimensión t, e indirectamente a través de los valores relativo α_0 y α_c del tamaño inicial y del tamaño crítico. La función $F(\alpha)$ y la constante C están respectivamente determinadas por la configuración y por el material, mientras los postulados de las especificaciones acerca de α_0 hacen de este valor una función del tamaño. Por su parte α_c está determinado por el criterio de fractura, y debe reflejar un efecto del tamaño tanto más acusado cuanto más frágilmente se comporte el material.

3. ROTURA FRÁGIL

Las especificaciones de los códigos españoles y del eurocódigo 3 para prevenir la rotura frágil se basa en limitar los espesores de acero a emplear en los detalles estructurales. La limitación se formula por medio de una tabla que indica el espesor máximo de acero en función de sus propiedades mecánicas, el nivel de tensiones relativo al límite elástico y la mínima temperatura de servicio. Los efectos fragilizadores de la velocidad de carga y del endurecimiento del acero por conformado en frío se incorporan a la limitación de espesor modificando la temperatura mínima de servicio.

Las especificaciones abarcan todos los aceros de construcción tipificados que se fabrican por laminación en caliente [10]. Las combinaciones posibles de tipos y grados son 26, con resistencias y tenacidades determinadas por valores del límite elástico desde 235 a 700 MPa y de la temperatura de transición Charpy T_{27J} desde –60°C a 20°C.

3.1. Tenacidad de fractura

La tenacidad de fractura de los aceros de construcción supuesta en las especificaciones de los códigos es la mediana de los aceros ferríticos en el régimen de transición [15, 16]:

$$K_c = \left[1+\left(\frac{1}{2}+\frac{7}{2}e^{c(T-T_0)}\right)\sqrt[4]{\frac{t_0}{t}}\right]K_m \qquad (15)$$

donde T es la temperatura, t el espesor, $t_0 = 25\,mm$, $c = 0{,}019\ (°C)^{-1}$, $K_m = 20\,MPam^{1/2}$, y T_0 es una temperatura propia de cada acero, llamada temperatura de referencia y a la cual la tenacidad del acero es de 100 $MPam^{1/2}$ para un espesor de 25 mm. Esta tenacidad de fractura depende de la temperatura y del espesor según un patrón universal que de un acero a otro sólo difiere en la temperatura de referencia.

La temperatura de servicio T a adoptar en diseño es la mínima temperatura atmosférica del lugar de emplaza-

miento del detalle con un periodo de retorno dado, reducida en las pérdidas que la estructura pueda experimente por radiación térmica. La temperatura de referencia T_0 se obtiene de la temperatura de transición Charpy T_{27J} mediante la correlación de Marandet-Sanz [17]:

$$T_0 = T_{27J} - 18°C \tag{16}$$

El efecto de las altas velocidades de carga y del conformado en frío sobre la tenacidad se incorpora elevando T_0. El incremento $\Delta T_{\dot\varepsilon}$ debido a la velocidad de carga depende de la velocidad de deformación $\dot\varepsilon$, del espesor t y del límite elástico tipificado R_{eH},

$$\Delta T_{\dot\varepsilon} = (C_1 - C_2 R_{eH} + C_3 t)\left(\ln\frac{\dot\varepsilon}{\dot\varepsilon_0}\right)^{1.5} \tag{17}$$

donde

$$C_1 = \frac{1440}{550}\,°C \qquad C_2 = \frac{1}{550}\frac{°C}{MPa}$$

$$C_3 = \frac{1}{2200}\frac{°C}{mm} \qquad \dot\varepsilon_0 = 4\cdot10^{-4}\frac{1}{s}$$

El incremento ΔT_{cf} debido al conformado en frío sólo depende de la deformación ε_{cf} requerida por el proceso de conformado:

$$\Delta T_{cf} = \varepsilon_{cf} \times 300°C \tag{18}$$

Incorporando en la ecuación (15) las correcciones introducidas a T_0, resulta

$$K_c = \left[1 + \frac{1 + 7e^{c(T - \Delta T_r - T_{27} + 18°C - \Delta T_{\dot\varepsilon} - \Delta T_{cf})}}{2}\sqrt[4]{\frac{t_0}{t}}\right]K_m \tag{19}$$

3.2. Criterio de fractura

El criterio de fractura admitido por las especificaciones consiste en limitar tanto la carga del detalle, como el factor de intensidad de tensiones corregido por la plastificación local del frente de fisura. El límite del factor de intensidad de tensiones corregido kK es la tenacidad de fractura K_C y el de la carga σ es la carga σ_Y que agotaría plásticamente el detalle fisurado si el comportamiento del acero con que está ejecutado fuese idealmente plástico por encima del límite elástico. La corrección por plastificación local del frente de fisura [18] consiste en multiplicar el factor de intensidad de tensiones por un factor de corrección k que depende del cociente σ/σ_Y entre la carga aplicada y la carga de agotamiento plástico, así como de las tensiones residuales locales generadas por las soldaduras, cuyo efecto se engloba en una magnitud adimensional ρ que determinan unívocamente:

$$k = \frac{\sqrt{1 + \frac{1}{2}\left(\frac{\sigma}{\sigma_Y}\right)^2}}{1 - \rho\sqrt{1 + \frac{1}{2}\left(\frac{\sigma}{\sigma_Y}\right)^2}} \tag{20}$$

Así pues, para el factor de intensidad de tensiones genérico dado por la ecuación (2), el criterio de fractura de las especificaciones adopta la forma

$$\sigma \le \sigma_Y$$

$$kK = k\sigma\sqrt{t}F(\alpha) \le \left[1 + \left(\frac{1}{2} + \frac{7}{2}e^{c(T - \Delta T_r - T_{27} + 18°C - \Delta T_{\dot\varepsilon} - \Delta T_{cf})}\right)\sqrt[4]{\frac{t_0}{t}}\right]K_m \tag{21}$$

3.3. Espesores límite

La tabla de limitación de espesores de las especificaciones para prevenir la rotura frágil resultan de particularizar la ecuación (21) para los siguientes datos:

- Aceros de construcción laminados en caliente de los tipos S235 a S700
- Detalles estructurales sin conformación en frío
- Velocidades de deformación de hasta $4\cdot10^{-4}\ s^{-1}$, que sólo excluyen cargas de impacto
- Tres niveles de carga expresados en términos de la tensión σ como fracciones del límite elástico nominal R_{eH} (el 25, el 50 y el 75%), con la posibilidad de interpolar linealmente para niveles intermedios
- Todos los detalles estructurales incluidos en las especificaciones de fatiga
- Tensiones residuales de soldadura, autoequilibradas o debidas a restricciones remotas de movimientos
- Ubicaciones y configuraciones de fisuras postuladas en las especificaciones de fatiga
- Tamaños de fisura resultantes de los tamaños iniciales postulados en las especificaciones de fatiga y del crecimiento posterior por fatiga hasta el valor 1/4 de la integral ecuación (14)

Los iniciadores de las fisuras de fatiga postulados son defectos semielípticos de superficie con el eje sobre una superficie plana del detalle y el semieje paralelo al espesor. La longitud $2c_0$ del eje es el valor inicial del ancho $2c$ de fisura, y la longitud a_0 del semieje es el valor inicial de la profundidad a de fisura. El detalle de la figura 6 es un ejemplo representativo.

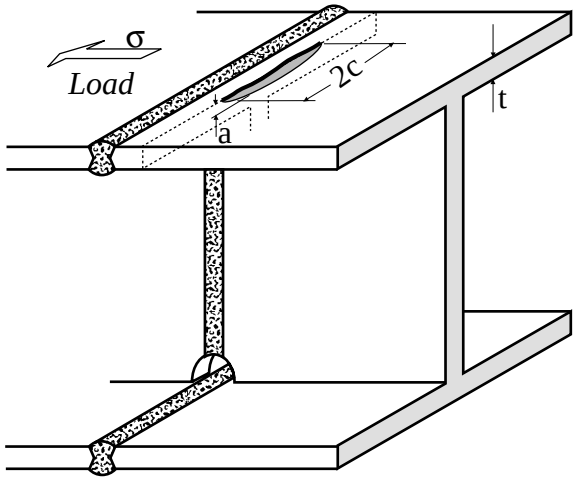


Fig.6.- Fisura inicial de diseño de un detalle estructural.

Las especificaciones postulan que los dos valores iniciales a_0 y $2c_0$ son fracciones del espesor de la chapa que contienen los defectos:

$$2c_0 = 5a_0 \;\; ó \;\; 2c_0 = \frac{40}{3}a_0$$
$$a_0 = \begin{cases} \frac{t_0}{2}\ln\left(1+\frac{t}{t_0}\right) & para\ t < 15t_0 \\ \frac{t_0}{2}\ln\frac{t}{t_0} & para\ t \geq 15t_0 \end{cases} \qquad (22)$$

donde $t_0 = 1$ mm. El valor 0,40 del factor de forma a_0/c_0 corresponde a los detalles sin soldaduras o con implantes longitudinales, y el valor 0,15 a los detalles con implantes transversales. El crecimiento debido a la fatiga que transforma los defectos iniciales en fisuras críticas de diseño determina los valores críticos absoluto a_d y relativo $\alpha_d = a_d/t$ de la profundidad fisura. La siguiente cadena de igualdades deducida de las ecuaciones (13), (11) y (5) permite hallar α_d para una configuración de detalle dada en función del tamaño de detalle representado por la dimensión t.

$$\frac{1}{4} = \int_0^N \frac{dN}{\tilde{N}(N)} = \frac{1}{S_C^m 2\cdot 10^6}\int_0^N S^m H(S)dN$$
$$= \frac{1}{S_C^m 2\cdot 10^6 Ct^{(m/2-1)}}\int_{\alpha_0}^{\alpha_d}[F(\alpha)]^{-m}d\alpha \qquad (23)$$

La función $F(\alpha)$ empleada con los detalles tipificados parte de la solución de Raju-Newman [19] para una placa de dimensiones finitas fisurada y traccionada, a la que se añade un factor multiplicativo [20, 21] para incluir el efecto del resto del detalle en el factor de intensidad de tensiones. Esta función no depende únicamente de la profundidad relativa $\alpha = a/t$ de la fisura, sino también de la anchura relativa, y por tanto, para obtener a_d de la ecuación (23) es necesario conocer la evolución del cociente $\gamma = c/t$ con α durante el proceso de fatiga. La ley de Paris aplicada al punto más profundo del frente de la fisura y a la intersección con la superficie del detalle permite resolver el problema. De acuerdo con la solución de Raju-Newman, el cociente K_α/K_γ entre los valores del factor de intensidad de tensiones en ambos puntos, así como el de sus variaciones en un ciclo de carga, es

$$\frac{K_\alpha}{K_\gamma} = \frac{\Delta K_\alpha}{\Delta K_\gamma} = (1{,}1 + 0{,}35\alpha^2)\sqrt{\frac{\alpha}{\gamma}} \qquad (24)$$

La aplicación de la ley de Paris en los términos indicados conduce a

$$\frac{d\alpha}{d\gamma} = \frac{da/dN}{dc/dn} = \frac{C(\Delta K_\alpha)^m H(S)}{C(\Delta K_\beta)^m H(S)}$$
$$= (1{,}1 + 0{,}35\alpha^2)^m \left(\frac{\alpha}{\gamma}\right)^{m/2} \qquad (25)$$

Separando variables e integrando resulta

$$\gamma = \left[\gamma_0^{\frac{m+2}{2}} + \frac{2}{m+2}\int_{\alpha_0}^{\alpha}(1{,}1 + 0{,}35\alpha^2)^m d\alpha\right]^{\frac{2}{m+2}} \qquad (26)$$

La figura 7 muestra algunas soluciones de la ecuación (26) para $m = 3$ y para los valores 0,40 y 0,15 del factor de forma a/c postulados en los defectos iniciales. Nótese que suponer un factor de forma constante a lo largo del proceso de fatiga es una simplificación del lado de la seguridad.

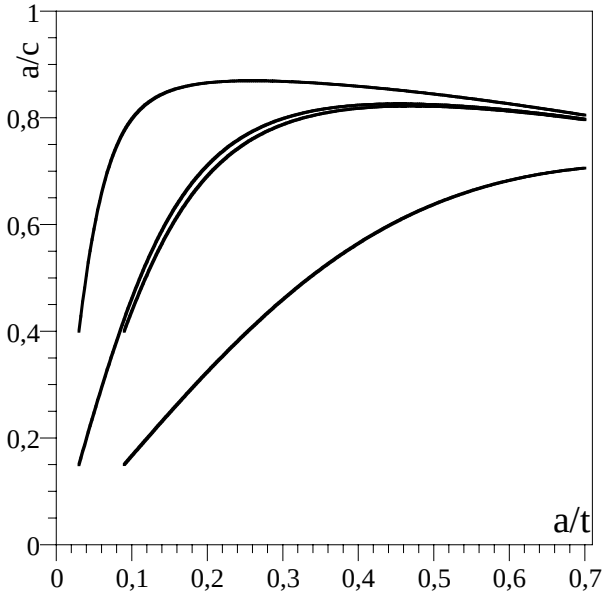


Fig.7.- Crecimiento por fatiga de las fisuras de diseño entre la configuración inicial y la crítica.

El tamaño crítico α_d de la fisura de diseño de un detalle queda determinado por las ecuaciones (26) y (23) en función de la configuración del detalle, que determina a su vez la función $F(\alpha)$, el espesor t y la categoría de detalle. Cuando el valor α_d obtenido se particulariza en el criterio de fractura de la ecuación (21) resulta una relación entre el nivel de carga (dado por la tensión σ), la temperatura T y el espesor t. Esta relación es especifica para cada acero, configuración de detalle, velocidad de deformación y grado de conformado en frío. La tabla de limitación de espesores de las especificaciones está construida con estas relaciones [7] calculando para un gran número de detalles la función $F(\alpha_d)$ de la ecuación (2) con la solución de Raju-Newman adaptada al detalle. Los resultados verifican

$$\frac{K}{\sigma\sqrt{t}} \leq 0{,}060\sqrt{\frac{t}{t_0}} + 0{,}568 + 1{,}727\sqrt{\frac{t_0}{t}} \qquad (27)$$

con $t_0 = 1$ mm para espesores de hasta 250 mm. El cálculo del factor de intensidad de tensiones adimensional $K/(\sigma t^{1/2})$ para los mismos detalles empleando el método de los elementos de superficie confirman que la ecuación (27) es una envolvente del lado de seguridad [7].

Las tablas de limitación de espesor de las especificaciones han sido elaboradas según las pautas anteriores para tres niveles de carga y para 50 aceros de construcción laminados en caliente, de resistencias y tenacidades baja, media y alta. Los tres niveles de carga vienen dados por tres valores de la tensión σ obtenidos sumando 100

MPa al 25, al 50 y al 75 % del límite elástico nominal R_{eH}. El sumando fijo de 100 MPa tiene en cuenta las tensiones que las cargas generan indirectamente a través de restricciones de movimiento, y la fracción del límite elástico las que generan directamente las cargas frecuentes.

Las tablas proporcionan el espesor límite en función de la temperatura $T - \Delta T_r - \Delta T_{\dot{\varepsilon}} - \Delta T_{cf}$ de las ecuaciones (19) y (21), para cada uno de los 50 aceros y de los tres niveles de carga. La figura 8 muestra las curvas Espesor límite – Temperatura para los tres niveles de carga y para seis aceros con límites elásticos bajo, medio y alto (275, 460 y 690 MPa) y tenacidades máxima y mínima conforme a la temperatura de transición Charpy.

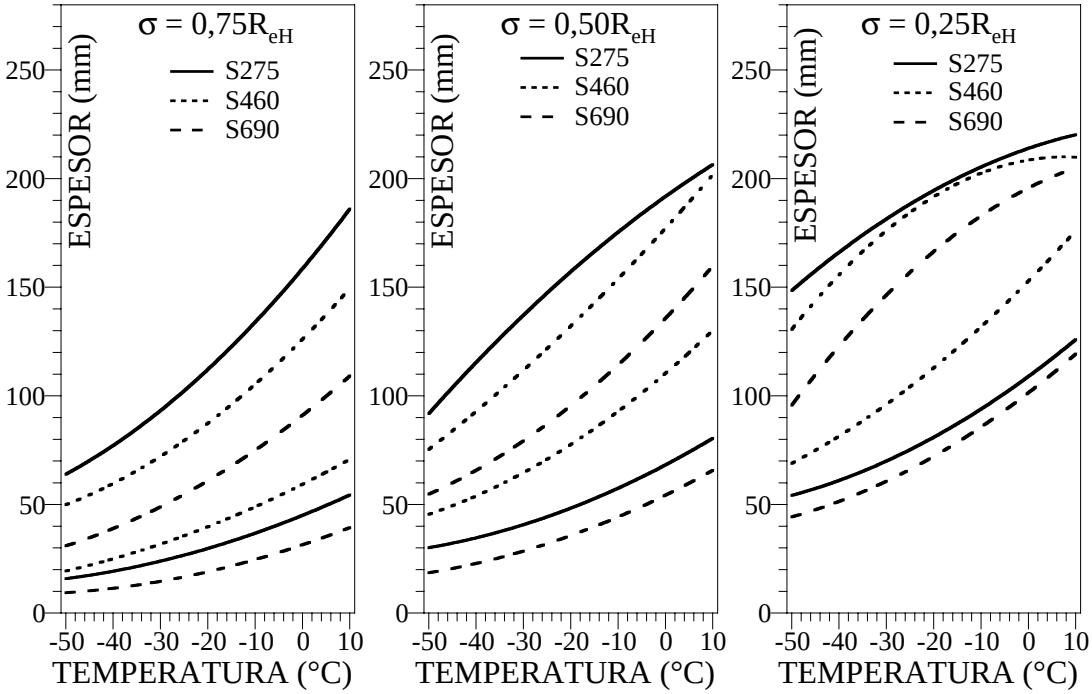


Fig.8.- Espesores límite de acero en función de la temperatura.

4. CONCLUSIONES

Siguiendo las pautas marcadas por el Eurocódigo 3, los nuevos códigos técnicos españoles de estructuras metálicas incorporan especificaciones de diseño para prevenir la fatiga y la rotura frágil. El procedimiento operativo para aplicar estas especificaciones es propio de la práctica habitual en ingeniería estructural, y está en consonancia con lo que un código técnico de tan amplio alcance debe aportar. Para cumplir este objetivo era necesario salvar una importante laguna que los equipos redactores del Eurocódigo 3 han sabido rellenar con imaginación y esfuerzo investigador, haciendo compatibles los métodos de la Mecánica de Fractura con el diseño en Ingeniería Civil. Esto ha requerido anteponer operatividad a transparencia, y por ello la única objeción significativa que cabe hacer son las dificultades en la utilización no estándar de las tablas de limitación de espesores, debido a la presencia muy enmascarada de la Mecánica de Fractura en las especificaciones.

AGRADECIMIENTOS

El autor desea agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación recibida (proyecto BIA 2008-060 75/CON). El presente trabajo se ha realizado dentro del marco de los proyectos DUMEINPA, financiado por la Comunidad de Madrid, y SEDUREC, integrado en el programa nacional de investigación CONSOLIDER-INGENIO 2010.

REFERENCIAS

[1] R.D. 1829/1995 “Norma Básica de la Edificación NBE-EA/95: Estructuras de acero en la edificación” Ministerio de Obras Públicas, Transportes y Medio Ambiente, Madrid, 1995.

[2] EAE "Nueva Instrucción de Acero Estructural" Ministerio de Fomento, Madrid, 2004

[3] CTE "Código Técnico de la Edificación" Ministerio de la Vivienda, Madrid, 2006.

[4] EN1993-1-9 "Fatiga", Comité Europeo de Normalización, Bruselas, 2005.

[5] EN1993-1-10 "Tenacidad de fractura y resistencia transversal" Comité Europeo de Normalización, Bruselas, 2005.

[6] EN1993-1-12 "Especificaciones adicionales para extender la norma EN1993 hasta los tipos de acero S700" Comité Europeo de Normalización, Bruselas,

2007.

[7] Sedlacek, G., Feldmann, M., Kühn, B., Tschickardt, D., Höhler, S., Müller, C., Hensen, W., Stranghöner, N., Dahl, W., Langenberg, P., Münstermann, S., Brozetti, J., Raoul, J., Pope, R. y Bijlaard, F., EUR-23510 EN "Commentary and worked examples to EN 1993-1-10 and other toughnes oriented rules in EN 1993", M. Gérardin, A. Pinto and S. Dimova, ed., European Commission, Luxembourg, 2008.

[8] Wöhler, A. "Tests to determine the forces acting on railway carriage axles and the capacity of resistance of the axles", Engineering, **11**, 1871, p. 222, 243-244, 261, 299-300, 326-327, 349-350, 397, 439-441.

[9] Miner, M. A., "Cumulative damage in fatigue", Journal of Applied Mechanics, **12**(3), 1945, p. A159-A169.

[10] EN10025 "Productos laminados en caliente de aceros para estructuras" Comité Europeo de Normalización, Bruselas, 2004.

[11] EN10088 "Aceros inoxidables" Comité Europeo de Normalización, Bruselas, 2005.

[12] Paris, P. C.y Erdogan, F. A. "A critical analysis of crack propagation laws" Journal of Basic Engineering, ASME Series D, **85** p. 528-534, 1963.

[13] Guerney, T.R., Fatigue of Welded Structures, Cambridge University press, Cambridge 2nd ed. 1978.

[14] Kumar R. "Investigation of yield strength and single cycle overload on crack closure" International Journal of Pressure Vessel & Piping, **51** p. 329-348, 1992.

[15] ASTM Standard E1921 "Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0, for Ferritic Steels in the Transition Range, ASTM, 1997.

[16] Wallin, K. A Simple Theoretical Charpy V–K_{Ic}. Correlation for Irradiation Embrittlement, PVP 170. In: Innovative Approaches to Irradiation Damage and Fracture Analysis, ASME, 1989. p. 93-100.

[17] Marandet, B. and G., Sanz, Étude par la mécanique de la rupture de la ténacité d'aciers à resistance moyenne fournis en forte épaisseur, Revue de Métallurgie, p 359-383, April 1976.

[18] Harrison, R.P., K. Loosemore and I. Milne, Assessment of the integrity of structures containing defects, CEGB-Report R/H/R6, Revision 3, 1986.

[19] Newman, J.C. and Raju, I.S., "An empirical stress intensity equation for the surface crack", Engineering Fracture Mechanics **15**, 1981, S. 185-192.

[20] Hobbacher, A. "Stress intensity factors of welded joints", Engineering Fracture Mechanics, **46**, p. 173-182, 1993.

[21] Hobbacher, A. "Stress intensity factors of plates under tensile load with welded-on flat side gussets", Engineering Fracture Mechanics, **49** p. 897-905, 1994.

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

EVOLUCIÓN CON LA EDAD DE LA RESISTENCIA DE LA AORTA TORÁCICA DESCENDENTE HUMANA

L. Yiqun[1], J.M. Atienza[1], F.J. Rojo[1], C. García[1], E. Claes[1], C. García-Montero[2], R.L. Burgos[2], G.V. Guinea[1]

[1] Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid
c/ Prof. Aranguren s/n, 28040, Madrid, España.
E-mail: fjrojo@mater.upm.es

[2] Servicio de Cirugía Cardiaca del Hospital Universitario Puerta de Hierro-Majadahonda,
c/ Manuel de Falla, 1. 28222 - Majadahonda, España.

RESUMEN

En los últimos años se está realizando un importante esfuerzo para entender el comportamiento mecánico de la pared arterial y cómo éste se ve afectado por las diferentes patologías vasculares. Para ser capaces de interpretar correctamente esos resultados es imprescindible entender la influencia de otros factores no patológicos, como la edad, el sexo o la altura de los individuos. Por ejemplo, resulta clave poder separar las consecuencias propias del envejecimiento del efecto provocado por el desarrollo de las diferentes enfermedades, ya que ambos están muy relacionados con la respuesta mecánica de los tejidos blandos. En este estudio se ha evaluado el comportamiento mecánico hasta rotura de la aorta torácica descendente de 29 pacientes sanos cuyas edades varían desde los 17 a los 60 años. Se han realizado ensayos de tracción tanto en dirección longitudinal como circunferencial para caracterizar el comportamiento anisótropo de la pared arterial. Los resultados muestran que la influencia de la edad en las propiedades mecánicas de la pared arterial es significativa.

ABSTRACT

In the last years an important effort is being carried out to understand the mechanical behaviour of the arterial wall and how it is affected by the different vascular pathologies. However, to be able to interpret those results correctly, it is essential to understand the influence of other non-pathological factors, like age, sex or stature of the individuals. For instance, it is important to be able to separate the consequences of aging from the effect of different diseases, since both are very related to the mechanical response of soft tissues. In this study the mechanical behaviour has been evaluated until breakage of the descendent thoracic aorta of 29 healthy patients whose ages vary from 17 to 60 years. Tensile tests have been carried out in longitudinal and circumferential directions to characterize the anisotropic behaviour of the arterial wall. The results show that the influence of the age in the mechanical properties of the arterial wall is significant.

PALABRAS CLAVE: Ensayos de Tracción, Aorta Humana, Envejecimiento.

1. INTRODUCCIÓN

El deterioro de las propiedades mecánicas de la aorta afecta a la función cardiaca y está relacionado con las enfermedades cardiovasculares. El aneurisma de aorta, por ejemplo, es una enfermedad cardiovascular caracterizada por la dilatación de la pared arterial con la posibilidad de rotura que, en caso de ocurrir, presenta un riesgo importante de provocar la muerte del paciente.

Los aneurismas de aorta suponen una carga significativa para el sistema de salud en muchos de los países desarrollados, ya que son la décimo séptima causa de muerte en el mundo. Aunque algunos de los pacientes presentan síntomas vagos de la enfermedad, como dolores de espalda o en el abdomen, la mayoría de los casos son asintomáticos hasta la rotura. La cirugía para eliminar el aneurisma es una opción, pero es una operación de alto riesgo con un 5 % de mortalidad. La indicación para el tratamiento quirúrgico se deduce del riesgo estimado de ruptura, del riesgo de la operación quirúrgica y de la esperanza de vida estimada para el paciente. En cuanto al riesgo de rotura, el tamaño del aneurisma es universalmente reconocido como factor fundamental en la rotura y hay un consenso general en que pacientes con un mayor tamaño de aneurisma deben ser operados.

Estadísticamente se ha observado que el riesgo de ruptura excede al propio de la operación cuando el diámetro de la aorta supera los 5.5 cm. De todas formas, este criterio falla para identificar pequeños aneurismas que rompen y otros grandes aneurismas que aún así están lejos de la rotura. Se admite que el tamaño del aneurisma no es probablemente el único determinante del riesgo de rotura. Hay una necesidad de mejorar el criterio de diagnóstico para ayudar a las decisiones clínicas.

Por eso, en los últimos años se está realizando un importante esfuerzo para entender el comportamiento mecánico de la pared aórtica y cómo éste se ve afectado por las diferentes patologías vasculares. Se han realizado estudios que permiten obtener datos sobre el comportamiento mecánico in vivo de la aorta dilatada. Se están utilizando nuevas herramientas numéricas que permiten obtener la distribución de tensiones en la pared arterial, reproduciendo incluso la forma específica de cada aneurisma. Sin embargo, siguen faltando datos experimentales sobre la resistencia del material.

Algunos estudios han mostrado que detrás del aneurisma hay un deterioro mecánico muy fuerte [1]. No obstante, para ser capaces de interpretar correctamente esos resultados, es imprescindible entender la influencia de otros factores no patológicos, como la edad, el sexo o la altura de los individuos. Por ejemplo, resulta clave poder separar las consecuencias propias del envejecimiento del efecto provocado por el desarrollo de las diferentes enfermedades, ya que ambos están muy relacionados con la respuesta mecánica de los tejidos blandos.

En este estudio se ha evaluado el comportamiento mecánico hasta rotura de la aorta torácica descendente de 29 pacientes sanos cuyas edades varían desde los 17 a los 60 años. Se han realizado ensayos de tracción tanto en dirección longitudinal como circunferencial para caracterizar el comportamiento anisótropo de la pared arterial. Los resultados muestran que la influencia de la edad en las propiedades mecánicas de rotura (tensiones y deformaciones máximas) es muy significativa y es imprescindible tenerla en cuenta a la hora de evaluar el riesgo estimado de rotura. Otros factores como el sexo o el tamaño del individuo no parecen determinantes.

2. MATERIAL

El material empleado en los ensayos realizados en este trabajo han sido segmentos de aorta torácica descendente humana obtenidos con la colaboración del Servicio de Cirugía Cardiaca del Hospital Puerta de Hierro de Madrid. En todos los casos las muestras se extrajeron de acuerdo con los protocolos establecidos por el Comité de Ética de dicho hospital.

Las muestras de tejido arterial se han obtenido de personas que han sufrido algún accidente o han muerto por causas que no tienen relación con aspectos cardiovasculares. En concreto, los segmentos estudiados se obtuvieron de cadáveres de donantes para trasplante cardiaco y pulmonar.

Todos los tejidos estudiados son sanos, si bien se han dividido en dos grupos: en un primer grupo A se han considerado vasos que no tienen antecedentes de factores de riesgo arterial, es decir, donantes que no presentan altos índices de colesterol, no son fumadores, sin antecedentes de diabetes y no tienen patologías arteriales y en el grupo B se recogen los pacientes con factores de riesgo. A su vez, el grupo A se ha subdividido en dos para estudiar la influencia del sexo: A1 (mujeres) y A2 (hombres).

En las tablas 1, 2 y 3 se muestran los datos de los donantes. Erbel y Eggebrecht [2] definen dos parámetros para diferenciar el tamaño normal de la aorta: la edad y el área de la superficie corporal o BSA. Éste último parámetro se estima con la talla y el peso de la persona. Estos parámetros se muestran también en las tablas.

Tabla 1. Datos de los vasos del grupo A1: mujeres sanas, sin factores de riesgo

Paciente	Sexo	Edad	BSA
PH120	M	17	1.77
PH33	M	20	1.52
PH31	M	21	1.90
PH118	M	24	1.80
PH100	M	25	1.76
PH21	M	32	1.68
PH36	M	34	1.53
PH129	M	34	1.95
PH54	M	46	1.85
PH108	M	51	1.43

Tabla 2. Datos de los vasos del grupo A2: hombres sanos, sin factores de riesgo

Paciente	Sexo	Edad	BSA
PH102	V	21	
PH61	V	25	1.85
PH97	V	26	1.95
PH105	V	30	1.73
PH111	V	32	1.99
PH43B	V	35	1.82
PH73	V	49	1.90
PH14	V	57	1.69

Tabla 3. Datos de los vasos del grupo B: hombres y mujeres con factores de riesgo

Paciente	Sexo	Edad	BSA	F. Riesgo
PH122B	V	36	1.82	Fumador
PH125B	M	46	1.68	Diabético
PH107	M	46	1.66	Hipertenso
PH99	M	46	1.56	Bebedor
PH131	V	47	2.08	Hipertenso
PH115	V	49	1.71	Fumador
PH93	M	52	1.80	Fumador
PH13	V	53	1.81	Fumador
PH95	V	55	2.15	Diabético
PH09	M	60	1.68	Fumador

3. TRABAJO EXPERIMENTAL

3.1. Probetas

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 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 2.3 mm.

Para caracterizar el comportamiento anisótropo se obtuvieron tres probetas en cada una de las dos direcciones principales de los vasos (circunferencial y longitudinal). En la figura 1 se muestran las direcciones seleccionadas. El ángulo de 0º se asignó a la dirección longitudinal, paralela al eje del vaso, y el de 90º a la dirección circunferencial, perpendicular a dicho eje.

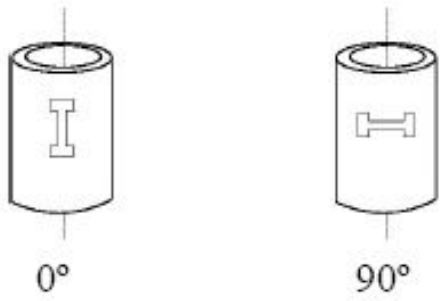


Figura 1. Orientación de las probetas.

3.2. Dispositivo experimental

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 0.001mm de precisión. Las arterias se ensayaron sumergidas en suero fisiológico (PBS), cuya temperatura se mantuvo estable a 37 ºC con precisión de ±1ºC mediante un baño termostático (Unitronic 6320200). La temperatura del vaso se medía mediante un termopar tipo K situado en sus proximidades (< 5mm). 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 [3]. La velocidad de solicitación durante todo el ensayo fue 0.03 mm/s (velocidad de deformación aproximada de 15%/min). Los ensayos se realizaron en estado pasivo, sin que existiera activación eléctrica o química de las células presentes en la pared vascular.

3.3. Obtención de la tensión y deformación de rotura

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). La deformación (ε) se obtuvo restando 1 al alargamiento. El área transversal real se ha calculado utilizando la condición de incompresibilidad que conduce a la relación $a=A/\lambda$, donde A es el área transversal inicial.

Analizando las curvas tensión-alargamiento se obtuvo la deformación máxima (ε_{max}) y la tensión real máxima (σ_{max}) correspondientes a la rotura de cada probeta. Se consideró que la rotura de la probeta se producía 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. A partir de los tres ensayos para cada dirección se obtuvieron el valor medio de resistencia y deformación máxima y el error cuadrático (definido como la desviación típica de la muestra dividida entre la raíz cuadrada del número de probetas) para cada uno de los pacientes estudiados.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para una mayor claridad a la hora de comparar los resultados, éstos se han dividido en 3 subgrupos en función de la edad: a (16-30 años), b (31-45 años) y c (46-60 años).

4.1. Influencia de la edad

En la figura 2 se muestra la tensión de rotura en direcciones circunferencial y longitudinal en función de la edad de los pacientes sanos. Se observa que la tensión de rotura se reduce drásticamente con la edad en la dirección circunferencial al igual que ocurre en la dirección longitudinal.

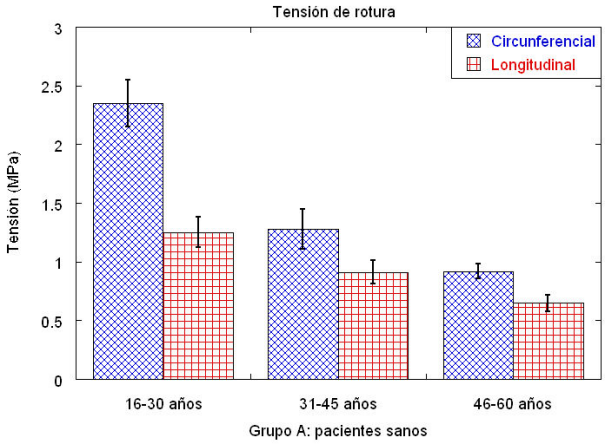


Figura 2. Tensión de rotura (media y error cuadrático) en direcciones circunferencial y longitudinal en función de la edad de los pacientes del grupo A (sanos).

Okamoto et al. [4] ha estudiado las propiedades mecánicas de la aorta ascendente aneurismática humana y llegó a la siguiente relación entre resistencia y edad: Resistencia (MPa) = 2.875 – 0.023*edad (años).

Recientemente García-Herrera [5] estudió las características mecánicas de la aorta ascendente humana de pacientes sanos y enfermos (Marfan, bicúspide, aneurismas) y encontró una función similar que relaciona la tensión de rotura circunferencial con la edad: Resistencia (MPa) = 2.345 – 0.022*edad (años).

En la figura 3 se compara la tensión de rotura circunferencial en pacientes sanos (grupo A) y con factores de riesgo (grupo B) con el resultado obtenido por Okamoto [4] de aorta ascendente en pacientes enfermos y por García-Herrera [5] de aorta ascendente en pacientes sanos y enfermos. Se observa que las tensiones últimas en los pacientes sanos son comparables a la resistencia en pacientes enfermos. Aunque los resultados de Okamoto y García-Herrera son de aorta ascendente se obtienen resultados similares en este estudio de tensión de rotura en la aorta descendente.

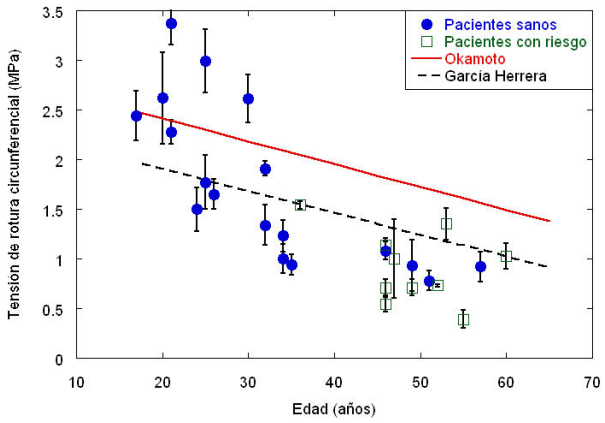


Figura 3. Comparación de la tensión de rotura en pacientes sanos con el resultado de Okamoto en enfermos [4] y de García Herrera [5].

En la figura 4 se muestra la deformación de rotura en direcciones circunferencial y longitudinal en función de la edad de los pacientes sanos. Se observa que la deformación de rotura disminuye también con la edad.

En la figura 5 se muestra una comparación de la deformación longitudinal de rotura en función de la edad para pacientes sanos y con riesgo con los resultados de Okamoto [4] de aorta ascendente en pacientes enfermos. Se observa una ligera bajada de la deformación con la edad en ambos casos, aunque los resultados del presente estudio se encuentran por encima de los presentados por Okamoto.

Vorp et al. [6] publicó resultados sobre el efecto del aneurisma en la resistencia de la aorta ascendente indicando que la tensión de rotura se reducía de 1.80 ± 0.24 MPa en aorta ascendente sana a 1.18 ± 0.12 MPa en aorta ascendente aneurismática.

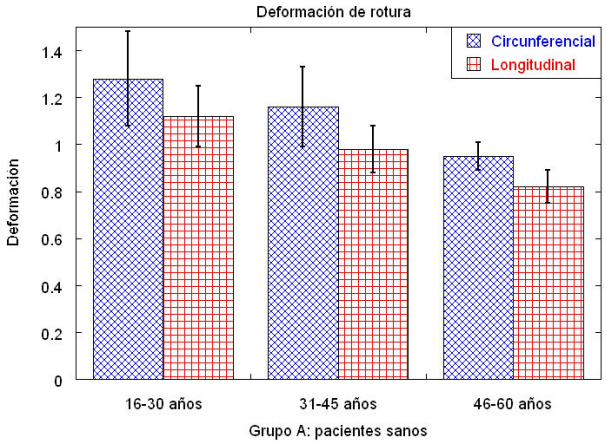


Figura 4. Deformación de rotura (media y error cuadrático) en direcciones circunferencial y longitudinal en función de la edad de los pacientes del grupo A (sanos).

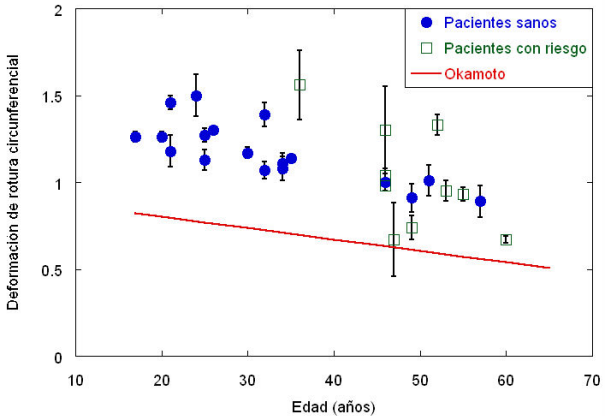


Figura 5. Comparación de la deformación longitudinal de rotura en función de la edad para pacientes sanos con resultados de Okamoto de aorta ascendente en pacientes enfermos [4].

Rahavan et al. [7] menciona una reducción de la tensión de rotura de 1.21 MPa en pacientes sanos a 0.65 MPa en aneurismas de aorta descendente.

Los valores citados por Vorp et al. [6] y Raghavan et al. [7] se encuentran en el rango de los obtenidos en este estudio. Sin embargo, los resultados de este estudio muestran que no se puede afirmar que la causa de la reducción de la resistencia se debe solamente a la enfermedad, ya que la edad juega un papel muy importante.

4.2. Influencia de la orientación

En la figura 2 se estudia la influencia de la orientación en la tensión de rotura. El material de la aorta torácica descendente de pacientes sanos es claramente más resistente en la dirección circunferencial, aunque la diferencia disminuye con la edad.

En la figura 4 se muestran los resultados de la deformación de rotura en la dirección circunferencial y longitudinal. Al contrario que la tensión de rotura, la

deformación de rotura no presenta una clara diferencia, si bien hay una tendencia a tener una deformación ligeramente menor en la dirección longitudinal.

4.3. Influencia del sexo

En la figura 6 se muestra la comparación de los resultados de tensión de rotura en dirección circunferencial y longitudinal entre hombre y mujer. Parece que para hombres jóvenes la diferencia entre la dirección circunferencial y longitudinal es mucho mayor que para mujeres. La tensión de rotura circunferencial es mayor y la longitudinal menor que la de las mujeres. Esta diferencia desaparece con la edad.

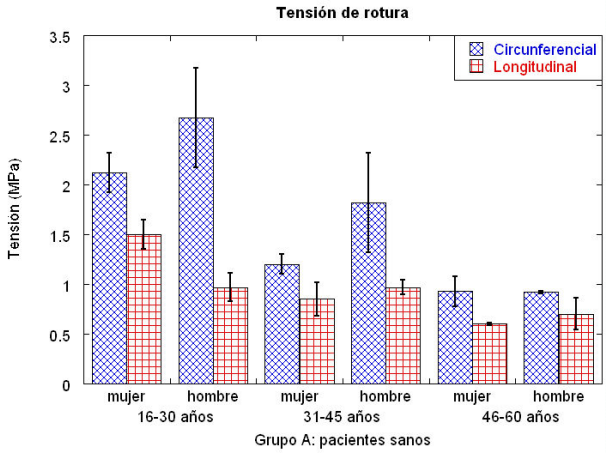


Figura 6. Tensión de rotura (media y error cuadrático) en direcciones circunferencial y longitudinal en función del sexo y la edad de los pacientes del grupo A (sanos).

4.4. Influencia de los factores de riesgo

En la figura 7 se compara los vasos de los pacientes sanos (grupo A) con los de los pacientes con riesgo (grupo B). Para este último grupo se dispone solamente datos de pacientes mayores. En este grupo de edad no se observa gran diferencia en deformación de rotura ni en tensión de rotura con el grupo de pacientes sanos.

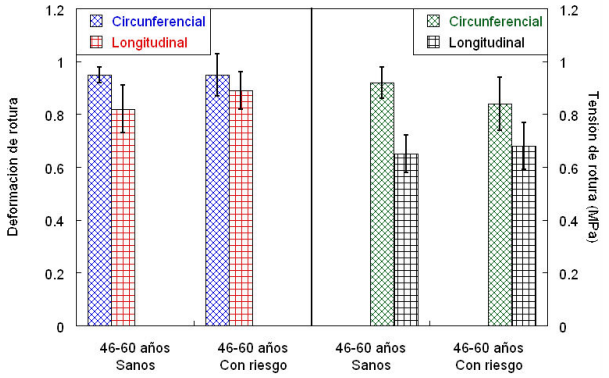


Figura 7. Comparación de la deformación y tensión de rotura (media y error cuadrático) en direcciones circunferencial y longitudinal entre los pacientes del grupo A (sanos) y B (con factores de riesgo) del mismo intervalo de edades.

4.5. Influencia del BSA

En la figura 8 se estudia la influencia del parámetro BSA (área de superficie corporal) en la tensión de rotura. Se observa que este parámetro no tiene un efecto sobre la tensión de rotura.

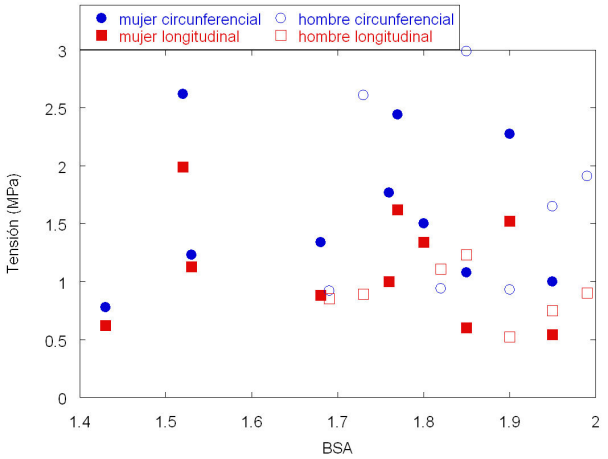


Figura 8. Tensión de rotura en direcciones circunferencial y longitudinal en función del BSA de los pacientes del grupo A (sanos).

5. CONCLUSIONES

En este estudio se ha caracterizado la tensión y deformación de rotura de la aorta torácica descendente de pacientes sanos. Los resultados han puesto de manifiesto que:

- Las propiedades mecánicas en rotura (tensión y deformación máxima) de la aorta descendente disminuyen significativamente con la edad.

- El material de la aorta descendente presenta una importante anisotropía en los pacientes jóvenes: la tensión y deformación de rotura son mayores en la dirección circunferencial. Estas diferencias se reducen con la edad.

- La anisotropía en la aorta descendente en hombres jóvenes es significativamente mayor que en mujeres. La tensión de rotura circunferencial también es mayor y la longitudinal menor que la de las mujeres. Esta diferencia desaparece con la edad.

- No se ha podido constatar que exista una influencia de los factores de riesgo en las propiedades mecánicas.

- Igualmente, no parece que haya influencia del BSA en las propiedades mecánicas de rotura de la aorta descendente.

AGRADECIMIENTOS

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

REFERENCIAS

[1] Vorp D.A. Review: Biomechanics of abdominal aortic aneurysm *Journal of Biomechanics* 40:1887-1902, 2007

[2] Erbel R. and Eggebrecht H. Aortic dimensions and the risk of dissection. *Heart*, 92:137-142, 2006.

[3] Atienza J. M., G.V. Guinea, F.J. Rojo, P. Aragoncillo, R. Burgos, M. Elices. Comportamiento termomecánico de los vasos sanguíneos humanos. *Anales de Mecánica de la Fractura XXIII*, Vol 2 575-580, 2006.

[4] Okamoto R.J., Wagenseil J.E., De Long W.R. Peterson S.J., Kouchoukos N.T., Sundt T.M. Mechanicaal properties of dilated human ascending aorta. *Annals of Biomedical Engineering*, 30:624-635, 2002.

[5] Garcia-Herrera C. Comportamiento Mecánico de la Aorta Ascendente: Carcterización Experimental y Simulación Numérica. Tesis Doctoral Universidad Politécnica de Madrid, 2008.

[6] Vorp D.A., Schiro B.J., Ehrlich M.P., Juvonen T.S., Ergin M.A., Griffith B.P. Effect of Aneurysm on the Tensile Strength and Biomechanical Behavior of the Ascending Thoracic Aorta *The Annals of Thoracic Surgery* 75:1210-1214, 2003

[7] Raghavan M.L., Vorp D.A., Federle M.P., Makaroun M.S, Webster M.W. Wall stress distribution on three-dimensionally reconstructed models of human abdominal aortic aneurysm. *Journal of Vascular Surgery* 31(4):760-768, 2000

[8] Watton P.N., Hill N.A. Evolving mechanical properties of a model of abdominal aortic aneurysm *Biomechanics and modelling in mechanobiology* 8(1):25-42, 2007

ESTUDIO DE TENACIDAD DE FRACTURA DE NUEVAS FORMULACIONES DE CEMENTOS ÓSEOS ACRÍLICOS.

Gloria Frutos[1], José Ygnacio Pastor[2], Noelia Martínez[2], María Rosa Virto[3], Susana Torrado[3]

[1]Departamento de Estadística e Investigación Operativa. Universidad Complutense de Madrid.
Facultad de Farmacia, E28040-Madrid, Plaza Ramón y Cajal s/n,
28040 Madrid, España
E-mail: gloriafr@mat.ucm.es

[2]Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s./n,
E28040-Madrid, España.
E-mail: jy.pastor@upm.es

[3]Departamento de Farmacia y Tecnología Farmacéutica. Universidad Complutense de Madrid
Facultad de Farmacia, E28040-Madrid, Plaza Ramón y Cajal s/n,
28040 Madrid, España
E-mail: susanat@farm.ucm.es y rvirto@gmail.com

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es caracterizar la liberación de fármacos y estudiar las propiedades mecánicas de nuevas formulaciones desarrolladas a partir de un cemento óseo comercial en el que se adiciona un antibiótico y un modulador de la cesión, para incrementar la liberación del antibiótico. Una fracción de las probetas obtenidas de los distintos materiales se introdujeron, durante 8 semanas, en unos reactores de vidrio con medio salino simulando las condiciones del lugar de implante. Las formulaciones con lactosa presentaron una mayor cesión del antibiótico, llegando a ser cuatro veces superior a la del cemento comercial. Las propiedades mecánicas de estos nuevos biomateriales presentan aceptables valores para las funciones estructurales como cementos óseos. Así mismo es necesario destacar que la energía de fractura se incrementa en un 30% en el cemento con lactosa lo que es especialmente interesante para evitar una repentina fractura de los cementos óseos en servicio.

ABSTRACT

The purpose of this research was to characterize the antibiotic release behaviour and to study the mechanical properties of new formulations developed by mixing different proportions of commercial bone cement, antibiotic and release modulators, to increase the antibiotic release. Part of the bone cement samples were submersed in phosphate-buffered saline for 8 weeks in a thermostatized glass reactor hermetically closed, this was intended to simulate the situation where bone cement would have been implanted for some time. Mechanical properties of these new biomaterials maintain acceptable values for bone cement structural functions. On the other hand, fracture energy is increased around a 30%, which is especially interesting in order to avoid an abrupt fracture of the modified cement.

PALABRAS CLAVE: cementos óseos, liberación de antibiótico, comportamiento mecánico.

1. INTRODUCCIÓN

La sustitución de articulaciones dañadas, por prótesis de tipo metálico o polimérico en cirugía ortopédica, presenta una importancia creciente en la actualidad debido al aumento de la patología degenerativa ósea con la edad. Los cementos óseos se emplean para colocar en posición y afianzar el implante [1]. Una complicación importante en este tipo de operaciones, que puede dar lugar al fracaso de la prótesis, es la infección. Para la prevención y el tratamiento de estas infecciones, y en general de todas las del tejido óseo, se utilizaba habitualmente terapia antibiótica sistémica pero, debido a la escasa vascularización y a la rigidez estructural de este tejido, es muy difícil alcanzar las elevadas concentraciones locales de antibiótico requeridas para su tratamiento, e incluso puede ser perjudicial debido a los importantes efectos tóxicos dosis-dependientes de

algunos antibióticos en otros órganos. Por este motivo se modificaron los cementos óseos para incluir antibiótico en su formulación, como sistemas para prevenir y tratar la infección de forma local. Al producirse la liberación localizada del principio activo desde la matriz polimérica del cemento se obtiene una mayor concentración en el lugar de acción, aumentando la eficacia, y disminuyendo los riesgos que implica la terapia sistémica [2,3]. El antibiótico más empleado para su incorporación a los cementos óseos acrílico es el sulfato de gentamicina, por su amplio espectro antibacteriano y porque, al contrario que otros muchos antibióticos, es estable a las elevadas temperaturas alcanzadas durante la polimerización de los cementos

No obstante, las formulaciones comerciales con antibiótico tan sólo logran ceder un 1% del mismo [4,5] por lo que es necesaria una reformulación de este tipo de biomateriales con el fin de incrementar la cesión del fármaco que contienen [6, 7, 8].

En este trabajo se estudia la cesión de gentamicina y las propiedades mecánicas de los cementos comerciales modificados, en orden a dilucidar si las modificaciones consideradas, afectan a la cinética de cesión del antibiótico y al comportamiento mecánico de los nuevos cementos óseos.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Preparación de las muestras

Se utilizó cemento comercial CMW1® Radiopaco (DePuy Internacional Ltd., Blackpool Lancashire, Reino Unido), que presenta cualidades adecuadas para su uso, tanto técnicas como de biocompatibilidad. En la Tabla 1 se muestra la composición porcentual en % w/w. Como se detalla en la tabla este cemento consta de dos componentes, uno en polvo, constituido por esferas de poli-metacrilato de metilo (PMMA) pre-polimerizado, peróxido de benzoilo como el iniciador de la polimerización y un radiopacificante, sulfato de bario, que permite su detección en radiografías. El componente liquido está constituido por el monómero, metacrilato de metilo, un promotor o acelerador de la reacción N,N´-Dimetil-*p*-toluidina y estabilizantes que evitan que se produzca la polimerización prematura en las ampollas que lo contienen. Cuando el liquido se pone en contacto con el polvo y se mezclan todos los componentes de la formula, se produce una reacción de polimerización en cadena "in situ". El componente líquido se endurece y mantiene unidos todos los componentes sólidos después de la polimerización.

Como principio activo se utilizó sulfato de gentamicina (SG) USP (laboratorios Panreac Química, S.A. (Barcelona, España). Los moduladores de la cesión empleados fueron lactosa monohidratro, Pharmatose® 325 M (laboratorios DMV Internacional Bel, Holanda) e hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) Metolose® SH 400 (Isisa. Barcelona, España).

Tabla 1. *Composición química del cemento óseo comercial CMW1® Radiopaco.*

Polvo	**% w/w**
Poli (metacrilato de metilo)	88,95
Peróxido de benzoilo	2,05
Sulfato de bario	9,10
Liquido	**% w/w**
Metacrilato de metilo	98,215
N,N´-Dimetil-*p*-toluidina	0,816
Etanol	0,945
Acido Ascorbico	0,022
Hidroquinona	0,002

Los moduladores de cesión y los distintos porcentajes de gentamicina, fueron añadidos al componente en polvo del cemento en las proporciones indicadas en la Tabla 2, de acuerdo con un diseño experimental factorial 2^2. La variable respuesta fue el porcentaje de gentamicina liberada y el factor considerado, en cada uno de los diseños, fue el porcentaje modulador (lactosa o HPMC, respectivamente); referidos estos porcentajes al componente en polvo del cemento.

Los niveles de los factores se eligieron de acuerdo con la información obtenida en experiencias piloto, realizadas previamente [6]. La nomenclatura de las formulaciones corresponde al orden aleatorio según el que fueron realizadas las experiencias de cesión del antibiótico.

Tabla 2. *Diseño factorial 2^2 correspondiente a las muestras utilizadas en los estudios de cesión. [a]Orden aleatorio en el que fueron realizadas las experiencias*

Lactosa (%)*	**SG (%)***	**Composición**	**Muestra**
10	$4^{(3)a}$	10L4G	3L
10	$8^{(6)a}$	10L8G	6L
15	$6^{(4)a}$	15L6G	4L
15	$6^{(5)}$	15L6G	5L
15	$6^{(1)a}$	15L6G	1L
15	$6^{(2)a}$	15L6G	2L
20	$4^{(7)a}$	20L4G	7L
20	$8^{(8)a}$	20L4G	8L
HPMC (%)	**SG (%)**	**Composición**	**Muestra**
10	$4^{(1)a}$	10H4G	1H
10	$8^{(6)a}$	10H8G	6H
15	$6^{(8)a}$	15H6G	8H
15	$6^{(3)a}$	15H6G	3H
15	$6^{(4)a}$	15H6G	4H
15	$6^{(5)a}$	15H6G	5H
20	$4^{(7)a}$	20H4G	7H
20	$8^{(2)a}$	20H4G	2H

2.2. Microscopia electrónica de barrido

La morfología de los cementos ante y después de los ensayos de cesión se analizó por microscopia electrónica de barrido (SEM) utilizando un microscopio Joel JSM-6400 (Japan Electrón Optics Lab., Tokio 196, Japón) con tensión de aceleración de 20 kV y resolución máxima de 35 Å. Las muestras se recubrieron con una fina lámina de oro para favorecer su conductividad.

2.3. Ensayo de cesión del fármaco in vitro

Los estudios de disolución se realizaron utilizando un sistema, especialmente diseñado para la cesión de gentamicina desde los cementos óseos [4]. Este sistema consta de un reactor de vidrio termostatizado herméticamente cerrado para evitar la evaporación del solvente en los largos periodos de tiempo durante los que se lleva a cabo el ensayo (8 semanas). Cada muestra de cemento se introdujo en 150ml de una solución salina tamponada pH 7,4 sujeta con un cable de acero inoxidable. El ensayo se mantuvo a 37,0±0,1 ºC con una agitación constante de 50 rpm. Durante el ensayo de disolución 22 muestras de 3ml se tomaron con pipeta a intervalos prefijados de tiempo y se filtraron con filtros de 0,45 μm. El ensayo se realizó en tres especimenes de cada formulación.

2.3. Propiedades mecánicas

Para el estudio de las propiedades mecánicas se utilizaron las formulaciones modificadas con 4% de gentamicina y proporciones de 10% y 20 % de aditivo que se recogen en la Tabla 3. En dicha tabla también se incluyen los materiales utilizados como control, esto es cemento comercial sin gentamicina, sin y con presión (CMW1® R y CMW1® R P) y cemento comercial con gentamicina y con presión, CMW1® G P. La presión fue ejercida durante la reacción de polimerización del PMMA, en la cual, las muestras fueron sometidas a una compresión uniaxial de 500 kPa. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente y en medio seco.

Tabla 3. *Composición y condiciones de fabricación de los cementos ensayados*

Formulación	Presión	Gentamicina	Aditivo
CMW1® RF1	–	–	–
CMW1® R PF2	Si	–	–
CMW1® G PF3	Si	4%	–
10L4G PF4	Si	4%	10% lactosa
20L4G PF5	Si	4%	20% lactosa
10H4G PF6	Si	4%	10% HPLC
20H4G PF7	Si	4%	20% HPLC

Para simular las condiciones *in vivo* una fracción de las probetas obtenidas de los distintos materiales se introdujeron, durante 8 semanas, en unos reactores de vidrio termostatizado y cerrado herméticamente con medio salino (PBS pH 7,4 USP 30) para simular las condiciones del lugar de implante. Las propiedades físicas y mecánicas de estas muestras post-elución también fueron estudiadas

Se realizaron ensayos de tracción, flexión en tres puntos y tenacidad de fractura. También se midió la densidad, dureza y porosidad de todos los materiales. Para cada valor obtenido se realizaron seis medidas por material.

Los ensayos de tracción se realizaron en una maquina servo-hidráulica (Instron 8501PLUS, USA). La carga aplicada se midió en una célula de carga de ±1 kN y el desplazamiento con un LVDT de ± 1 mm de recorrido. También se colocó un extensómetro Instron con apertura de patillas ± 2,5 mm y 12,5 mm de base de medida. Las probetas se sujetaron con un sistema de mordazas mecánicas Instron, sin utilizar tacones de goma en los amarres. El ensayo se hizo a velocidad de desplazamiento constante de 500 μm/min y temperatura ambiente. Los ensayos de flexión en tres puntos se realizaron al igual que en el caso de tracción con una máquina servohidráulica Instron 8501, con una distancia entre apoyos fue de unos 20 mm, una célula de carga de ± 1 kN y el LVDT de ± 1 mm que registraba el desplazamiento. La velocidad de desplazamiento era igual a 100 μm/min. Los ensayos de tenacidad de fractura se llevaron a cabo en probetas de iguales dimensiones y geometría que las utilizadas en ensayos de flexión en tres puntos. En este caso se les realizó una entalla en "U" con una cortadora de hilo de diamante, siendo el diámetro de la entalla resultante de 140 μm.

Para determinar la densidad se utilizó una balanza, Mettler Toledo con una unidad LC-P Density. La dureza se midió con un microdurómetro Leco V-100-C. La porosidad de los cementos se determinó por porosimetría de intrusión de mercurio (Micromeritics Pore Sizer 9305, Norcross, GA, USA). La presión se incrementó gradualmente hasta 25.000 psia. La porosidad total se calculó a partir del volumen de intrusión total mientras que el diámetro de poro se calculó de acuerdo a la ecuación de Washburn [9].

3. RESUTADOS Y DICUSIÓN

En las Figuras 1 a 4 se muestran, a modo de ejemplo, algunas microfotografías correspondientes a los cementos óseos modificados. En la Figura 1, realizada antes del estudio de cesión, se observan gránulos esféricos de PMMA y formas aproximadamente poliédricas que se corresponden con los otros constituyentes del cemento, principalmente lactosa; además, se aprecian oquedades irregulares debido a la entrada en la matriz polimérica durante el proceso de fraguado, que da lugar a una interrupción en el proceso de polimerización del PMMA. En la Figura 2, correspondiente al mismo cemento después del ensayo de cesión, se observa que la lactosa ha entorpecido la polimerización, hay menor interconexión entre las partículas esféricas de PMMA unidas en algunas zonas únicamente por los hilos de PMMA que se formaron, por la interposición de la lactosa, durante el proceso de polimerización. Las microfotografías de las superficies de los cementos con HPMC fueron completamente

diferentes a las de los cementos que contenían lactosa. Las Figuras 3 y 4 corresponden a la misma muestra de cemento modificado antes y después del ensayo de disolución. En la figura 3 aparecen las grandes estructuras redondeadas de PMMA y partículas con apariencia de escamas correspondientes a HPMC. En la figura 4 se observa una superficie laminada y escamosa que puede atribuirse a la solidificación del gel formado por la HPMC en el ensayo de cesión que enmascara las partículas de PMMA; también se aprecian pequeños poros esféricos originados por la cesión de la gentamicina.

En la tabla 4 se muestran algunos resultados de los estudios de cesión para cada muestra ensayada: $C_i^b(\%)$ es el porcentaje de de gentamicina cedido en la primera toma de muestra (a las 3h para las formulaciones con lactosa y a las 6h para las formulaciones con HPMC), $C_t^c(\%)$ es porcentaje de gentamicina cedido total acumulado a las 1344 horas. La Tabla 4 también incluye el área bajo la curva de disolución (AUC).

Para ambos moduladores la cantidad cedida acumulada de antibiótico a las 8 semanas fue menor del 13,17% de la gentamicina total incluida en las formulaciones. El porcentaje de sulfato de gentamicina cedido en la primera toma de muestra osciló entre el 30% y el 60% de la cesión total del sulfato de gentamicina de todo el ensayo. Se observó una diferencia significativa entre los valores de AUC correspondientes a las formulaciones con lactosa e HPMC. La figura 5 representa la influencia de la cantidad de lactosa y de gentamicina añadida en la cesión del sulfato de gentamicina. Cuando el porcentaje de lactosa aumentó desde 10-20%, se liberó mayor cantidad de antibiótico. Sin embargo, el porcentaje de gentamicina incluido en la formulación (4-8% p/p) no produjo un aumento en el porcentaje de sulfato de gentamicina cedido. La figura 6 representa la influencia de la cantidad de HPMC y de gentamicina en la cesión. El porcentaje de cesión de gentamicina fue más alto para las formulaciones con lactosa debido a que la HPMC es un excipiente hidrosoluble pero crea un medio muy viscoso que produce una cesión lenta del fármaco. Por lo tanto, la cantidad de gentamicina cedida desde estos cementos que contienen HPMC fue prácticamente igual a la del cemento comercial y no se aumentó ni por el aumento de HPMC ni por el aumento de antibiótico añadido a la formulación.

Los diferentes perfiles de cesión para todas las muestras, ver figuras 5 y 6, se debieron a la diferencia en la cesión inicial que influye en el porcentaje total de fármaco cedido ya que las pendientes de la sección final de los diferentes gráficos fueron muy similares. Este "burst" inicial se debió a la disolución de las partículas del fármaco presentes en la superficie del cemento.

Los resultados del ensayo de cesión *"in vitro"* de gentamicina indican que el cemento óseo acrílico no permite una cesión completa del antibiótico debido a que el PMMA es un polímero altamente hidrofóbico, pero la disponibilidad de la gentamicina se incrementa significativamente con la adición de lactosa.

Figura 1. *Superficie del cemento modificado* 15L6G, *sin ensayar (x100)*

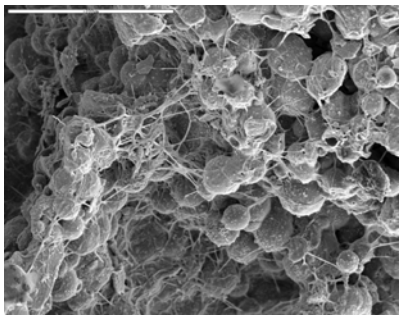


Figura 2. *Superficie del cemento modificado* 15L6G, *ensayado (x250)*

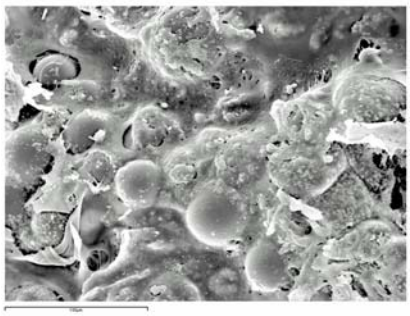


Figura 3. *Superficie del cemento modificado 15HPMC6G, sin ensayar (x430)*

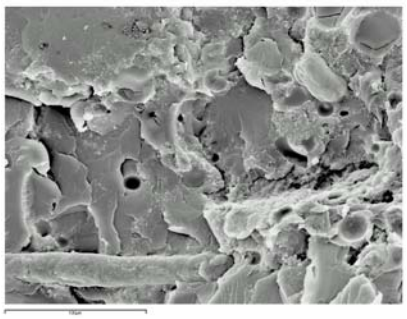


Figura 4. *Superficie del cemento modificado 15HPMC6*G, *ensayado (x430)*

Tabla 4. *Los efectos del porcentaje de lactosa, HPMC y gentamicina en la cantidad de antibiótico cedida desde cementos óseos acrílicos modificados.*

Muestra	**C_i^b (%)**	**C_t^c (%)**	**AUC (%/h)**
1L	6,00	9,97	13496,10
2L	3,40	7,08	8936,57
3L	3,15	6,21	7757,66
4L	3,80	7,82	9807,34
5L	4,55	7,75	10155,60
6L	3,67	6,81	8742,16
7L	5,85	13,17	15781,25
8L	6,04	12,28	15719,68
1H	0,87	3,09	211,22
2H	1,19	3,95	272,71
3H	1,07	2,50	172,17
4H	0,75	1,84	125,36
5H	0,94	2,54	174,37
6H	1,24	3,20	220,35
7H	1,05	3,22	221,82
8H	0,88	2,30	158,50

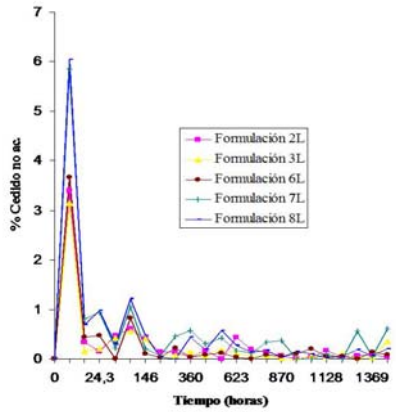


Figura 5. *Porcentajes distributivos de cesión de gentamicina desde cementos óseos acrílicos modificados con lactosa.*

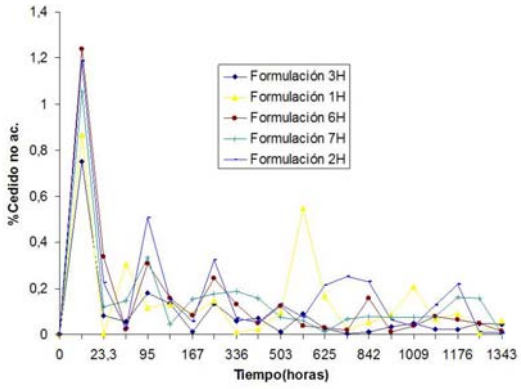


Figura 6. *Porcentajes distributivos de cesión de gentamicina desde cementos óseos acrílicos modificados con HPMC.*

La mayoría de las características mecánicas de los polímeros son muy sensibles a la velocidad de deformación, a la temperatura y a la naturaleza química del medio (presencia de agua, oxígeno, disolventes orgánicos, etc.). Las propiedades mecánicas de los polímeros se han especificado con los mismos parámetros utilizados para los metales. En la Tabla 5 se presenta un resumen de los resultados (valor medio y su correspondiente desviación estándar) de la densidad (ρ) dureza de todos los materiales ensayados en el reactor y sin ensayar (dirección T, paralela a la presión, y dirección L, perpendicular a la dirección en la que se ejerce presión durante la polimerización), resistencia a la tracción (σ_u^{trac}), modulo de elasticidad (E) y resistencia a la flexión (σ_u^{flex})

Tabla 5. *Resumen de los resultados de las propiedades mecánicas densidad,*

F	**ρ (g/cm^3)**	**H_T (GPa)**	**H_L (GPa)**	**$\sigma_u^{trac.}$ (MPa)**	**E (GPa)**	**$\sigma_u^{flex.}$ (MPa)**
F1	1,186 (0,0002)	1,95 (0,05)	2,04 (0,06)	38 (2)	3,1 (0,10)	63 (2)
F2	1,244 (0,0060)	2,03 0,02	1,81 (0,02)	52 (1)	3,3 (0,10)	82 (2)
F3	1,243 (0,0004)	2,12 (0,04)	1,57 (0,03)	50 (2)	2,9 (0,10)	78 (2)
F3[a]	1,226 (0,0003)	1,52 (0,01)	1,41 (0,01)	41 (5)	2,6 (0,10)	62 (1)
F4	1,240 (0,0010)	1,93 (0,05)	1,70 (0,09)	29 (2)	2,7 (0,10)	54 (2)
F4[a]	1,219 (0,0010)	1,45 (0,01)	1,41 (0,03)	26 (6)	2,4 (0,09)	46 (2)
F5	1,264 (0,0005)	1,67 (0,05)	1,53 (0,05)	29 (3)	3,6 (0,10)	55 (3)
F5[a]	1,230 (0,0003)	1,52 (0,04)	1,25 (0,04)	26 (1)	2,4 (0,10)	39 (2)
F6	1,238 (0,0006)	1,94 (0,02)	1,24 (0,02)	40 (1)	3,1 (0,10)	62 (1)
F6[a]	1,222 (0,0005)	1,81 (0,06)	1,52 (0,02)	31 (1)	2,3 (0,10)	44 (2)
F7	1,174 (0,0070)	1,71 (0,04)	1,35 (0,03)	34 (1)	3,6 (0,10)	49 (4)
F7a	1,216 (0,0009)	1,60 (0,20)	1,55 (0,20)	22 (1)	2,6 (0,10)	40 (4)

[a] Material ensayado en el reactor

La adición de lactosa disminuye las propiedades mecánicas, pero esta reducción es prácticamente independiente de su concentración. Se puede concluir que el comportamiento mecánico de estos materiales es prácticamente igual al de los que se utilizan en cirugía actualmente, pero incrementando la cesión de antibiótico. En cuanto a los cementos con HPMC no mejoran la cesión de gentamicina y tampoco mejoran las propiedades mecánicas respecto al cemento polimerizado con presión uniaxial y antibiótico.

La introducción de los materiales en un reactor, para realizar los ensayos de cesión, dio como resultado la degradación de todas las propiedades mecánicas. Este comportamiento se debe al cambio que provoca la cesión del antibiótico a través de los poros y su aumento del diámetro medio [8]. El paso por el reactor produce una disminución de las tensiones últimas en tracción y flexión del 10 al 35%.

En cuanto al comportamiento en fractura de los cementos tras su paso por el reactor, Figuras 6 y 7, se puede decir que la tenacidad disminuye, es decir, la iniciación de los procesos de fractura es más fácil. Los materiales se han degradado ligeramente, ya que hay cesión del antibiótico. Por otro lado la energía de fractura aumenta cuando pasan los cementos por el reactor, esto es debido a que el comportamiento de los cementos es más plástico, ya que el paso por el reactor ha provocado un efecto plastificante.

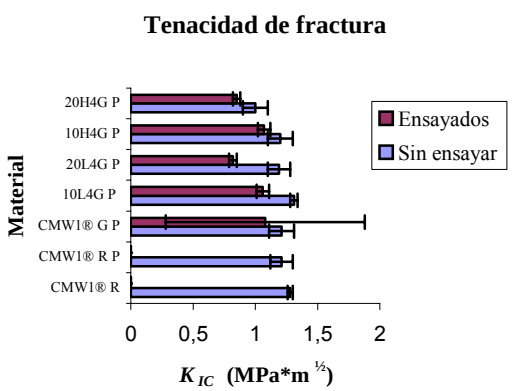


Figura 6. *Grafico de barras de los resultados de los ensayos de tenacidad de fractura obtenidos para los distintos cementos óseos.*

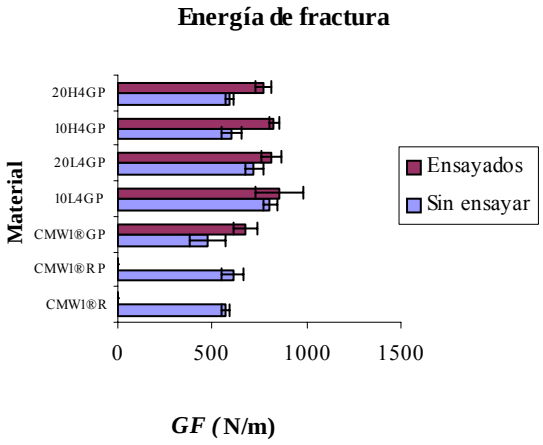


Figura 7. *Grafico de barras de los resultados de los ensayos de energía de fractura obtenidos para los distintos cementos óseos.*

A la vista de estos resultados, la selección del material óptimo para su uso en terapéutica, teniendo en cuenta el compromiso entre la mejora farmacológica con las prestaciones mecánicas, es el PMMA05. Proporciona mayor cesión de antibiótico al medio para prevenir o tratar infecciones en los procesos quirúrgicos, y presenta unas propiedades mecánicas similares y en algunos casos mejores que los cementos utilizados hasta ahora.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación obtenida para realizar este trabajo al Ministerio de Ciencia e Innovación (MAT2006-13005-C03-02, MAT2007-29278-E, BIA2004-04835), a la Comunidad de Madrid (S-0505/MAT/0077) y a la Universidad Complutense de Madrid (grupo de investigación 910939).

REFERENCIAS

[1] Charnley J. Anchorage of the femoral head prosthesis to the shaft of the femur. J Bone Jt Surg 1960; 43B:28-30.

[2] Welch AB, Antibiotics in acrylic bone cement. In vitro studies. J. Biomed Mater Res 1978;12:679-700.

[3] van de Belt H, Neut D, Uges DRA, Schenk W, van Horn JR, van der Mei HC, Busscher HJ. Surface roughness, porosity and wettebility of gentamicin-loaded bone cements and their antibiotic release. Biomaterials 2000;21:1981-1987.

[4] Frutos Cabanillas P, Díez Peña E, Barrales Rienda JM, Frutos G. Validation and in vitro characterization of antibiotic-loaded bone cement release. Int J Pharm 2000;209:15-26.

[5] Susana Torrado, Paloma Frutos, Gloria Frutos. Gentamicin bone cements: characterisation and release (in vitro and in vivo assays). Int J Pharm 2001;217:57-69

[6] Díez Peña E, Frutos G, Frutos P, Barrales-Rienda JM. Gentamicin sulphate release from a modified commercial acrylic bone cement. I. Influence of the gentamicin concentration on the release process mechanism. Chem Pharm Bull 2002; 9:1201-1208.

[7] Frutos P, Díez Peña E, Frutos G, Barrales-Rienda JM. Release of gentamicin sulphate from a modified commercial bone cement. Effect of (2-hydroxyethyl methacrylate) comonomer and poly(N-vinil-2-pyrrolidone) additive on release mechanism and kinetics. Biomaterials 2002;23:3787-3797.

[8] Virto MR, Frutos P, Torrado S, Frutos G. Gentamicin release from modified acrylic bone cements with lactose and hidroxypropilmethylcellulose. Biomaterials 2003; 24:79-87.

[9] Edward W. Washburn. The dynamics of capillary flow. Physical Review 1921;17:273.

RESISTENCIA A TRACCIÓN DE MEMBRANAS DE PERICARDIO PARA VÁLVULAS CARDIACAS BIOLÓGICAS

F.J.Rojo[1], J.M.Atienza[1], E.Jorge-Herrero[2], J.M.García-Páez[2], G.V.Guinea[1]

[1] Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid
c/ Prof. Aranguren s/n, 28040, Madrid, España.
E-mail: fjrojo@mater.upm.es

[2] Grupo de Cirugía Experimental y Biomateriales
Hospital Universitario Puerta de Hierro-Majadahonda,
c/ Manuel de Falla, 1. 28222 - Majadahonda, España

RESUMEN

Las prótesis valvulares cardiacas se emplean para reemplazar las válvulas nativas deterioradas, bien por defectos genéticos o por el paso del tiempo. Las prótesis mecánicas son seguras y resistentes pero su comportamiento hemodinámico difiere mucho de las nativas. Las prótesis biológicas, porcinas o fabricadas con pericardio de ternera evitan este problema pero tienen un mayor riesgo de fracaso por deterioro estructural por lo que resulta fundamental profundizar en el conocimiento de sus propiedades mecánicas. El objetivo del presente trabajo es evaluar la resistencia del pericardio de ternera tratado con glutaraldehído usado en prótesis valvulares. Para ello se han realizado ensayos de tracción simple en condiciones fisiológicas de humedad y temperatura, obteniendo la tensión y el alargamiento en rotura, así como la rigidez previa a la rotura. Para estudiar la anisotropía del material se han ensayado muestras en dos direcciones mutuamente perpendiculares.

ABSTRACT

Heart valve prostheses are used to replace the damaged native valves, either by genetic defects or due to aging. Mechanical prostheses are reliable and resistant but their hemodynamic behaviour defers a lot from the native ones. Biological prostheses, either from pig or made with calf pericardium, avoid this problem but have a greater risk of failure by structural deterioration. Therefore, it is of paramount importance to acquire a better knowledge of their mechanical properties. The objective of the present work is to evaluate the resistance of bovine pericardium treated with glutaraldehyde used in valve prostheses. Tensile tests have been made in physiological conditions of humidity and temperature, obtaining the strength and the elongation at rupture, as well as the rigidity previous to the breakage. In order to study the anisotropy of the material, samples in two perpendicular directions have been tested.

PALABRAS CLAVE: Resistencia mecánica, Pericardio, Válvulas biológicas.

1. INTRODUCCIÓN

Una prótesis en medicina es un ingenio construido con diversos tipos de materiales para sustituir un órgano y/o su función de la forma más eficaz, segura y cómoda para un paciente que ha perdido o tiene dañado su órgano natural.

Las prótesis valvulares cardiacas sustituyen a las válvulas nativas que han sufrido un daño irreparable en su función o que genéticamente son defectuosas. Las válvulas cardiacas con su cierre y apertura cíclicos permiten que el corazón, un potente músculo, bombee el flujo sanguíneo suficiente para garantizar la respiración celular y las diversas funciones del metabolismo. Son múltiples las causas médicas que obligan a un reemplazo valvular por deterioro de la válvula nativa. Si bien es cierto que las causas reumáticas han disminuido en los países occidentales por el uso extensivo de los antibióticos, es cada día mayor el reemplazo valvular por el aumento de la supervivencia en dichos países. Los reemplazos valvulares en posición aórtica por calcificación de su anillo y deterioro de su función son la indicación cada vez mas frecuente. Los datos del exterior con incrementos próximos al 10% en la última década en EEUU y los datos propios obtenidos del Registro de la Sociedad Española de Cirugía Torácica y Cardio-vascular así lo indican. En el año 2005, según este Registro, se implantaron un total de 14091 prótesis, de las cuales 9129 fueron mecánicas y 4962 biológicas (2995 de pericardio y 1562 porcinas).

El mercado de válvulas cardiacas está además en crecimiento en los últimos años por el incremento en el

nivel sanitario de muchos países emergentes. Es precisamente en estos países donde el coste y control de la anticoagulación es muy difícil y el implante más recomendable es de tipo biológico. Para ello se hace imprescindible conseguir una mayor fiabilidad y durabilidad del material empleado en su fabricación.

La figura 1 muestra un esquema de una válvula aórtica sana (a), junto a tres prótesis. Las prótesis cardiacas pueden ser mecánicas (Figura 1 b y c) o biológicas (Figura 1 d). Las mecánicas son seguras y resistentes, pero precisan tratamientos anticoagulantes de por vida, con su correspondiente medicación y control periódico por lo que sólo pueden usarse en países con un gran desarrollo sanitario. Las prótesis biológicas de pericardio de ternera o las válvulas porcinas son excelentes desde un punto de vista hemodinámico y no precisan anticoagulación de forma indefinida, aunque tienen por contra un riesgo mayor de fracaso por deterioro estructural en un plazo de alrededor de 10 años. Por esta causa sus indicaciones están muy limitadas, y no deben emplearse en pacientes jóvenes.

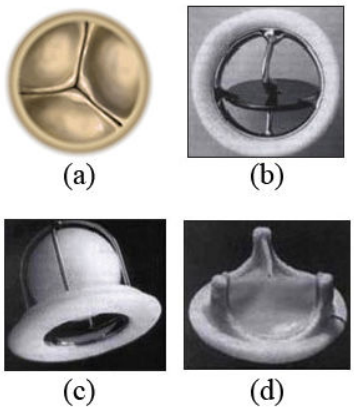


Figura 1. Esquema de válvula cardiaca (a) y prótesis valvulares mecánicas (b) y (c) y biológica (d)

El pericardio, principalmente bovino, es empleado en la confección de los velos valvulares que se encargan de impedir el retorno de la sangre. Se trata de una bolsa de tejido conectivo que rodea al corazón sosteniéndolo y lubricando su contacto con los órganos próximos. Está compuesto principalmente por fibras de colágeno. Para aumentar su resistencia, se le hace pasar por un proceso de desnaturalización y entrecruzamiento a base de glutaraldehído [1, 2]. El colágeno se encuentra embebido en una matriz de proteoglicanos, glicoproteínas y glicosaminoglicanos [3].

En el presente trabajo se estudia la resistencia del pericardio de ternera tratado con glutaraldehído para su uso en prótesis valvulares de larga duración. Para ello se obtendrán su tensión y deformación de rotura mediante ensayos de tracción simple en condiciones fisiológicas de humedad y temperatura estudiando la influencia de la posición y la orientación de las muestras.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

1) Extracción y tratamiento del pericardio

El pericardio es extraído de terneras aleatoriamente seleccionadas en el matadero y transportado a la Clínica Puerta de Hierro en solución salina isotónica (0.9% de cloruro sódico). Las grasas e impurezas son eliminadas a mano y posteriormente el pericardio es fijado con 0.625% de glutaraldehído en una solución tampón 0.1M de fosfato de sodio (pH 7.4) durante 24 horas. Para su conservación se sumerge el pericardio en glicerol al 99%, evitando mediante gasas el contacto entre distintas zonas del material.

2) Rehidratación del pericardio.

Tras medir y cortar con bisturí rectángulos de 5mm de ancho y 35mm de longitud, son introducidos en suero fisiológico a temperatura ambiente (20º C) y agitados en un agitador automático (Selecta – Agimatic ED) durante 20 minutos renovando frecuentemente el suero. Este procedimiento sirve para retirar el glicerol en el que el material es conservado y para rehidratarlo previamente al ensayo. Tras la rehidratación se mide el espesor en siete zonas distintas de cada probeta con un palpador Mitutoyo (resolución=10μm), tomándose como espesor de la probeta el valor medio.
Las probetas se han cortado según dos direcciones mutuamente perpendiculares, como se indica en la figura 2 y que corresponden a la longitudinal (base-ápice) y circunferencial.

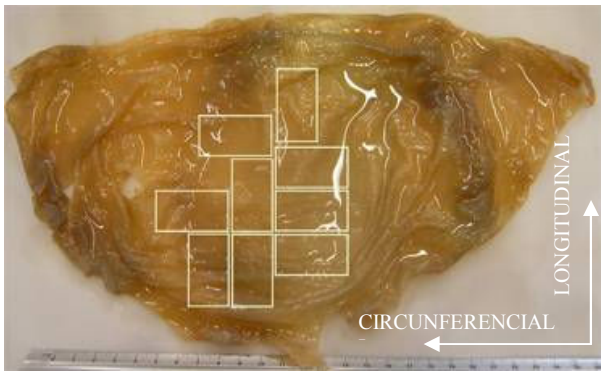


Figura 2. Lámina de pericardio bovino ensayada, desarrollada sobre una superficie plana. Cada rectángulo dibujado mide 35x20mm² y corresponde a una serie de cuatro probetas paralelas.

3) Ensayos

Los ensayos de tracción simple se realizan en una máquina electromecánica Instron 5866 adaptada para realizar ensayos con el material sumergido en un baño de suero fisiológico circulante a 37º C, ya empleada por los autores en anteriores trabajos [4, 5]. Las probetas se sujetan a las mordazas mediante pegamento y tornillos en una longitud de 5mm cada una, dejando una longitud libre de ensayo de 25mm.

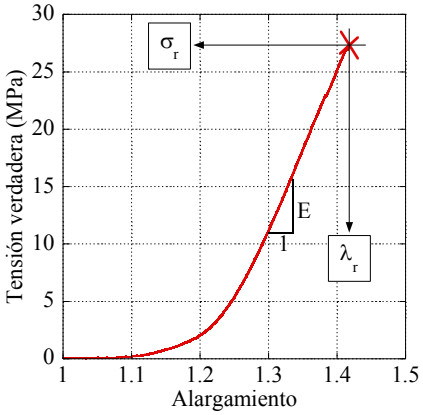


Figura 3. Curva tensión-alargamiento del pericardio de ternera. Dirección: longitudinal

La figura 3 muestra una curva tensión-alargamiento de una probeta de pericardio bovino cortada en dirección longitudinal. Se observa la típica forma de J de los materiales biológicos blandos, debida al progresivo reclutamiento de las fibras de colágeno [6, 7]. Los parámetros empleados en este trabajo para caracterizar mecánicamente el pericardio son la tensión de rotura, σ_r, el alargamiento en rotura, λ_r, y la máxima pendiente de la curva tensión-alargamiento, E, como se muestran en la figura 3.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente apartado se resumen los resultados obtenidos a partir de los ensayos de tracción uniaxial realizados. Como se explicó en el apartado anterior, el análisis de las curvas tensión-alargamiento permite obtener la tensión de rotura, el alargamiento en rotura y la máxima pendiente de cada muestra ensayada.

Se han ensayado un total de 36 muestras, 20 en dirección circunferencial y 16 en dirección longitudinal. A continuación se presentan los valores medios y los errores estándar (definido como la desviación típica de la muestra dividida entre la raíz cuadrada del número de probetas) para los tres parámetros mencionados. La comparación entre las dos direcciones se realiza mediante el test t-Student de una cola, dando el valor *p* del límite de confianza.

En la figura 4 se muestran los resultados para los tres parámetros analizados. En el eje vertical de la izquierda se muestran los valores medios, y las barras de error representan los errores estándar. La figura 4a corresponde a la tensión de rotura, la 4b al alargamiento en rotura y la 4c a la pendiente máxima de la curva tensión-alargamiento.

De los resultados mostrados en la figura 4, parece deducirse la existencia de una ligera anisotropía del material, puesto que la dirección circunferencial resulta más resistente (mayor σ_r; p= 0.014) y más rígida (mayor E; p= 0.005) con diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$).

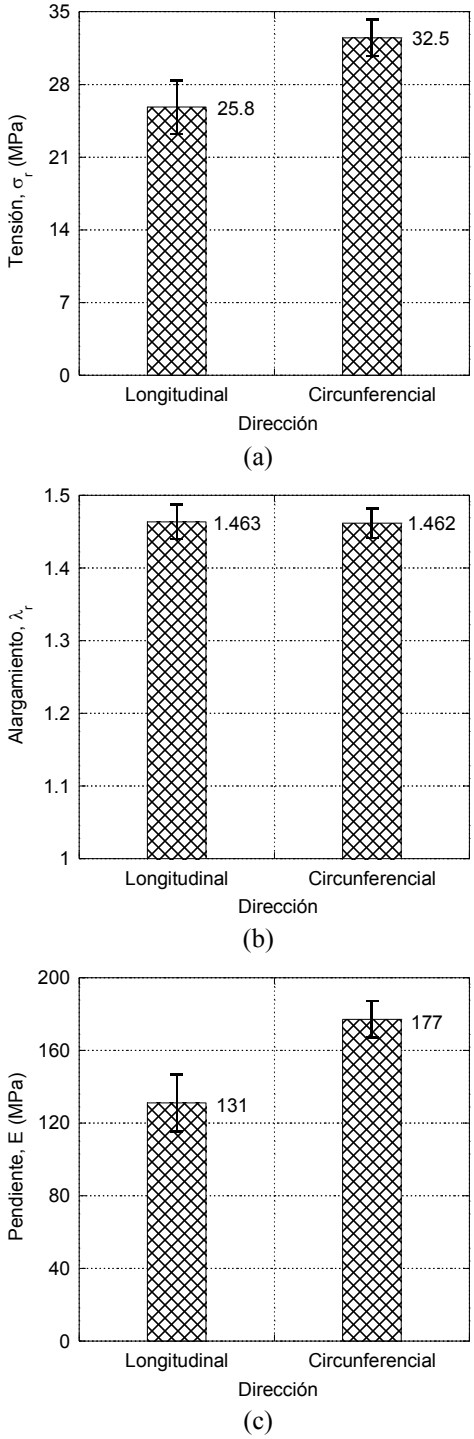


Figura 4. Valores medios para dos direcciones perpendiculares de la tensión de rotura (a), alargamiento en rotura (b) y pendiente máxima de la curva σ-λ (c). Barras de error =error estándar.

Puesto que son las fibras de colágeno las principales responsables de las propiedades mecánicas de este material, se puede inferir que existe un ligero alineamiento preferente de las mismas en la dirección circunferencial, frente a la longitudinal.

Por otro lado, si en lugar de comparar la tensión de rotura, que depende de las propiedades intrínsecas del material, se estudian los valores de carga de rotura, que dependen de la función estructural del mismo, se obtienen los valores de la tabla 1. En ella se observa que la diferencia entre las dos direcciones no es estadísticamente significativa (p= 0.12), lo que lleva a pensar en una solicitación muy similar en ambas direcciones cuando el material ejerce sus funciones fisiológicas. Por lo tanto el material no tiene las mismas propiedades mecánicas en todos sus puntos, pero compensa esas diferencias variando el espesor, manteniendo así un comportamiento macroscópico que sí resulta homogéneo e isótropo. Esta explicación es coherente con el hecho de que el alargamiento en rotura sea el mismo para ambas direcciones, puesto que éste no depende del espesor de la probeta.

Tabla 1. Cargas de rotura medias y errores estándar de probetas de 5mm de ancho de pericardio bovino en dos direcciones perpendiculares.

	Carga de rotura (N)	
	Media	Error estándar
Longitudinal	49	3
Circunferencial	55	4

Finalmente, el modelo de Cox [8], originalmente desarrollado para fieltros de celulosa, nos permite obtener el módulo de elasticidad del pericardio conociendo el porcentaje de fibras presente en el mismo, el módulo de elasticidad de las fibras y su orientación. Las hipótesis implícitas en el modelo son:

- fibras son suficientemente largas
- rigidez de la matriz despreciable frente a las fibras

Ambas hipótesis las verifica razonablemente el pericardio de ternera. Para una distribución aleatoria de las fibras el modelo de Cox da como resultado que el módulo del fieltro es 1/3 del correspondiente a la Ley de las Mezclas.

De esta forma, teniendo en cuenta que la cantidad de colágeno del pericardio porcino, similar al bovino, es de F=46.9% [3], y la rigidez del colágeno es E_f= 1GPa [9], el modelo predice un valor para la rigidez del pericardio:

$$E=\frac{1}{3}F\cdot E_f=\frac{1}{3}0.469\cdot 1000=\mathbf{156.3\ MPa} \qquad (1)$$

que está en perfecto acuerdo con los resultados obtenidos directamente de medir las pendiente de las curvas tensión-alargamiento de los ensayos (figura 4c).

4. CONCLUSIONES

Se han ensayado a tracción simple probetas obtenidas de un pericardio de ternera tratado con glutaraldehído en dos direcciones perpendiculares.

La dirección circunferencial presenta una mayor resistencia a tracción y mayor rigidez. Sin embargo el alargamiento en rotura parece independiente de la dirección de la solicitación.

El estudio de la carga de rotura en ambas direcciones permite concluir que el pericardio no es homogéneo a nivel microestructural. Sin embargo, mediante la combinación de la microestructura y del espesor, resulta en un comportamiento mecánico homogéneo e isótropo a nivel macroscópico.

Los resultados experimentales se ajustan bien a la predicción del modelo de Cox para fieltros de fibras largas con orientación aleatoria.

AGRADECIMIENTOS

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

REFERENCIAS

[1] Calero P, Jorge-Herrero E, Turnay J, et al. *Gelatinases in soft tissue biomaterials. Analysis of different crosslinking agents*. Biomaterials 23(16), pp. 3473-3478. 2002.

[2] Jorge-Herrero E, Fernández P, Escudero C, et al. *Calcification of pericardial tissue pretreated with different amino acids*. Biomaterials 17(6), pp. 571-575. 1996.

[3] Braga-Vilela A, Pimentel E, Marangoni S, et al. *Extracellular Matrix of Porcine Pericardium: Biochemistry and Collagen Architecture*. Journal of Membrane Biology 221(1), pp. 15-25. 2008.

[4] Guinea G, Atienza J, Fantidis P, et al. *Increases of Corporal Temperature as a Risk Factor of Atherosclerotic Plaque Instability*. Annals of Biomedical Engineering 36(1), pp. 66-76. 2008.

[5] Atienza JM, Guinea GV, Rojo FJ, et al. *Influencia de la presión y la temperatura en el comportamiento de la aorta y las carótidas humanas*. Revista Española de Cardiología 60(3), pp. 259-267. 2007.

[6] Gilbert TW, Wognum S, Joyce EM, et al. *Collagen fiber alignment and biaxial mechanical behavior of porcine urinary bladder derived extracellular matrix*. Biomaterials 29(36), pp. 4775-4782. 2008.

[7] Tower TT, Neidert MR, Tranquillo RT. *Fiber Alignment Imaging During Mechanical Testing of Soft Tissues*. Annals of Biomedical Engineering 30(10), pp. 1221-1233. 2002.

[8] Cox HL. *The elasticity and strength of paper and other fibrous materials*. British Journal of Applied Physics (3), pp. 72-79. 1952.

[9] Pérez Rigueiro J. *Lecciones de Materiales Biológicos y Biomateriales*. 1ª ed. Madrid; 2006.

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

LA FRACTURA DEL VIDRIO

Francisco Capel

Instituto de Cerámica y Vidrio. Consejo Superior de Investigaciones Científicas.
C/ Kelsen, nº 5, 28049 Madrid. España
E-mail: fcapel@icv.csic.es

RESUMEN

En este trabajo se presenta, en primer lugar, una breve introducción de la física de la fractura del vidrio, en donde se exponen las propiedades mecánicas, la mecánica de fractura y, en segundo lugar, el análisis fractográfico así como los distintos tipos de propagación de la rotura que, normalmente, se presentan en el vidrio. El conocimiento del vidrio desde el punto de vista de su resistencia mecánica y un análisis detallado de la morfología que presenta la fractura del mismo, nos permite conocer las causas que la han motivado, tanto en el caso del vidrio hueco, destinado a la fabricación de envases, como en el vidrio plano,

Palabras clave: Fractura del vidrio, resistencia mecánica, fractografía.

ABSTRACT

In this paper, an introduction to the physics of fracture in glass is first presented, which exposes mechanical properties and fracture mechanics, are considered; secondly, the fractografic analysis as well as the where different types of spreading breakage that normally occur in the glass. A knowledge of the material from the standpoint of its mechanical strength and a detailed analysis of the morphology of the fracture, allows us to infer the causes of the fracture, in the case of hollow glass used in the manufacture of as well, as flat glass, whose application as a structural material is increasingly present in architecture.

Keywords: Fracture of glass, mechanical strength, fractografic.

1.-INTRODUCCIÓN

El vidrio cuyo origen se remonta a los 5.000 años de historia es uno de los materiales más utilizados en aplicaciones muy variadas. Tanto el vidrio hueco, destinado a envases con variados diseños, como el vidrio plano, con múltiples aplicaciones funcionales, han hecho de este material que sea imprescindible en la actualidad.

El vidrio hueco, en sus distintas aplicaciones, apenas tiene problemas de rotura, no sucede lo mismo con el vidrio plano. La utilización de este material como elemento estructural es cada vez más abundante en la arquitectura actual. El vidrio, debido a su atractivo, es un material que está de moda y de ahí su gran utilización por parte de los arquitectos a la hora de "vestir" los edificios con una piel que tiene múltiples posibilidades estéticas, haciendo de los edificios auténticas "cajas de cristal".

El vidrio es un material frágil y, desde el punto de vista estructural, es complejo y atípico y necesita un conocimiento profundo del mismo y de todas las solicitaciones externas a que está sometido para evitar roturas indeseables.

La fragilidad del vidrio se debe a la escasa velocidad con que se relajan en él las tensiones mecánicas que se generan cuando se aplica un esfuerzo determinado. Para superar dicha *fragilidad* y conseguir valores de resistencia mecánica, cada vez más elevados, para su uso como elemento estructural, las propiedades mecánicas del vidrio se han convertido en una de las áreas importantes de investigación. Aunque el término *fragilidad* no admite una definición precisa, sin embargo, tiene algún significado práctico. La fragilidad se considera como la negación de la plasticidad, pero el concepto es algo más complejo. Preston [1] estableció una serie de criterios para definir lo que es un material frágil:

a) *Debe fallar a tracción pero no a cortadura.*
b) *Deberá tener un módulo de elasticidad elevado*
c) *Deberá tener una gran resistencia mecánica a tracción.*
d) *El material debe ser capaz de desarrollar fracturas bifurcadas por tensiones internas.*

Lafragilidad se puede considerar como la suceptibilidad de la estructura de un material a la destrucción sin deformación plástica.
El vidrio se considera como un material elástico casi ideal. Aunque su deformación elástica es muy pequeña, sin embargo, antes de fracturarse *el vidrio cumple la ley*

de HOOKE: la deformación que sufre un material es proporcional a la tensión aplicada. La constante de proporcionalidad se denomina módulo elástico.

Los vidrios, por debajo de su temperatura de relajación, se caracterizan por presentar únicamente un intervalo de deformación elástica lineal y una fractura frágil que se produce espontáneamente cuando se sobrepasa su límite de elasticidad.

2.-RESISTENCIA MECÁNICA DEL VIDRIO

La resistencia mecánica teórica del vidrio pone de manifiesto que sus propiedades no son suficientemente conocidas. Sus valores están comprendidos entre 6.000 y 9.000 MPa (10.000 MPa para la sílice), muy superior a la de los aceros, frente a los 50-70 MPa que presentan los vidrios sodo-cálcicos. La resistencia teórica está calculada sobre la base de la energía necesaria para romper los enlaces Si-O. En la mayoría de los materiales existe una discrepancia entre la resistencia mecánica teórica y la práctica, pero rara vez supera un orden de magnitud, cosa que no sucede con el vidrio.

Se han postulado varias teorías que explican dicho comportamiento, siendo la más aceptada la de GRIFFITH [2], que supone la *existencia de microgrietas en la superficie que actúan como centros de concentración de tensiones.* Otros autores como FISHER, PONCELET y COX consideran que las fisuras o microgrietas aparecen como consecuencia de la aplicación de una tensión en el vidrio.

Generalmente la resistencia mecánica del vidrio disminuye con el grado de deterioro de su superficie. Según GRIFFITH-INGLIS [2,3] la resistencia mecánica es proporcional a la profundidad de grieta, de ahí la baja resistencia mecánica que presentan los vidrios abrasionados. Los vidrios atacados al ácido (por ejemplo con HF) o bien pulidos presentan las resistencias mecánicas más altas debido a la eliminación de las microfisuras superficiales, aunque no se acercan a la resistencia teórica del mismo.

Los fenómenos de fatiga están asociados al efecto que sobre la resistencia mecánica tiene el tiempo de aplicación de la carga. Hay que distinguir dos aspectos observados experimentalmente:

a). La tensión de rotura es más alta a medida que aumenta la velocidad de aplicación de la carga: ***fatiga dinámica.***
b). En el límite de velocidad de aplicación de la carga infinitamente lenta, es decir, una carga constante aplicada a distintos tiempos, da distintos valores para la tensión de rotura: ***fatiga estática.***

El efecto de fatiga estática presenta las siguientes características:
- *Se produce sólo en presencia de humedad. No se observa en el vacío.*
- *No se observa a muy bajas temperaturas (velocidades de reacción débiles).*
- *Se acentúa cuando la temperatura se eleva.*
- *No depende de la importancia de la fisura.*
- *Depende de la composición del vidrio.*

Los fenómenos de fatiga son el resultado de una aceleración en la velocidad de corrosión de la superficie del vidrio por el vapor de agua cuando el vidrio es sometido a una tensión y que causan un crecimiento de las grietas subcríticas existentes hasta un tamaño crítico en el cual se produce la rotura instantánea. El modelo de CHARLES y HILLING [4] constituye la teoría más completa sobre fatiga estática al describir mejor que cualquier otra los resultados experimentales. *Su teoría considera que la fractura está determinada por un mecanismo de corrosión química provocada por el agua en el extremo de la microfisura, y que la energía de activación del proceso de corrosión es una función de la tensión a tracción que actúa sobre la superficie. La incorporación del agua al vidrio se efectúa por un mecanismo de rotura hidrolítica de los enlaces Si-O-Si y fijación de los grupos –OH* [5].

3.-MECÁNICA DE FRACTURA

La mecánica de fractura nos define un campo de separación entre las propiedades del material y la distribución de sus defectos. Por otro lado intenta relacionar las propiedades mecánicas de los materiales con su microestructura [6].

En el proceso de fractura hay que tener en cuenta que cuando son materiales eminentemente frágiles, la deformación plástica a temperatura ambiente no está asociada al movimiento de dislocaciones de forma que las grietas pueden considerarse *afiladas a nivel atómico* [7]. La resistencia a la fractura vendrá dada por la propia red cristalina, y otros mecanismos de aumento de tenacidad, y no por el movimiento de dislocaciones como ocurre en los metales. Aunque estos materiales se pueden tratar a partir de la ***Mecánica de la Fractura Elástica y Lineal***, hay mecanismos físicos como son las zonas microfisuradas, zonas con transformaciones martensíticas, o interaciones entre los labios de la fisura en la cola de la grieta que originan una zona capaz de transmitir carga a pesar de que el material se encuentre fracturado [8]. A esta región se la denomina *cohesiva* y es la responsable de que se originen comportamientos no lineales.

3.1.-Propagación catastrófica de una grieta:

3.1.1.-Principio energético de Griffith

El gran físico británico A.A.GRIFFITH [2], adelantándose a su tiempo, abordó el problema de la fractura de los cuerpos frágiles, estableciendo su célebre criterio de balance energético. Un importante precursor de los estudios de Griffith fue el análisis de tensiones de Inglis sobre un cuerpo tensionado uniformemente conteniendo una fisura de forma elíptica. Si la tensión

aplicada es σ_l, demostró que la tensión máxima en la punta de la grieta viene dada por la expresión (1):

$$\sigma_{max} = \sigma_l [1+(2a/b)] \quad (1)$$

siendo 2a el ancho de la fisura y 2b la longitud de la fisura y que es superior a la tensión aplicada. Cuando $\sigma_{max} = \sigma_{th}$ se producirá el crecimiento de la fisura. Esto significa que la grieta se prolonga y la rotura se producirá a deformaciones más bajas que las teóricamente requeridas. Es decir que con la propagación de estas grietas la fractura mecánica se autodirige.

Los trabajos de Griffith demostraron que la energía de deformación elástica almacenada podía ser igualada a la energía de superficie que se forma por la propagación de la grieta.

Griffith ideó un modelo para la propagación de grietas en términos de un proceso termodinámico reversible, basándose en el concepto de que todo sistema estático tiende al equilibrio buscando una situación de mínima energía libre. Dedujo la tensión máxima que puede soportar un vidrio sin romperse, que contiene una fisura de longitud 2a, viene dada por la expresión (2).

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E\gamma_o}{\pi a}} \quad (2)$$

Siendo E el módulo elástico y γ_o la energía superficial del material.

Si queremos obtener un material de alta resistencia debe tener un alto valor del módulo E, pequeño tamaño de defecto a, y alta energía superficial γ_o, lo que se traduce en conseguir mejor empaquetamiento atómico unidos por enlaces lo más energéticos posibles (enlaces covalentes).

3.1.2.-Principio analítico de G.R. Irving

Los modos de propagación de una grieta en función de las fuerzas aplicadas y sus correspondientes superficies de fractura se pueden resumir en tres casos o modos: Modo I, abertura de grieta; Modo II, deslizamiento y Modo III, cizalladura. Cualquier otro modo de fractura es una combinación lineal de los mismos. El Modo I es más peligroso y el más frecuentemente encontrado en la propagación de una grieta de los materiales frágiles.

Irwin [3] generaliza la teoría de Griffith y define el término $\sigma a^{1/2}$, como **factor de intensidad de tensiones K**, el cual mide la intensidad de la tensión debido a la presencia de una grieta. Considera el campo de tensiones creado en el frente de una fisura de un material sometido a una tensión σ. Mediante análisis tensorial, utilizando las funciones de Westergaard [9] se puede describir el estado de tensiones en un punto M(r, θ) situado a una distancia r (r<<a) del frente de la fisura y los correspondientes desplazamientos, expresiones (3):

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \qquad u_i = \sqrt{\frac{K_I}{2E}}\sqrt{\frac{r}{2\pi}} f_i(\theta) \quad (3)$$

El factor K_I depende de la geometría del sistema del tamaño de la fisura y de la forma como se aplica la carga exterior:

$$K_I = Y\sigma a^{1/2} \quad (4)$$

siendo Y un factor geométrico (polinomio) función de la geometría de la probeta y del modo de carga.

Existe un valor límite de $K_I \Rightarrow K_{IC}$ que es una característica intrínseca del material y que es cuando la fractura se inicia. El factor $\mathbf{K_{IC}}$ se denomina **factor crítico de intensidad de tensiones** para el Modo I. También se denomina **tenacidad** del material. La tensión de fractura puede expresarse (a_c=defecto crítico) por la expresión (5):

$$\sigma_f = \frac{K_{IC}}{Y a^{1/2}} \text{ o bien } \sigma_f = \frac{1}{Y}\sqrt{2E\frac{\gamma_o}{a_c}} \quad (5)$$

Las relaciones anteriores están definidas para un material perfectamente frágil. En caso de materiales metálicos y bastantes cerámicos con fases vítreas, existe una deformación plástica localizada en el frente de la grieta. En este caso se reemplaza el valor de γ_o por γ_i, siendo γ_i la suma de todas las energías disipadas por unidad de superficie de grieta durante la propagación [10].

La disminución de energía almacenada por unidad de extensión de la grieta, G_{IC} en el caso de propagación catastrófica se podrá poner como: $G_{IC}=2\gamma_i$

La aproximación de Irwin consiste en calcular el trabajo necesario para cerrar una fisura para el modo I que viene dada por la expresión (6):

$$G_I = \frac{K_I^2}{E} \quad G_I = \frac{K_I^2}{E}(1-\mu^2) \quad (6)$$

El primer caso es para tensión plana y el segundo para deformación plana (μ, coeficiente de Poisson).

Mediante la mecánica lineal de fractura se puede definir, por tanto, la resistencia a la propagación de grietas mediante los parámetros equivalentes: γ_i, K_{IC} y G_{IC}.

4. FRACTOGRAFIA

Una vez iniciada la fractura, de acuerdo con los criterios de la teoría de GRIFFITH, en un punto de la superficie del vidrio, cuando la fisura alcanza el tamaño crítico esta se propaga catastróficamente. La velocidad de

propagación depende de la longitud de la fisura inicial, velocidad de aplicación de la carga, humedad ambiental y composición del vidrio.

El estudio y análisis de la forma y tipo de fractura de un material se conoce con el nombre de ***fractografía***.

Cuando un vidrio se fractura debido a un esfuerzo de tracción, la nueva superficie creada, denominada *superficie de fractura,* por la rotura presenta tres zonas perfectamente delimitadas en la superficie de fractura tal y como se aprecia en la figura 1.

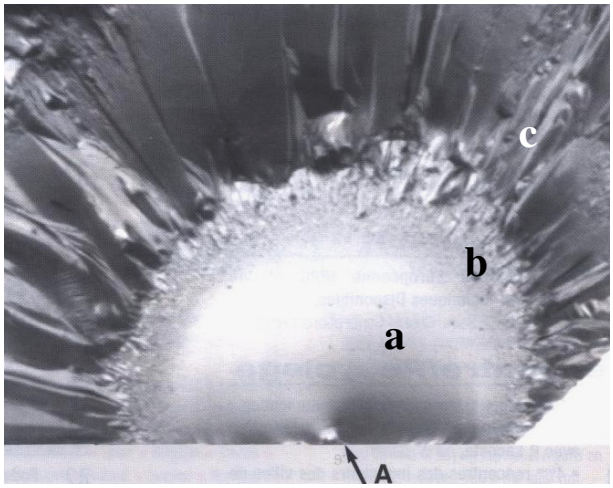


Fig. 1.-Espejo de fractura de una varilla rota por tracción: a) zona de espejo (*mirror*); b) zona de niebla (*mist*) y c) zona de estrías (*hackle*). A) origen de la fractura.

La **zona espejo** es la zona inmediatamente vecina al punto de origen A, es lisa y brillante, aunque si la tensión de rotura es muy grande puede llegar a ser algo nebulosa. Se ha observado experimentalmente en vidrios que: el radio de la zona espejo r y la tensión de fractura σ_f están relacionados mediante una ecuación definida empíricamente por la expresión (8):

$$A = \sigma_f r^{1/2} \qquad (8)$$

siendo A una constante denominada *constante espejo*.
La zona espejo puede dar valiosa información sobre la fractura: la posición de la zona espejo indica el origen de la fractura; la forma nos da idea de la distribución de tensiones y el tamaño nos indica la magnitud de la tensión que generó la fractura.

La **zona de niebla** está formada por un arco estrecho que rodea a la zona de espejo y su superficie de fractura presenta un aspecto rugoso.

La **zona de estrías** o zona de fractura propiamente dicha, está formada por dos tipos de líneas, que corresponden a la interacción con defectos del material de las dos ondas de propagación, la transversal y la longitudinal. Por un lado tenemos las líneas radiales que parten de la zona de niebla y siguen paralelamente a la dirección de propagación y, por otro lado, se observan una sucesión de ondas de fractura.

Para analizar una fractura se puede emplear desde la observación a simple vista, hasta la observación por microscopía electrónica. En investigación tiene más interés las fracturas controladas, pero de hecho las fracturas de los materiales se presentan en las condiciones de uso de los mismos, con lo cual hay que analizar a posteriori las posibles causas que las motivaron, siendo a veces muy difícil su interpretación.

Se debe empezar siempre la observación a pocos aumentos y posteriormente ir ampliando dicha observación con objeto de tener siempre presente una visión de conjunto de la muestra. Es conveniente disponer de un croquis de la probeta para conocer en cada momento la zona que se esté observando, así como las características de la misma.

4.1. Propagación de la rotura.

La propagación propiamente dicha de la fractura sigue una serie reglas características dependiendo de la dirección y magnitud del esfuerzo de tracción que ha provocado la rotura. En la figura 2, se presentan los distintos tipos de propagación de la fractura en el vidrio [11].

-La dirección de propagación de la fractura es perpendicular al esfuerzo de tracción que la produjo (a).

-Si no existen inhomogeneidades y tensiones permanentes o temporales en el vidrio, la propagación de la fractura es recta. En caso contrario sigue una trayectoria curva correspondiendo las zonas externas a la parte convexa a zonas de tensiones a compresión, y las internas a la parte cóncava a zonas de tensión a tracción. La fractura evita pasar por zonas a compresión. A altas velocidades de propagación, más recta es la propagación (impacto); a bajas velocidades de propagación hay más tendencia a curvarse (choque térmico, b)

-En ausencia de tensiones e inhomogeneidades en el vidrio y si el esfuerzo aplicado es elevado, la fractura se bifurca de forma simétrica. La distancia del punto de

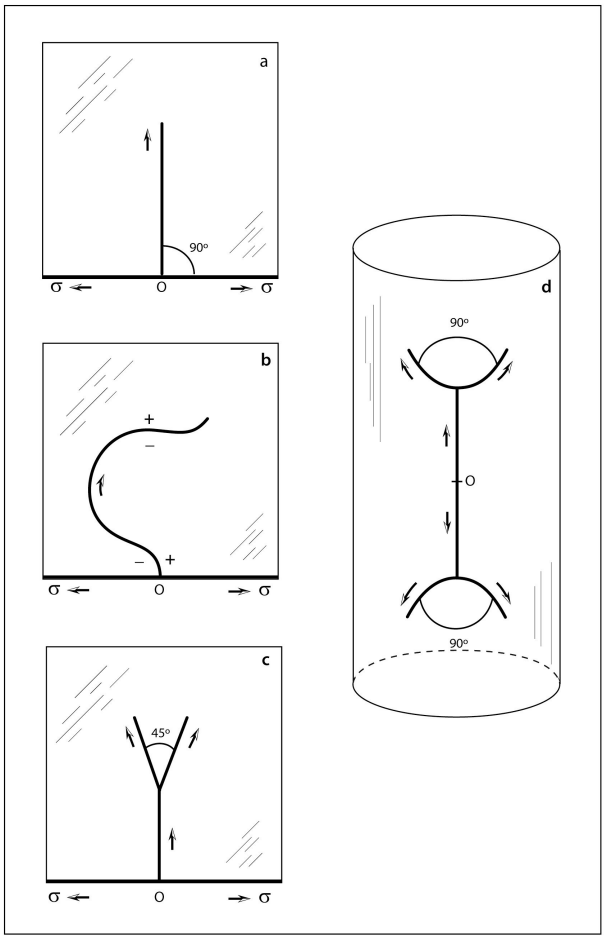


Fig. 2.-Tipos de propagación de la fractura en el vidrio [11].

origen a la cual aparece la bifurcación, es inversamente proporcional al cuadrado de la tensión de fractura inicial y no depende de la velocidad de propagación. El ángulo de una bifurcación simple, en ausencia de tensiones, es de 45 º (c). En el caso de envases rotos por presión interna el ángulo puede se mayor, de hasta 90 º (d).

-Si el esfuerzo de tracción forma cierto ángulo con la superficie del vidrio se pueden producir fracturas paralelas a la superficie del vidrio, roturas concoidales.

4.2. Inclusiones en el vidrio.

Siempre que aparece una heterogeneidad en el vidrio se genera una tensión a su alrededor. Normalmente cuando aparece un infundido, piedras, etc, los sistemas de detección del control de calidad hace que rechacen bien las unidades de vidrio hueco que contenga dicha inclusión o bien las zonas en donde aparecen en el vidrio plano. Sin embargo, hay otro tipo de inclusiones metálicas, debidas al sulfuro de níquel, que son muy difíciles de detectar a causa de su pequeño tamaño, 100-500 μm y que dan lugar a roturas espontáneas en los vidrios templados térmicamente [5]. Una vez instalados, debido a las enormes tensiones mecánicas que se generan a su alrededor, por el aumento de volumen que tiene lugar en la transformación α-β de la variedad exagonal del sulfuro de níquel de alta temperatura, con estructura de *niquelina*, a la fase conocida con el nombre de *milerita*, que es la forma romboédrica estable a baja temperatura, Fig. 3.

Fig. 3.-Fractura de un vidrio templado por inclusión de una partícula de sulfuro de níquel.

En este caso la determinación mediante el análisis fractográfico de la patología de un vidrio monolítico es imposible debido a que el vidrio se destruye totalmente por estar templado. En los vidrios laminares, si hay posibilidad de visualizar y analizar la inclusión metálica que provocó su rotura.

5.-PRINCIPALES TIPOS DE FRACTURA QUE PRESENTA EL VIDRIO.

La extensa aplicación del vidrio en la actualidad y el complejo comportamiento mecánico que presenta el material ante las distintas solicitaciones externas a que está sometido durante su uso, hace que cada vez más sea imprescindible el conocimiento del material para adaptarlo correctamente a la aplicación a la que a sido requerido.

Las principales roturas que se vienen produciendo en el vidrio, tanto en vidrio hueco como en el vidrio plano están relacionadas fundamentalmente con los siguientes aspectos:

Vidrio hueco:
- *tensiones permanentes (mal recocido)*
- *impacto*
- *presión interna*
- *dimensiones/diseño*
- *infundidos*

Vidrio plano:
- *choque térmico/acabado defectuoso de sus bordes*
- *impacto*
- *cálculo incorrecto de las dimensiones*
- *montaje inadecuado/limitación de la dilatación*
- *inclusiones metálicas: sulfuro de níquel (vidrios templados térmicamente)*

Agradecimientos:

A D. José Pablo Calvo del CITAV, por la ayuda recibida en la resolución de problemas de fractura en los vidrios con aplicación estructural.

REFERENCIAS

[1] Preston, F.W.,J.Am.Ceram. Soc.,15,176 (1932)
[2] A.A.Griffith, "Phil. Trans. Roy. Soc, Vol. A221, p. 163-197. London (1921).
[3] G.R.Irwin, "Analysis of stresses and strains near the end of a craack traversing a plate. J. Appl.Mech. Vol. 24, nº 3, p. 361-364, 1957
[4] Charles, R.J., J.Appl. Phys. 29 (1958) p.1657.
[5] Fernández, J.M., El Vidrio. Ed. C.S.I.C. Madrid 1985
[6] R. W. Davidge, "Effects of Microstructure on the Mechanical Properties of Ceramics. Fracture Mechanics of Ceramics. Vol. 2 Edit. Bradt, Hasselman,
[7] B.R. Law, "Fracture of brittle solids". Ed. Cambridge University Press, U.K. (1993).
[8]J. Y. Pastor, "Fractura de materiales cerámicos estructurales avanzados". Tesis Docoral. Facultad de Ciencias Físicas. Universidad Complutense. Madrid 1993.
[9] H.M. Westergaard, "Bearing pressures and cracks". J.Appl. Mech. 139, Vol. 61, 1939.
[10] R. Torrecillas, "Comportamiento mecánico de Mullita y Mullita -Circona obtenida por sinterización reactiva". Tesis. Universidad de Educación a Distancia. Madrid, 1990.
[11]Mari, E., Los Vidrios. Ed. Americalee Buenos Aires (Argentina), p.98 1982

NANOINDENTACIÓN de compuestos de ALÚMINA-10 vol. % TITANATO DE ALUMINIO

C. A. Botero[1], E. Jiménez-Piqué[1], N. Salán[1], C. Baudín[2] y L. Llanes[1]

[1]Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universitat Politècnica de Catalunya, Avda. Diagonal 647 (ETSEIB), 08028 Barcelona
e-mail: luis.miguel.llanes@upc.edu

[2]Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC, Kelsen 5, 28049 Madrid
e-mail: cbaudin@icv.csic.es

RESUMEN

En el presente trabajo se han estudiado, mediante la técnica de nanoindentación, las propiedades mecánicas de compuestos de alúmina-titanato de aluminio, Al_2O_3 + 5vol. % y +10 vol. % Al_2TiO_5, sinterizados bajo tres condiciones de temperatura (1450ºC, 1500ºC y 1550ºC) y para dos condiciones de tiempo (1h y 3h), lo que induce diferentes distribuciones de tamaño de grano en la segunda fase. Se han realizado indentaciones a diferentes profundidades de penetración (h_{max}: 2000 nm, 1000 nm, 300 nm y 100 nm) con el objeto de evaluar la respuesta global del compuesto y la respuesta individual de sus componentes, especialmente del Al_2TiO_5. Las huellas remanentes se han visualizado mediante técnicas de microscopía confocal (MC), microscopía electrónica de barrido (MEB), y microscopía de fuerza atómica (MFA). Se observó microagrietamiento para las muestras sinterizadas a 3h, debido a la mayor distribución de tamaño en los granos de alúmina presente en estos materiales. Se han calculado, de manera experimental, el módulo elástico del titanato de aluminio, E: 346.7 ± 60.0 GPa, y su dureza, H: 22.2 ± 2.5 GPa, estableciéndose relaciones entre dichas propiedades mecánicas y el tamaño de grano. El incremento del tamaño de grano en el Al_2TiO_5 se asocia a una disminución de los valores de sus propiedades mecánicas para los primeros nanómetros de penetración.

ABSTRACT

The mechanical properties of different alumina-mullite composites, Al_2O_3 + 5vol. % and +10 vol. % Al_2TiO_5, were analyzed by using nanoindentation techniques. Those materials have been sinterized under three temperature conditions (1450°C, 1500°C and 1550°C) and two time conditions (1h and 3h). Such conditions imply different second phase grain size distribution as well as heterogeneous microstructure. With the aim of evaluating the global response of the composite, and the individual responses of each component, indentations with different penetration depths were performed. The residual imprints on material were observed by using confocal microscopy (CM), scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM). Microcracking was observed on 3h sintered samples because of the higher alumina grain size distribution founded on these materials. Young modulus, as well as hardness of aluminium titanate, were experimentally calculated (E: 346.7 ± 60.0 GPa and H: 22.2 ± 2.5 GPa respectively), and relationships between grain size and mechanical properties were established. Grain size increases have been associated to in mechanical properties as expected for the first penetration nanometers.

PALABRAS CLAVE: Alúmina-Mullita, nanoindentación, AFM, microscopía confocal, microfisuración.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las principales limitaciones en el uso de materiales cerámicos estructurales es su fragilidad o sensibilidad al daño, asociada a la propagación de grietas existentes en el material durante el procesamiento, o generadas durante su uso en servicio. En ese sentido, una de las estrategias más utilizada es conferirles, mediante la adición de segundas fases, mecanismos de aumento de tenacidad y de tolerancia al daño.

En el caso particular de la alúmina, se han detectado aumentos significativos, tanto en la tenacidad de fractura como en la tensión de rotura, al adicionar partículas nanométricas de SiC como segunda fase [1,2]. En estos materiales se ha evidenciado que el modo de fractura varía de intergranular, típico en alúmina de grano fino, a transgranular en los compuestos, por lo que se ha propuesto un mecanismo basado en el desarrollo de tensiones residuales para explicar las mejoras observadas en dichas propiedades.

Adicionalmente, se han presentado mejoras en la respuesta bajo solicitaciones de contacto en materiales de matriz alúmina y segundas fases de grafito y nanotubos de carbono [3], en los que se suprime la nucleación de fisuras radiales bajo indentación Hertziana sin que tengan lugar variaciones de la tenacidad respecto a los de la matriz. Este comportamiento responde a una redistribución del daño mediante deformación por cizalladura interfacial en los límites partícula-matriz.

El titanato de aluminio (Al_2TiO_5) se ha empleado como segunda fase en materiales con matriz de alúmina en tanto que mejora su tolerancia al daño y su tenacidad [4-12]. En trabajos previos [4-7, 13] se han propuesto, como mecanismos de aumento en la tenacidad para materiales de alúmina con porcentajes de titanato de aluminio superiores al 10% en vol., el "puenteo" de fisuras, así como el microagrietamiento debido a las tensiones residuales, producidas por los desajustes en los coeficientes de expansión térmica durante el enfriamiento. En este contexto para el titanato de aluminio se estiman, por distintos métodos, diámetros críticos de 1-2 μm, 2.5 μm y 3-4 μm, por debajo de los cuales no existe una cantidad de microgrietas suficiente como para producir un efecto notable en las propiedades mecánicas. Debido a las dificultades experimentales para sintetizar titanato de aluminio no-microfisurado, así como para medir sus propiedades mecánicas intrínsecas, se han estimado teóricamente a partir de las propiedades de distintos materiales compuestos Al_2O_3/Al_2TiO_5. Así, y según el modelo de Reuss, los valores de módulo elástico de estos materiales se estiman en torno a 188 GPa para Al_2O_3–10 vol. % Al_2TiO_5, y a 225 GPa para Al_2O_3–5 vol. % Al_2TiO_5 [14].

Es evidente que se requiere una mayor documentación experimental sobre las propiedades del Al_2TiO_5 para lograr un diseño micromecánico óptimo de materiales compuestos en los que este material está presente como segunda fase y deviene, por tanto, el objetivo principal de este trabajo. Para ello, se utilizan, de manera complementaria, las técnicas de nanoindentación, MC, MEB y MFA a fin de determinar las propiedades mecánicas globales y locales de materiales de Al_2O_3 con 5vol. % Al_2TiO_5 y con 10 vol. % Al_2TiO_5, que presentan microestructuras controladas y distribuciones de tamaño de grano de segunda fase inferiores a 3μm. De manera adicional, se determina experimentalmente el módulo elástico del titanato de aluminio, con tamaños de grano inferiores al diámetro crítico para la microfisuración.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las condiciones de procesamiento y la cantidad presente de segunda fase para los materiales empleados, se recogen en la tabla 1. Todos los materiales indicados presentan, en general, densidades teóricas próximas al 98.6%, dispersión homogénea de partículas y microestructuras controladas, con tamaños de grano de Al_2O_3 menores que 4 μm y de Al_2TiO_5 por debajo de 3 μm [14]. Algunas características microestructurales de los materiales estudiados se muestran en la tabla 2, a partir de la cual cabe resaltar, como la principal diferencia microestructural, que el material sinterizado a 1550ºC y 3 horas posee un tamaño de grano de alúmina significativamente mayor al observado en las demás muestras.

Tabla 1. Características microestructurales y condiciones de procesamiento de los materiales de matriz Alúmina empleados.

%vol. AT	***T sint(ºC)***	***t sint (h)***	***Nomenclatura***
5	1450	3	A5ATp14503h
5	1500	1	A5ATp15001h
10	1450	3	A10ATp 14503h
10	1500	1	A10ATp 15001h
10	1550	3	A10ATp 15503h

Tabla 2. Características microestructurales de los materiales de matriz Alúmina empleados.

	Tamaño medio de grano(μm)			
	5% vol. AT	***10% vol. AT***		
T	***1500 ºC***	***1450 ºC***	***1500 ºC***	***1550 ºC***
t	***1h***	***3h***	***1h***	***3h***
A	0.5 ± 0.1	1.3 ± 0.1	1.4 ± 0.2	1.9 ± 0.1
AT	0.75 ± 0.1	1 ± 0.2	1.3 ± 0.2	1.4 ± 0.1

Para la caracterización micromecánica, se pulieron las muestras manualmente, tras lo cual se indentaron a distintas profundidades de penetración: 2000 nm, 1000 nm, 300 nm, y 100nm, a fin de estudiar el comportamiento mecánico global del material, así como el de las fases individuales. Estos ensayos fueron efectuados en un equipo Nanoindenter XP de MTS, 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. Los valores de dureza (H) y de módulo elástico (E) se calcularon en función de la profundidad de penetración, mediante el modelo de Oliver y Pharr [15].

Se realizaron, inicialmente, matrices de 9 indentaciones (3x3), a 2000 nm y 1000 nm de profundidad de penetración, a fin de observar el comportamiento mecánico global de los materiales. Posteriormente, se realizaron matrices de 4x4 indentaciones pequeñas (300 nm de profundidad), contiguas a una matriz de 2x2 indentaciones grandes (2000 nm), hechas con el propósito de facilitar la identificar la identificación y localización de las indentaciones pequeñas en la muestra. Estas últimas indentaciones no resultaron ser

suficientemente pequeñas para caracterizar el comportamiento individual de las fases, de modo que se diseñó una matriz de 10x10 indentaciones de 100 nm de profundidad, que produjeron huellas suficientes para evaluar el comportamiento individual de las fases y de modo que las huellas residuales estuvieran justo en el límite de resolución de las técnicas de caracterización empleadas. En la figura 1 se presenta la matriz de 4x4 indentaciones a 300 nm de profundidad así como las indentaciones grandes empleadas para su ubicación.

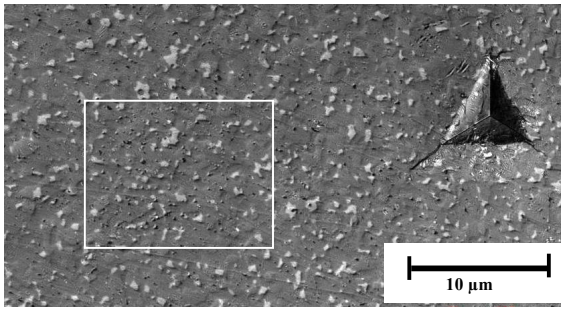


Figura 1. Matriz de 10x10 indentaciones a 100 nm de profundidad para A5ATp15503h (en recuadro blanco). A la derecha de la imagen se halla una de las indentaciones grandes (1000 nm) de referencia.

Las huellas de indentación remanentes se caracterizaron microscópicamente mediante MC, con un microscopio Olympus LEXT OLS 3100; mediante MEB, con un equipo JMS 6400 de JEOL, y microscopía de fuerza atómica (MFA), a partir de un modelo Veeco, dim-V.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÒN

En este apartado se presentan los resultados obtenidos divididos en dos apartados: por un lado, las propiedades mecánicas globales, obtenidas mediante indentaciones a mayores profundidades (1000 nm y 2000 nm), y por otro lado, las propiedades mecánicas de cada una de las fases presentes, determinadas a partir de indentaciones realizadas a profundidades menores (100 nm y 300 nm).

3.1 Comportamiento Mecánico Global del Compuesto

Se realizó una matriz de 3x3 indentaciones a 2000 nm de profundidad para estimar el comportamiento mecánico global del compuesto. En la figura 2 se muestra una imagen obtenida mediante microscopía confocal, en la que se observa una de estas indentaciones en la muestra A5ATp15503h. Con flechas blancas se indican las partículas de Al_2TiO_5, que en la imagen aparecen con una tonalidad clara, distribuidas en una matriz más oscura de Al_2O_3.

En el gráfico de la figura 3 se presentan las curvas de módulo elástico (E) *versus* la profundidad de penetración (h) para los diferentes materiales estudiados mientras que los valores obtenidos de módulo y dureza, para cada uno de ellos, se resumen en la Tabla 3.

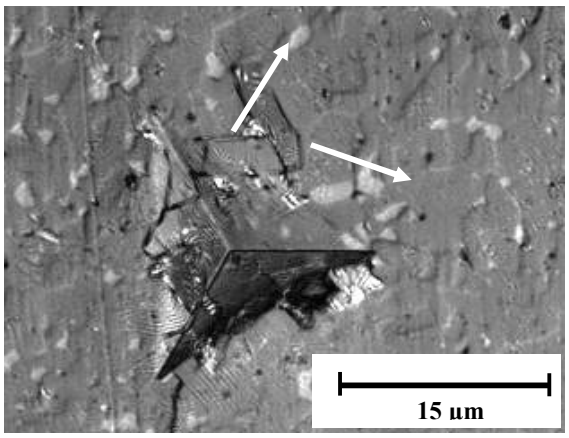


Figura 2. Huella de indentación en el material A5ATp15503h, obtenida a 2000 nm de profundidad. Las flechas blancas indican los granos de Al_2TiO_5 de color gris claro, y los de Al_2O_3 de color gris oscuro.

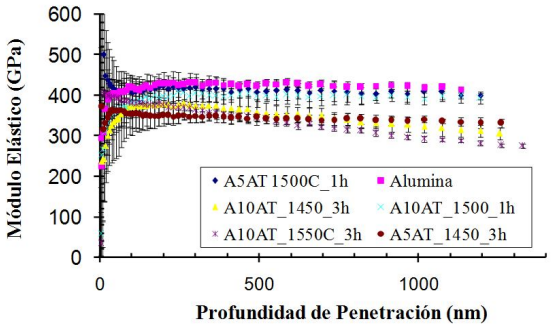


Figura 3. Gráfico E vs h para los diferentes materiales estudiados.

Tabla 3. Valores E y H para los diferentes materiales.

	Módulo [GPa]	Dureza [GPa]
Alúmina Monolítica	413 ± 9	26,2 ± 0.5
A5ATp 14503h	325 ± 8	19,5 ± 0.8
A5ATp 15001h	391 ± 16	23,3 ± 0.4
A10ATp 14503h	296 ± 15	22,4 ± 1.3
A10ATp 15001h	390 ± 16	22.5 ± 0.9
A10ATp 15503h	266 ± 4	20.9 ± 0.6

En el gráfico de la figura 3, para las muestras sinterizadas durante 3 h, se aprecian disminuciones en los valores de módulo (E) a medida que aumenta la profundidad de penetración, fenómeno asociado a la aparición de microagrietamiento, como se ha sugerido en estudios similares [16]. Este comportamiento se

explica por el crecimiento de grano de la fase matriz alúmina referido anteriormente en la Tabla 2 con el tiempo y la temperatura de tratamiento. Entre los materiales sinterizados a 1500ºC y 1h, para 5 vol. % y 10 vol. % de segunda fase, no se encontraron diferencias significativas, presentando en ambos casos propiedades (E y H) más cercanas a la alúmina monolítica, como revelan los valores de la Tabla 3. Por otro lado, la comparación entre materiales sinterizados a 3h para diferentes temperaturas, indicaría que la temperatura de sinterización no parece tener un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas determinadas.

De manera adicional a las indentaciones de 2000 nm de profundidad, se realizaron indentaciones a 1000 nm, 300 nm, y 100 nm, con la finalidad de identificar el comportamiento mecánico de cada una de las fases constituyentes por separado. Así, en las imágenes de MEB mostradas en la figura 4, se presenta una indentación realizada sobre el material A10ATp15001h a 1000 nm de profundidad y puede observarse una correspondencia entre la imagen izquierda, obtenida con electrones secundarios, en la que los granos de Al_2TiO_5 se contrastan por su relieve, en comparación con la matriz de Al_2O_3, con la imagen de la derecha, obtenida con electrones retrodispersados, en la que el contraste se obtiene por las diferencias de composición química entre ambas fases. Cabe destacar que las diferencias en peso atómico entre las fases estudiadas no es suficientemente grande como para obtener un contraste óptimo en las imágenes MEB, por lo que en este estudio se han empleado técnicas complementarias, como la microscopía confocal, a la hora de identificar adecuadamente las fases estudiadas.

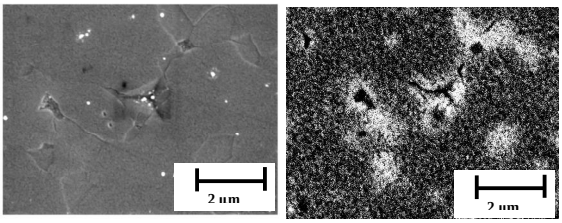


Figura 4. Imágenes SEM de huellas de indentación realizadas a 1000 nm de profundidad sobre la muestra A10ATp15001h.

3.2 Comportamiento Individual de Fases

Debido a que el material A5ATp15001h es el que ha presentado las mejores propiedades mecánicas del conjunto de materiales estudiados, éste se ha utilizado para realizar indentaciones suficientemente pequeñas, con el objetivo de medir las propiedades individuales de los componentes. Así, se ha realizado una matriz de 10x10 indentaciones a 100 nm de profundidad, con la intención de conseguir que queden indentaciones ubicadas tanto en granos de matriz como en granos de segunda fase. En la figura 5 se presenta una imagen, obtenida por microscopía confocal, que recoge las 100 indentaciones en el material estudiado.

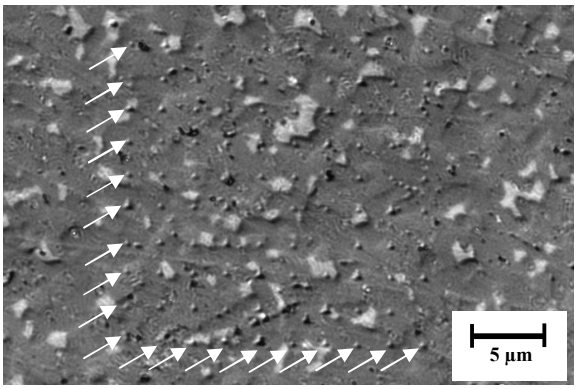


Figura 5. Imagen confocal de matriz de 10x10 indentaciones a 100 nm de profundidad en muestra A5ATp15001h. Los lados de la matriz se señalan con flechas blancas

En el gráfico de la figura 6 se recogen los valores promediados de dureza, en función de la profundidad de penetración, para huellas de indentaciones localizadas plenamente en granos de alúmina y de titanato de aluminio.

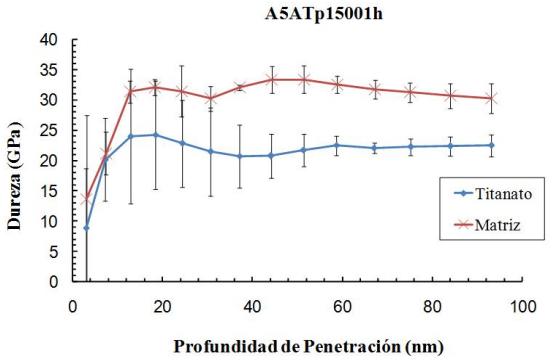


Figura 6. Valores promediados H vs h para indentaciones en granos de Al_2O_3 y Al_2TiO_5.

En la figura 6 se observa, para la curva correspondiente al Al_2TiO_5, una mayor dispersión de los resultados, especialmente para los primeros 50 nm de profundidad, mientras que, a partir de aquí, se estabilizan los valores de dureza, tanto para Al_2O_3 como para Al_2TiO_5. Se encuentra un valor de E = 420,1 ± 30,0 GPa y de H = 31,2 ± 2,5 GPa para Al_2O_3, mientras que para Al_2TiO_5 los valores de E y H obtenidos son de 346,7 ± 60,0 GPa y 22,2 ± 25 GPa respectivamente, ligeramente superiores a los hallados teóricamente para este componente en trabajos previos. Sin embargo, debe tenerse en cuenta los efectos que puede inferir la matriz de alúmina circundante sobre la respuesta obtenida en granos de titanato de aluminio. Esto dado que tanto el

tamaño de las indentaciones, así como los campos físicos de las propiedades medidas, E y H, son comparables en magnitud con el de los granos estudiados, pudiendo influir en algún grado las propiedades de la alúmina misma.

Debe indicarse también que las diferencias halladas entre los granos de una y otra fase son mayores al comparar los valores de dureza, y no tan importantes si se comparan los valores de módulo elástico. Esto se debe a que el campo físico de la dureza bajo la indentación es de menor tamaño que el asociado al módulo elástico, lo cual facilita la identificación de comportamiento en granos individuales.

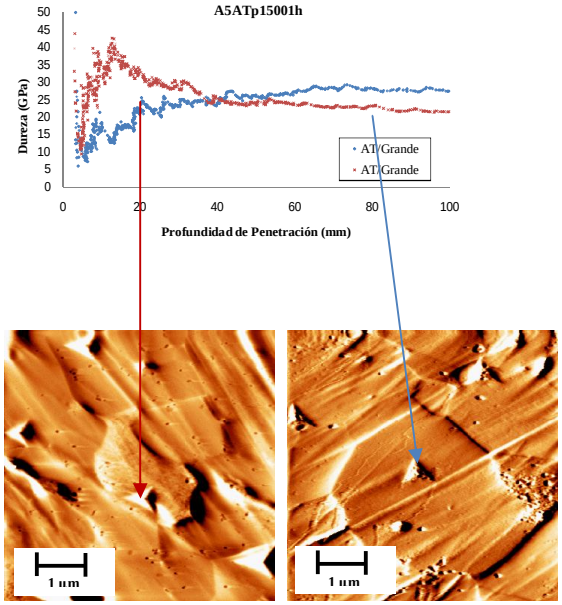


Figura 7. H vs h para dos indentaciones situadas en granos de titanato de aluminio de distinto tamaño y respectivas micrografías AFM tomadas bajo el modo "contacto".

En la figura 7 se presentan las curvas H *vs* h para dos indentaciones correspondientes a granos de titanato de aluminio de distintos tamaños (2 y 5 µm, aprox.), que se hallan dentro del rango de tamaños críticos para la microfisuración, según lo indicado en la literatura para estos materiales.

En los primeros 50 nm de profundidad se puede observar, para el grano menor, un comportamiento similar al de la alúmina, con valores de H hasta de 45 GPa y que disminuyen con la profundidad. De modo similar, el grano mayor presenta valores de dureza más bajos que tienden a aumentar con la profundidad de penetración. Hasta aquí, los resultados concuerdan con lo esperado para el comportamiento de granos no-microfisurados y fisurados, teniendo en cuenta un diámetro crítico promedio para la fisuración de aproximadamente 2,2 µm. Después de los 50 nm de profundidad se aprecia una estabilización en los valores de dureza de ambos granos, siendo el grano mayor quien presenta una dureza más elevada. A partir de resultados como estos podría inferirse que, durante los primeros nanómetros de profundidad se miden las propiedades intrínsecas de los granos de titanato de aluminio y que la influencia de la matriz se hace más evidente conforme aumenta la profundidad de penetración. No obstante, hay que contemplar que las primeras etapas del contacto son más susceptibles a errores debido a la técnica misma, lo que podría enmascarar la respuesta de los materiales.

Cabe decir que, de cualquier modo, no ha sido posible observar microgrietas en la superficie de los granos de Al_2TiO_5 indentados, como lo corroboran las imágenes obtenidas por MFA, tomadas a altas magnificaciones, como la mostrada en la figura 8.

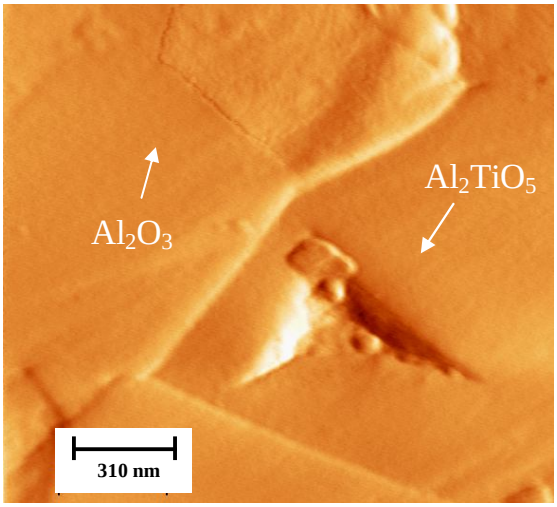


Figura 8. Imagen AFM en modo "tapping" de indentación en grano de Al_2TiO_5 para la muestra A5Tp15001h, sin microfisuras aparentes.

Así, los resultados descritos anteriormente, pueden ser debidos a que los granos de titanato se encuentran sometidos a tensiones residuales de compresión, lo cual induce fenómenos de cierre de grietas, o simplemente a que existen grietas internas, no visibles superficialmente mediante las técnicas empleadas para ello. De este modo sería interesante evaluar el daño producido subsuperficialmente mediante cortes transversales realizados por técnicas de haz de iones dirigidos (FIB).

4. CONCLUSIONES

Los materiales sinterizados durante 3h, con tamaños de grano de alúmina mayores, presentaron evidencia de microagrietamiento en el material. No se ha encontrado una influencia significativa de la temperatura de sinterización ni de la proporción de segunda fase sobre

el módulo elástico y/o la dureza para los compuestos estudiados.

A partir de nanoindentaciones a una profundidad de penetración de 100 nm para un material Al_2O_3-5 vol. % Al_2TiO_5, se han obtenido, experimentalmente, valores del módulo de elasticidad y de dureza en granos el titanato de aluminio de tamaño inferior al crítico.

Pese a no evidenciarse microagrietamiento superficial en las observaciones realizadas, el aumento en el tamaño de grano ha revelado una influencia negativa sobre las propiedades mecánicas medidas de Al_2TiO_5 para los primeros 50 nanómetros de penetración, indicando la posible microfisuración subsuperficial del material, no observable por las técnicas superficiales empleadas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación recibida en el marco del proyecto MAT 2006-13480. Los autores agradecen especialmente la colaboración de J.M. Manero en el análisis por MEB y de F. García en el análisis por AFM. Particularmente, C.A. Botero desea expresar su agradecimiento a la Generalitat de Catalunya por la concesión de una beca predoctoral para la formación de personal investigador mediante la Agència de Gestió d'Ajuts Universitaris i de Recerca AGAUR.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Sternitzke, M. Review: Structural Ceramic Nanocomposites, J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 17, 1997, 1061– 82.

[2] Niihara, K. New design concept of structural ceramics-ceramic nanocomposites, J. Ceram. Soc. Japan, Vol. 99, 1991, 974–982.

[3]. Wang, X., Padture, N.P. y Tanaka, H. Contact-damage-resistan ceramic/single-wall carbon nanotubes and ceramic/graphite composites. Nature Materials, Vol. 3, 2004, 539.

[4]. Runyan, J. L. y Bennison, S. J. Fabrication of flaw-tolerant aluminium titanate-reinforced alumina. J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 7, 1991, 93–99.

[5] Lawn, B. R., Padture, N. P., Braun, L. M. y Bennison, S. J. Model for toughness curves in two-phase ceramics. I. Basic fracture mechanics. J. Am. Ceram. Soc., Vol. 76, 1993, 2235–2240.

[6] Padture, N. P., Runyan, J. L., Bennison, S. J., Braun, L. M. y Lawn, B.R. Model for toughness curves in two-phase ceramics. II. Microstructural variables. J. Am. Ceram. Soc., Vol. 76, 1993, 2241–2247.

[7]. Padture, N. P., Bennison, S. J. y Chan, H. M. Flaw-tolerance and crack-resistance properties of alumina–aluminium titaate composites with tailored microstructures. J. Am. Ceram. Soc., Vol. 76, 1993, 2312–2320.

[8]. Baudin, C., Sayir, A. y Berger,M. H. Mechanical behaviour of directionally solidified alumina/aluminium titanate ceramics. Acta Mater., Vol. 54, 2006, 3835–3841.

[9]. Dakskobler, A. y Kosmac, T. Preparation and properties of aluminium titanate–alumina composites. J. Mat. Res., Vol. 21, 2006, 448–454.

[10]. Bueno, S. y Baudin, C. Layered materials with high strength and flaw tolerance based on alumina and aluminium titanate. J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 27, 2007, 1455–1462.

[11]. Uribe, R. y Baudin, C. Influence of a dispersion of aluminium titanate particles of controlled size on the thermal shock resistance of alumina. J. Am. Ceram. Soc., Vol. 86, 2003, 846–850.

[12]. Manurung, P., Low, I. M. y O'Connor, B. H. Effect of beta-spodumene on the phase development in an alumina/aluminium-titante system. Mater. Res. Bull., Vol. 40, 2005, 2047–2055.

[13]. Bueno, S., Berger, M. H., Moreno, R. y Baudín, C.
Fracture behaviour of microcrack-free alumina–aluminium titanate ceramics with second phase nanoparticles at alumina grain boundaries. J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 28, 2008, 1961-1971.

[14] Uribe, R. y Baudín, C. Medida de propiedades mecánicas y térmicas en Pseudobrukitas del tipo Al2TiO5: Parte I: determinación del módulo de elasticidad. Rev. LatinAm. Met. Mat., Vol. 23, 2003, 73-81.

[15] Oliver, W.C. y Pharr, G.M. Review: Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. J. Mater. Res., Vol. 19, 2004, 3-20.

[16] Gaillard, Y., Jimenez-Pique, E., Soldera, F. y col. Quantification of hydrothermal degradation in zirconia by nanoindentation. Acta Mater., Vol. 56, 2008, 4206-4216.

COMPARACIÓN DEL VALOR DE LA ENERGÍA DE FRACTURA REAL DEL HORMIGÓN OBTENIDO POR DISTINTOS PROCEDIMIENTOS

H. Cifuentes[1], F. Medina[1]

[1] Grupo de Estructuras, Escuela Técnica Superior de Ingenieros,
Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España.
E-mail: bulte@us.es

RESUMEN

En este trabajo se obtiene la energía de fractura real del hormigón (G_F) mediante probetas entalladas sometidas a flexión en tres puntos, a través de dos procedimientos distintos. Estos procedimientos son el modelo de energía de fractura local propuesto por Hu et al y la corrección mediante el ajuste de la cola de la curva *P-δ* propuesta por Elices et al. Ambos métodos se basan en modificaciones a realizar sobre las recomendaciones de la asociación RILEM, las cuales proporcionan valores de la energía de fractura G_f dependientes del tamaño de la zona de ligamento. Se han ensayado probetas con diferentes profundidades relativas de entalla, siguiendo las especificaciones concretas de cada uno de los procedimientos, para la obtención de la energía de fractura real del hormigón. Los resultados muestran una elevada aproximación del valor de G_F obtenido, independiente del tamaño de la zona de ligamento, demostrando la relación existente entre ambos procedimientos.

ABSTRACT

In this paper we obtain the real fracture energy of concrete (G_F) by notched beams subjected to three-point bending tests. Two different procedures have been used. These procedures are the local fracture energy model proposed by Hu et al and the adjusting of the *P-δ* tail proposed by Elices et al. Both methods are based on modifications to the recommendations of the RILEM association, which provide values of the fracture energy G_f dependent on the size of the ligament area. Samples with different relative notch depths have been tested according to specifications of each of the procedures and the real fracture energy of concrete have been obtained. The results show a single value of G_F regardless of the size of the ligament area, which relate the two procedures.

PALABRAS CLAVE: Energía de fractura real del hormigón, procedimientos de obtención, energía de fractura local.

1. INTRODUCCIÓN

La energía de fractura en el hormigón, obtenida según las recomendaciones de la asociación internacional RILEM para probetas entalladas, muestra un efecto tamaño que ha sido constatado por numerosos investigadores [1-3]. La consideración de la energía de fractura como una propiedad del material exige su independencia con respecto a cualquier parámetro geométrico o procedimiento de obtención. Este valor es considerado la energía de fractura real del hormigón.

Los procedimientos actuales que conllevan a la obtención de un valor de la energía de fractura real, consideran la influencia del comportamiento del material en la parte final del ensayo. Este comportamiento se refleja en la cola de la curva *P-δ* correspondiente a la separación del hormigón próximo al borde libre superior del espécimen.

En este trabajo se presentan los resultados obtenidos de la energía de fractura real del hormigón según dos procedimientos experimentales distintos. Para ello, se ha llevado a cabo una batería de ensayos a flexión en tres puntos sobre probetas entalladas correspondientes a un mismo hormigón. Mediante el tratamiento adecuado de los resultados experimentales obtenidos, se determinan los valores de la energía de fractura real por ambos procedimientos. La obtención de estos resultados permitirá analizar la convergencia hacia un valor único de la energía de fractura real que pueda ser considerada como una propiedad del material. De esta forma, se establece una relación entre ambos procedimientos, que aún teniendo una base teórica diferente contemplan el mismo problema.

Elices et al [4] propusieron unas modificaciones sobre el procedimiento RILEM [5]. Entre las modificaciones con mayor influencia se encuentra la energía de fractura no medida en la parte final de la curva de ablandamiento [4]. Así, la variación del método de obtención de la energía de fractura propuesta considera la compensación del peso propio del espécimen y la determinación posterior de la energía de fractura no medida. Esto permite la obtención de una energía de fractura real del hormigón.

Hu et al [6] desarrollaron el modelo de energía de fractura local que considera la influencia del borde libre de la probeta entallada sobre el valor de la energía de fractura RILEM [6-8]. Karihaloo et al basándose en este modelo, propusieron un método simplificado para la obtención de la energía de fractura real del hormigón en función de la energía de fractura RILEM obtenida sobre probetas con diferente profundidad de entalla [9].

2. MODELO DE ENERGÍA DE FRACTURA LOCAL

El modelo de energía de fractura local ha sido desarrollado por Hu et al considera el efecto del borde superior del espécimen en la zona de proceso de fractura (ZPF) [6-8]. En la figura 1 se observa la distribución de energía de fractura local g_f que depende de la distancia al borde superior del espécimen, x. La función $g_f(x)$ considera un valor de la energía de fractura local constante e igual al valor de la energía de fractura real (G_F) independiente del tamaño y de la profundidad relativa de entalla, hasta un determinado punto a partir del cual disminuye linealmente hasta cero en el límite del borde superior. Esta zona de disminución viene determinada por el valor a_l, considerada como la zona de transición.

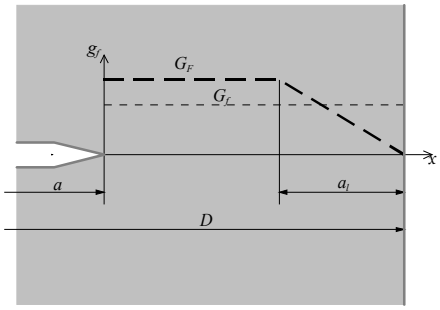


Figura 1. Distribución longitudinal de la energía de fractura local.

Para un espécimen con un tamaño de zona de fractura *(D-a)*, siendo D el canto del elemento y a la profundidad inicial de la entalla, mayor que la zona de transición a_l, la energía de fractura local viene determinada por la siguiente expresión [6]:

$$g_f(x) = \begin{cases} G_F & x < D - a - a_l \\ G_F\left[1 - \dfrac{x - \left(D - a - a_l\right)}{a_l}\right] & x \geq D - a - a_l \end{cases} \quad (1)$$

El valor de la energía de fractura obtenido mediante el procedimiento del trabajo de fractura, G_f, está relacionado con la energía de fractura local a través de:

$$G_f\left(a / D\right) = \frac{\int_0^{D-a} g_f\left(x\right) dx}{D - a} \quad (2)$$

Mediante las expresiones (2) y (3), y en función de los datos experimentales obtenidos de G_f para distintos tamaños y profundidades relativas de entalla ($\alpha = a/D$), se pueden obtener los valores de G_F y a_l.

3. MÉTODO DEL AJUSTE DE LA COLA *P-δ*

Elices et al [4] propusieron unas correcciones sobre el procedimiento experimental de la asociación RILEM, con el fin de evitar la dependencia de la energía de fractura obtenida con el tamaño de la zona de ligamento. Entre otras correcciones, la más significativa es la corrección por ajuste de la cola en la curva *P-δ* (carga-desplazamiento) del ensayo a flexión en tres puntos.

Esta corrección está basada en el hecho de que sobre una probeta entallada sin acción de peso propio, resulta imposible medir la totalidad del trabajo necesario para romper el ligamento del hormigón, ya que la fisura no llega nunca a abrirse completamente.

El fundamento teórico de esta corrección está basado en la asimilación del comportamiento de la parte final del ensayo, a través de un modelo de bloques rígidos [4, 10] (figura 2). En este modelo se consideran los bloques rígidos unidos por una rótula en la parte superior de la entalla y la función de ablandamiento $\sigma(\omega)$ actuando sobre las caras adyacentes.

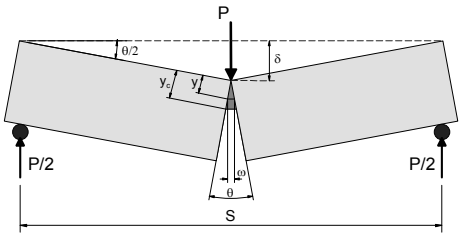


Figura 2. Modelo de bloques rígidos.

Planteando equilibrio de momentos en la sección central se tiene:

$$P = \frac{4}{S}\int_0^{y_c} \sigma\left(\omega\right) B\, y\, dy \quad (3)$$

Si se tienen en cuenta las relaciones existentes entre el giro de la probeta (θ), la apertura de fisura (ω) y la flecha (δ) siguientes:

$$\omega \approx \theta y \quad d\omega \approx \theta dy$$
$$\delta = \frac{\theta S}{4} \quad (4)$$

se puede relacionar la carga P con la flecha δ a través de la siguiente expresión:

$$P = \frac{M_1 BS}{4\delta^2} \tag{5}$$

M_1 es el momento estático del área encerrada por la curva σ-ω con respecto al eje de ordenadas. Mediante la ecuación (5) la energía no medida W_{nm}, puede ser obtenida como [4, 10]:

$$W_{nm} = p_u \delta_u + \int_{\delta_u}^{\infty} P d\delta \tag{6}$$

con δ_u la flecha correspondiente a la finalización del ensayo. En la práctica no será necesario determinar M_1, resultando un procedimiento de sencilla aplicación.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este trabajo se han realizado ensayos a flexión en tres puntos sobre probetas entalladas, con el objeto de conseguir un valor de la energía de fractura real del hormigón. Los ensayos se han llevado a cabo siguiendo los requisitos establecidos según el modelo de energía de fractura local y la corrección por ajuste de la cola de la curva P-δ.

Como se desprende de la exposición teórica realizada para cada método, ambos se encuentran relacionados. Los dos métodos consideran un tratamiento específico del comportamiento del ensayo en su parte final, como son la influencia del borde superior y el ajuste de la cola de la curva P-δ. Es evidente que la cola de la curva se produce debido a la separación del material en la zona cercana al borde superior del espécimen.

Ambos métodos requieren de la obtención de la curva P-δ de probetas entalladas sometidas a flexión en tres puntos. Se ha realizado una corrección común a ambos métodos en las curvas obtenidas para todos los especímenes ensayados. Esta corrección es la modificación de la parte inicial de la curva P-δ debido a la incrustación de los apoyos y del útil de aplicación de carga [5].

En la tabla 1 se muestran las dimensiones de los distintos tipos de especímenes ensayados. Las entallas tienen un espesor de 3mm y han sido realizadas mediante una sierra de disco.

Tabla 1. Dimensiones de los especímenes en mm

Espec.	***D***	***B***	***a***	***S***	***L***
TFE005	120	60	6	480	540
TFE05	120	60	60	480	540
SWC05	120	60	60	480	540

Siendo D el canto del espécimen, B el ancho, S la luz entre apoyos y L la longitud total.

Los ensayos a flexión en tres puntos se han realizado con una máquina dinámica servo-hidráulica de ±25kN de capacidad. El ensayo se ha realizado mediante control de apertura de grieta (CMOD), medida con un transductor de pinza. La velocidad del ensayo ha sido tal que el tiempo medio de ensayo por cada probeta fuera de 20 minutos aproximadamente. Además, se ha instrumentado la flecha en la sección central mediante un transductor lineal LVDT sobre un marco de referencia (figura 3). Los apoyos son antitorsión a fin de evitar torsiones parásitas.

Figura 3. Ensayo a flexión en tres puntos sobre probeta entallada.

Las particularidades del procedimiento experimental consideradas en cada método se indican a continuación.

4.1. Obtención de G_F según el modelo de energía de fractura local

Basándose en el modelo de energía de fractura local para el hormigón, Karihaloo et al [9] propusieron un método simplificado de obtención de la energía de fractura real del hormigón. Este método simplificado consiste en la obtención de la energía de fractura RILEM (G_f) para probetas con dos profundidades relativas de entalla diferentes. Los especímenes ensayados han de presentar valores de $\alpha \leq 0.05$ en un caso y de $\alpha \geq 0.5$ en el otro.

Con los valores medios de G_f obtenidos para cada profundidad relativa de entalla y con la aplicación de la ecuación (2) se obtiene el valor de la energía de fractura real G_F independiente del tamaño de la zona de ligamento.

Las dimensiones de los especímenes ensayados para la aplicación de este método son los correspondientes a TFE005 y TFE05 de la tabla 1. Se han ensayado cuatro especímenes diferentes para cada profundidad relativa de entalla.

En la obtención de G_f para cada espécimen ensayado ha de considerarse la corrección de peso propio propuesta por la asociación RILEM [5]. Así se tiene:

$$G_f(\alpha) = \frac{\int_0^{\delta_u} P d\delta + mg\delta_u}{B(D-a)} \tag{7}$$

siendo *m* la masa del espécimen y *g* la aceleración de la gravedad.

4.2. Ajuste de la cola de la curva P-δ para la obtención de G_F

La aplicación práctica de la corrección del ajuste de la cola de la curva *P-δ* se realiza como se indica [10]:

a) Los especímenes ensayados han de ser compensados frente a peso propio por medio de muelles elásticos (figura 4).

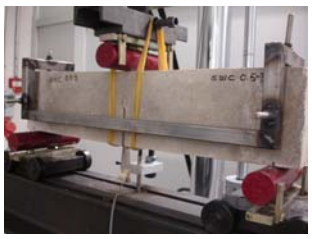


Figura 4.Compensación de peso propio mediante muelles elásticos en ensayos a flexión en tres puntos.

b) Se ha de realizar el ajuste de la cola de la curva *P-δ* entre dos puntos δ_0 y δ_u mediante la siguiente función:

$$P = \frac{M_1 BS}{4}\left(\frac{1}{\delta^2} - \frac{1}{\delta_u^2}\right) = A\left(\frac{1}{\delta^2} - \frac{1}{\delta_u^2}\right) \quad (8)$$

c) Se obtiene la energía de fractura no medida como:

$$W_{nm} = \frac{M_1 BS}{2\delta u} = \frac{2A}{\delta u} \quad (9)$$

d) Se obtiene la energía de fractura real del hormigón G_F:

$$G_F = \frac{\int_0^{\delta_u} P d\delta + W_{nm}}{B\left(D-a\right)} \quad (10)$$

Las dimensiones de los especímenes ensayados para la aplicación de este método son los correspondientes a SWC05 de la tabla 1. Se han ensayado cuatro especímenes idénticos.

5. MATERIALES

Todos los especímenes ensayados han sido fabricados mediante una sola amasada de hormigón. El control de la fabricación ha sido el más estricto posible, a fin de evitar dispersión en los resultados a causa del material.

El hormigón se ha fabricado con una dosificación en peso de 1/0.4/1.4/3.5 (C/A/Ar/G). El árido utilizado ha sido árido rodado silíceo con un tamaño máximo de 8mm. El cemento empleado ha sido portland CEM-II-32.5/B/L con un contenido de 400kg/m^3.

Se han realizado ensayos para la determinación de la resistencia a compresión (f_c) sobre probetas cilíndricas de 15x30cm (diámetro·altura), ensayos de resistencia a tracción indirecta (f_{cti}) sobre probetas cilíndricas de 15x30cm y ensayos de flexotracción (f_{cf}) sobre probetas prismáticas de 15x15x60cm (altura·espesor·longitud). El modulo de deformación longitudinal del hormigón (E_c) se ha obtenido mediante aplicación de la fórmula indica en el Código Modelo [11]. En la tabla 2 se indican las propiedades mecánicas obtenidas.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del hormigón

Resistencia a compresión, f_c *(MPa)*	36.9 ±6%
Resistencia a tracción ind., f_{cti} *(MPa)*	3.1 ±13%
Resistencia a flexotracción, f_{cf} *(MPa)*	4.6 ±1%
Módulo de def. longitudinal, E_c *(GPa)*	28.2

6. RESULTADOS

Los resultados obtenidos son los correspondientes a los ensayos de flexión en tres puntos de todos los especímenes ensayados, según el procedimiento de obtención de la energía de fractura real G_F considerado. Se han obtenido las curvas completas *P-δ* y *P-CMOD* para cada espécimen.

6.1. Resultados obtenidos con el modelo de energía de fractura local

En la tabla 3 se muestran los resultados correspondientes a los especímenes TFE005 y TFE05 sometidos a flexión en tres puntos, según las recomendaciones RILEM [5].

Tabla 3. Resultados especímenes TFE005 y TFE05

	TFE005	***TFE05***
m (kg)	9.6±2%	9.6±1%
P_{max} (N)	4733±4%	1332±4%
δ_u (mm)	1.41±4%	1.35±1%
$CMOD_u$	1.40±4%	1.26±10%
$P_{max.c}$ (N)	1358±4%	4775±4%
W_f (Nmm)	797.7±12%	333.5±5%
W_{fc} (Nmm)	915.4±11%	448.3±4%
A_{lig} (mm^2)	6840	3600
G_f (N/m)	**133.8±11%**	**124.5±4%**

Los resultados que se muestran son la masa del espécimen (m), la carga máxima del ensayo (P_{max}), el desplazamiento de finalización del ensayo (δ_u), la apertura de grieta de finalización del ensayo ($CMOD_u$), la carga máxima corregida por peso propio ($P_{max.c}$), el trabajo de fractura por integración de la curva *P-δ* (W_f), el trabajo de fractura corregido por peso propio (W_{fc}), el área de ligamento (A_{lig}) y la energía de fractura RILEM (G_f).

En las figuras 5 y 6 se muestran las curvas *P-δ* y *P-CMOD* correspondientes a todos los especímenes ensayados. Se observa un aumento del trabajo de fractura (área encerrada por la curva *P-δ*) en los especímenes TFE005 sobre los TFE05, más que proporcionalmente con respecto al aumento del área de ligamento.

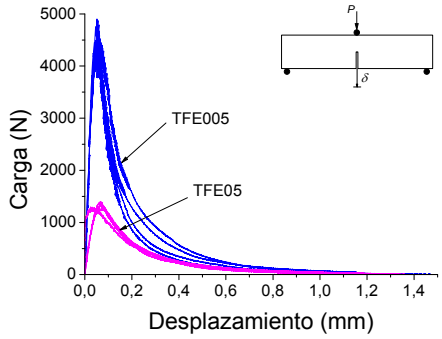


Figura 5.Curvas P-δ especímenes TFE005 y TFE05.

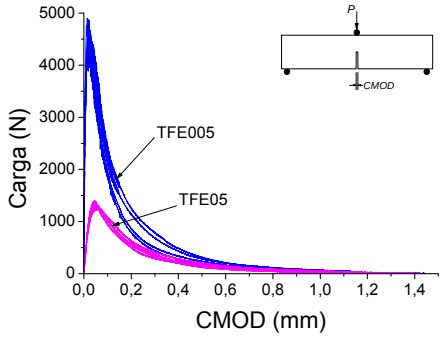


Figura 6.Curvas P-CMOD especímenes TFE005 y TFE05.

Como se observa en la tabla 3, los resultados de la energía de fractura RILEM obtenidos muestran una dependencia con el tamaño de la zona de ligamento ($G_f(0.05)$= 133.8N/m y $G_f(0.5)$= 124.5N/m).

Con estos valores de $G_f(\alpha)$ se obtiene un sistema de 2 ecuaciones cuyas incognitas son G_F y a_l. Las ecuaciones a resolver considerando (1) y (2) son de la forma [7]:

$$G_f(\alpha) = \begin{cases} G_F \left(1 - \dfrac{1}{2} \dfrac{a_l / D}{1-\alpha} \right) & 1-\alpha < a_l / D \\ G_F \dfrac{1}{2} \dfrac{1-\alpha}{a_l / D} & 1-\alpha \geq a_l / D \end{cases} \quad (11)$$

Resolviendo el sistema se obtienen los valores de $\boldsymbol{G_{F1}}$= $\boldsymbol{G_F}$**= 144.2N/m** y a_l= 16.4mm. El valor obtenido de G_{F1} es considerado como el valor de la energía de fractura del hormigón, independiente del tamaño.

6.2. Resultados obtenidos con el ajuste de la cola de la curva P-δ

En la tabla 4 se muestran los resultados correspondientes a los ensayos en flexión en tres puntos sobre los especímenes SCW05, según el procedimiento de ajuste de la cola de la curva *P-δ*. Debido a que el ajuste de la cola ha de realizarse para cada espécimen ensayado, se muestran los resultados correspondientes a los cuatro especímenes, obteniéndose posteriormente el valor medio de la energía de fractura G_{F2}.

Tabla 4. Resultados especímenes SWC05

SWC05	***1***	***2***	***3***	***4***
m (kg)	9.4	9.8	9.7	9.7
P_{max} (N)	1444	1585	1410	1547
δ_0 (mm)	2.1	2.1	2.1	2.1
δ_u (mm)	3.5	3.4	3.6	3.5
$CMOD_u$	3.3	3.4	3.6	3.5
A (N mm^2)	84.4	172.3	98.1	113.8
W_f (N mm)	518.6	484.4	390.3	430.3
W_{nm} (N mm)	48.3	99.9	56.6	65.5
A_{lig} (mm^2)	3600	3600	3600	3600
G_f (N/m)	157.5	162.3	123.9	137.7
$\boldsymbol{G_{F2}}$ **(N/m)**	**145.4±12%**			

Donde δ_0 es el desplazamiento tomado para el comienzo del ajuste de la cola, A es el parámetro de ajuste de la ecuación (8), W_{nm} es la energía de fractura no medida, G_f la energía de fractura obtenida para cada espécimen y G_{F2} la energía de fractura media obtenida en función de los valores de G_f de cada espécimen. El significado del resto de resultados es el mismo que en la tabla 3.

Considerando el valor medio de los cuatro especímenes ensayados, se obtiene un valor de la energía de fractura G_{F2}= 145.4±12%, que se considera como la energía de fractura real del hormigón, independiente del tamaño de la zona de ligamento.

En las figuras 7 y 8 se muestran las curvas *P-δ* y *P-CMOD* correspondientes a todos los especímenes ensayados.

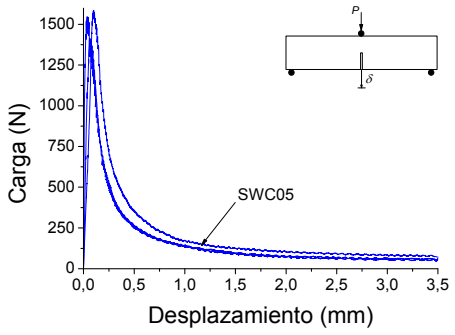


Figura 7.Curvas P-δ especímenes SWC05.

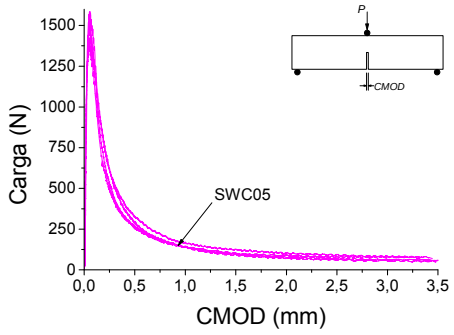


Figura 8.Curvas P-CMOD especímenes SWC05.

Como se desprende de los resultados, los valores obtenidos para los especímenes SWC05 reflejan la influencia de la compensación del peso propio. Los especímenes TFE05, con idénticas dimensiones, muestran un menor valor de la carga máxima, así como del comportamiento en la parte de la cola de la curva de ablandamiento. En la figura 9, se muestran las curvas *P-δ* correspondientes a ambos especímenes.

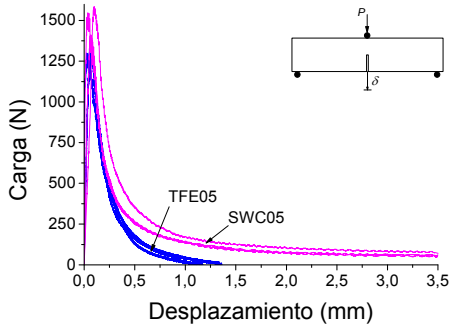


Figura 9.Curvas P-δ especímenes TFE05 y SWC05.

7. CONCLUSIONES

Los valores de la energía de fractura obtenidos mediante los procedimientos considerados en este trabajo son casi coincidentes, con un grado de aproximación muy elevado. La energía de fractura real del hormigón obtenida mediante el modelo de energía de fractura local es G_{F1}= 144.2N/m, siendo el valor obtenido por el procedimiento de ajuste de la cola de la curva *P-δ* de G_{F2}= 145.4N/m.

Ambos métodos están relacionados, ya que consideran de forma específica el comportamiento del hormigón en la parte final del ensayo, que corresponde con la separación del material en la zona próxima al borde superior del espécimen.

A la vista de los resultados cualquiera de los dos procedimientos proporciona un valor de la energía de fractura real del hormigón, independiente del tamaño de la zona de ligamento.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación para la realización del presente trabajo, a través del proyecto BIA2007-67612-C02-02.

REFERENCIAS

[1] Bazant, Z.P. y Kazemi, M.T., *Size dependence of concrete fracture energy determined by RILEM work-of-fracture method*, International Journal of Fracture, V. 51, pag. 121-138, 1991.

[2]Zhao, Z.; Kwon, S.H. y Shah, S.P., *Effect of specimen size on fracture energy and softening curve of concrete. Part I. Experiments and fracture energy*, Cement and Concrete Research, V. 38, pag. 1049-1060, 2008.

[3] Abdalla, H.M. y Karihaloo, B.L., *Determination of size-independent specific fracture energy of concrete from three-point bend and wedge splitting tests*, Magazine of Concrete Research, V. 55, pag. 133-141, 2003.

[4] Elices, M.; Guinea, G.V. y Planas, J., *Measurement of the Fracture Energy using Three Point Bend Tests. 3. Influence of cutting the P-δ tail*, Materials and Structures, V. 25, pag. 327-334, 1992.

[5] RILEM TC-50 FMC, *Determination of the Fracture Energy of Mortar and Concrete by Means of Three-Point Bend Tests on Notched Beams*, Materials and Structures, Vol.18, 1995, pp.285-290.

[6] Hu, X. y Wittmann, F., *Size effect on toughness induced by crack close to free surface*, Engineering Fracture Mechanics, V. 65, pag. 209-221, 2000.

[7] Hu, X. y Duan, K., *Size effect: Influence of proximity of fracture process zone to specimen boundary*, Engineering Fracture Mechanics, V. 74, pag. 1093-1100, 2007.

[8] Duan, K., Hu, X. y Wittmann, F., *Boundary effect on concrete fracture and non-constant fracture energy distribution*, Engineering Fracture Mechanics, V. 70, pag. 2257-2268, 2003.

[9] Karihaloo, B.L., Abdalla, H.M. y Imjai, T., *A simple method for determining the true specific fracture energy of concrete*, Magazine of Concrete Research, V. 55, pag. 471-481, 2003.

[10]del Viso, J.R., *Comportamiento mecánico en fractura del hormigón de alta resistencia y su variación con la velocidad de solicitación*, Tesis Doctoral, 119 pag., Ciudad Real, España, 2008.

[11]CEB Comite Euro International du Beton, *CEB-FIB Model Code 1990: Design Code*, 1990.

DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES DE INTERÉS ESTRUCTURAL DE MATERIALES DE TITANATO DE CIRCONIO

E. López-López[1], C. A. Botero[2], E. Jiménez-Piqué[2], L. Llanes[2], R. Moreno[1], C. Baudín[1]

[1]Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC
CSIC-Campus de Cantoblanco, Kelsen 5, 28049 Madrid
E-mail: cbaudin@icv.csic..es

[2]Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.
Universitat Politècnica de Catalunya, Avda. Diagonal 647 (ETSEIB), 08028 Barcelona

RESUMEN

El titanato de circonio presenta anisotropía cristalográfica en su coeficiente de expansión térmica, lo que hace que tenga un alto interés como componente de materiales con bajo coeficiente de expansión. Por tanto, los materiales de titanato de circonio son candidatos a materiales estructurales, lo que hace preciso caracterizar su comportamiento mecánico. En este trabajo se determinan propiedades mecánicas (dureza y módulo de Young) a nivel masivo y local de materiales de titanato de circonio, mediante técnicas de indentación instrumentada (macro y nanoindentación), ensayos de flexión en tres puntos, y de excitación por impacto. Se discuten los resultados en función de la composición y microestructura de los materiales.

ABSTRACT

Zirconium titanate presents crystallographic anisotropy in thermal expansion. Hence, it can be considered as a component of low thermal expansion materials. Thus, zirconium titanate materials are candidates for structural applications for which it is necessary to characterise their mechanical behaviour. In this work, hardness and Young´s modulus were determined from a massive and a local point of view by instrumented indentation (macro and nanoindentation), three point bending and impact excitation. Results are discussed on the basis of the composition and microstructure of the materials.

PALABRAS CLAVE: Titanato de circonio, Nanoindentación, Propiedades mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

El titanato de circonio presenta anisotropía cristalográfica en el coeficiente de expansión térmica [1], por lo que es un constituyente potencial de materiales con bajo coeficiente de dilatación. Esto dota a los materiales de titanato de circonio de un alto interés como materiales estructurales. Sin embargo, los materiales de titanato de circonio no han sido utilizados hasta el momento en el ámbito de la cerámica estructural. Antes de extender el uso de estos materiales al ámbito estructural es preciso el análisis exhaustivo de su comportamiento mecánico en función de la microestructura y la composición.

La evaluación de propiedades de interés estructural como la dureza y el módulo de Young en materiales cerámicos compuestos, engloba propiedades masivas, que darán información del comportamiento global del material, y propiedades locales, que darán información de las fases individuales que constituyen dicho material. Las primeras dependen del tamaño y de la forma de las fases constituyentes, de su distribución en el material y de las propiedades locales de dichas fases. Por otra parte, la presencia de microgrietas, característica de materiales con anisotropía cristalográfica en la expansión térmica, determina dichas propiedades. La importancia de establecer las relaciones existentes entre las propiedades locales de las fases que forman un material compuesto con las propiedades masivas de dicho material, reside en que proporcionará las vías adecuadas de modificación de la microestructura que conduzcan al comportamiento mecánico global requerido [2,3].

A los métodos de procesamiento de los materiales estructurales se les exige capacidad para fabricar piezas masivas, que puedan ser aplicadas en componentes. La sinterización reactiva de compactos en verde obtenidos por filtración coloidal de suspensiones acuosas concentradas, permite obtener piezas masivas de materiales cerámicos [4,5].

El objetivo de este trabajo ha sido analizar, a nivel masivo y local, la dureza y módulo de Young de materiales de titanato de circonio con fluorita. Esta combinación de fases resulta de la sinterización reactiva de compactos en verde obtenidos a partir de mezclas de suspensiones acuosas concentradas de ZrO_2 con 3% mol de Y_2O_3 y TiO_2.

Hasta el momento no hay datos en bibliografía de la dureza y del módulo de Young del titanato de circonio. Sin embargo, estas propiedades sí han sido determinadas para materiales de circona cúbica (fluorita) a nivel masivo en un material policristalino (H≈12GPa densidad teórica >96% [6] y E≈220GPa [7]) y a nivel local en un monocristal (H=19,8GPa [8] y E=243±8GPa [9]).

2. EXPERIMENTAL

Como polvos cerámicos precursores se usaron circona tetragonal policristalina estabilizada con 3 % mol de itria (Y-TZP, TZ3YS, TOSOH, Japón) y titania-anatasa (Merck, 808, Alemania). Estos polvos presentan un tamaño medio de partícula de 0,4 y 0,3 μm, respectivamente, y una superficie específica de 6,7 y 9,0 m^2/g, respectivamente. Su pureza es superior al 99,9% en ambos casos.

Los compactos en verde (70x70x10 mm^3) se obtuvieron por filtración coloidal en moldes de escayola a partir de suspensiones acuosas concentradas (45% vol.) estables de los polvos cerámicos de partida. La relación molar de la suspensión mezcla obtenida a partir de las de circona y titania fue 70/30 para los compactos ZT70 y 50/50 para ZT50. Este proceso de conformado se describe detalladamente en un trabajo previo [5].

El tratamiento térmico de los compactos en verde fue realizado a 1500ºC/2h con velocidades de calentamiento y enfriamiento de 5ºC/min, obteniéndose materiales sinterizados denominados ZT70 1500 y ZT50 1500.

Los compactos sinterizados se mecanizaron con discos y muelas de diamante para las distintas caracterizaciones.
La densidad de los materiales sinterizados se determinó mediante el método de Arquímedes usando agua destilada. Para el análisis microestructural, las piezas fueron pulidas con diamante hasta 3 μm. Posteriormente fueron atacadas térmicamente (1400ºC-1min, velocidades de calentamiento y enfriamiento de 5ºC/min). La caracterización microestructural se realizó por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo con análisis por dispersión de energías (MEB-EC-EDS, Hitachi S-4700 type I, Japón).

El módulo de Young dinámico se determinó a partir de la frecuencia propia de vibración de barras (4 x 3 x 50 mm3) en flexión producida por un impacto mecánico (Grindosonic, J. W. Lemmens, Bélgica). El valor dado es la media de diez medidas, y el error la desviación estándar.

El módulo de Young estático se determinó mediante ensayos de flexión en tres puntos en una máquina universal de ensayos (EM1/50/FR, Microtest, España) con una velocidad de aplicación de carga 0,05mm/min y una distancia entre apoyos de 40mm. El valor dado es la media de tres medidas, y el error la desviación estándar.

La dureza masiva y el módulo de Young de los materiales se determinaron mediante indentación instrumentada usando un microindentador electromecánico (Microtest, España) con una velocidad de desplazamiento de 0,05mm/min hasta una carga máxima de 100N y un tiempo de permanencia de 10s. La punta de diamante es una pirámide Vickers con un ángulo de 136º. El valor de la dureza se calculó usando la ecuación 1, donde P es la carga máxima aplicada en el ensayo y a es la semidiagonal de la huella, medida en un microscopio óptico (H-P1, Carl-Zeiss, Alemania). El valor del módulo de Young se calculó a partir de la descarga de las curvas-profundidad de penetración [12] obtenidas. El valor dado es la media de las tres medidas, y el error la desviación estándar.

$$H = \frac{P}{2a^2} \quad (1)$$

Las propiedades locales (dureza y módulo de Young) fueron determinadas mediante nanoindentación (Nanoindenter XP, MTS, USA). El equipo posee un módulo de registro continuo de rigidez de contacto, 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 2000nm o carga máxima 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. La rigidez de la máquina y la deriva térmica se corrigieron para cada ensayo. A partir de los valores experimentales obtenidos se calculó el valor de la dureza (*H*) y del módulo de Young (*E*) en función de la profundidad de penetración, mediante el modelo de Oliver y Pharr [10]. Las curvas de dureza y módulo de Young frente a profundidad de penetración de los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500, han sido obtenidas realizando nueve nanoindentaciones en distintas zonas de los materiales, siendo la curva resultante la media de las nueve, y el error en cada punto, la desviación estándar de las nueve. La profundidad de penetración máxima fue de 1560nm para el material ZT70 1500 y de 2000nm para el ZT50 1500. Las micrografías donde se muestran las nanoindentaciones fueron realizadas con un microscopio confocal (LEXT OLS 3100, Olympus, Japón).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El material ZT70 1500 (ρ=5,45±0,01 g/cm^3) está constituido por la fase de baja temperatura del titanato

de circonio ($Zr_5Ti_7O_{24}$) y circona cúbica con titania e itria en solución sólida (fluorita)(Fig.1). El material ZT50 1500 (ρ=5,02±0,01 g/cm^3) está constituido por una matriz de la fase de baja temperatura del titanato de circonio ($Zr_5Ti_7O_{24}$), una segunda fase de circona cúbica con titania e itria en solución sólida, y un compuesto de tipo pirocloro como fase minoritaria (Fig.2) [11].

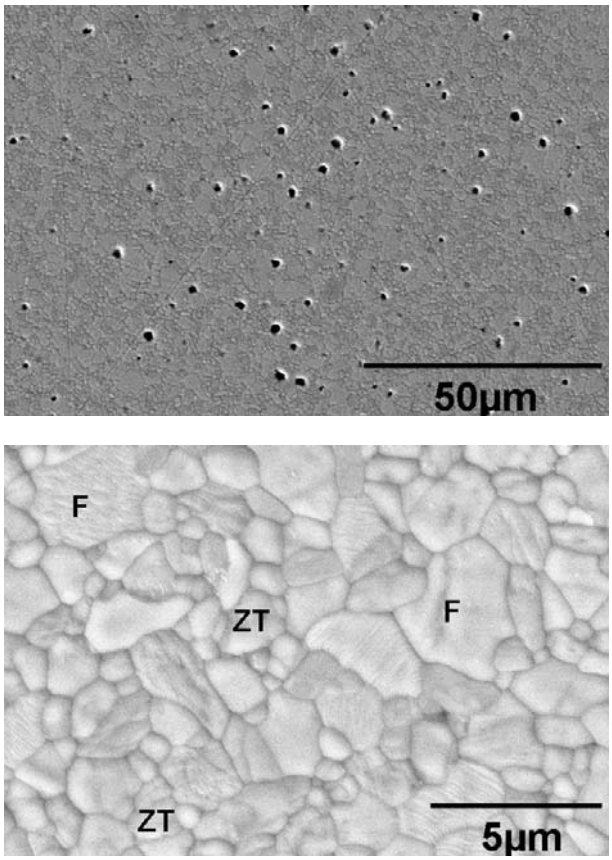


Figura 1. Micrografía MEB de la microestructura del material ZT70 1500. ZT: Titanato de circonio, F: Fluorita.

El análisis semicuantitativo partir de los difractogramas de rayos X del material ZT70 indica que la composición del mismo es ≈53% p. (≈57% vol.) de titanato de circonio (tamaño de grano ≈1-2µm), y ≈47% p. (≈43% vol.) de fluorita (tamaño de grano ≈3-4µm). En el caso del material ZT50 1500, el análisis indica que las proporciones de sus componentes mayoritarios son ≈82% p. (≈84% vol.) de titanato de circonio (tamaño de grano ≈6-8µm), ≈18% p. (≈16% vol.) de fluorita (tamaño de grano ≈2-3µm).

En resumen, las diferencias microestructurales entre los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500 residen en la proporción de titanato de circonio frente a la de fluorita, el tamaño de grano del titanato de circonio y la presencia de una tercera fase de pirocloro en borde de grano en el material ZT50 1500. Como consecuencia de la mayor cantidad de titanato de circonio y de su mayor tamaño de grano, el material ZT50 1500 presenta microgrietas, de tamaño similar al tamaño de los granos, mientras que en el material ZT70 1500, si las hay, no son detectables mediante las técnicas utilizadas (microscopía electrónica de barrido y microscopía confocal).

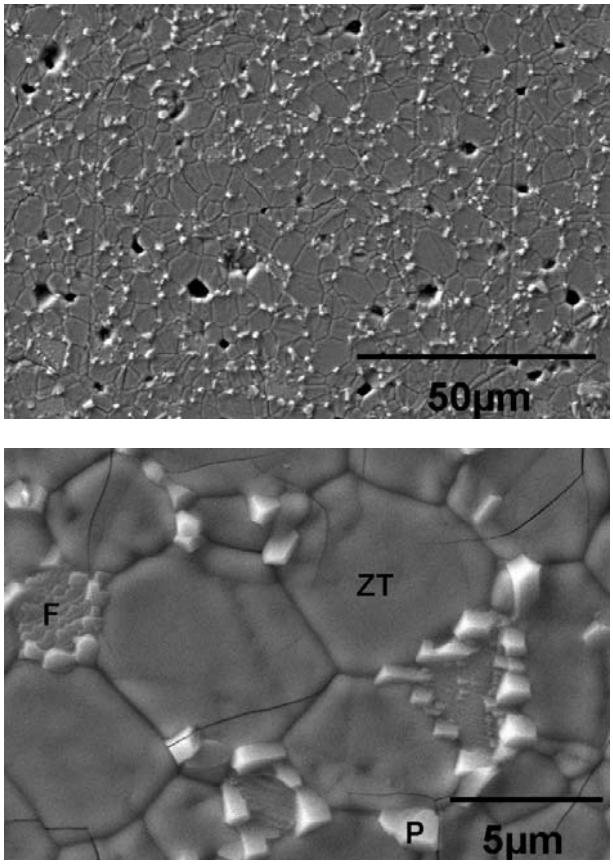


Figura 2. Micrografía MEB de la microestructura del material ZT50 1500. ZT: Titanato de circonio, F: Fluorita, P:Pirocloro.

La tabla 1 muestra los valores de dureza y módulo de Young de los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500, calculados a partir de indentaciones Vickers.

Tabla 1. Valores de dureza y módulo de Young calculados a partir de indentaciones Vickers.

	H (GPa)	E (GPa)
ZT70 1500	10,6±0,2	81±4
ZT50 1500	5,5±0,3	61±2

La tabla 2 muestra los valores del módulo de Young estático y dinámico del material ZT50 1500.

Tabla 2. Valores del módulo de Young estático y dinámico del material ZT50 1500.

	E estático (GPa)	E dinámico (GPa)
ZT50 1500	40±3	55±2

En la figura 3 se observan las huellas de las nanoindentaciones Berkovich realizadas en el material ZT50 1500. El lado medio de las indentaciones observadas, correspondientes a profundidad de penetración máxima (2000nm), calculado mediante microscopía confocal es de 13±3µm.
De la comparación de las dimensiones de las indentaciones (lado=13±3µm) con los tamaños de granos de las fases presentes (Fig. 1 y 2) se deduce que en ninguno de los dos materiales el daño producido por las indentaciones realizadas con la profundidad máxima correspondería a una sola fase. La caracterización de las fases de manera independiente requiere profundidades de penetración menores.

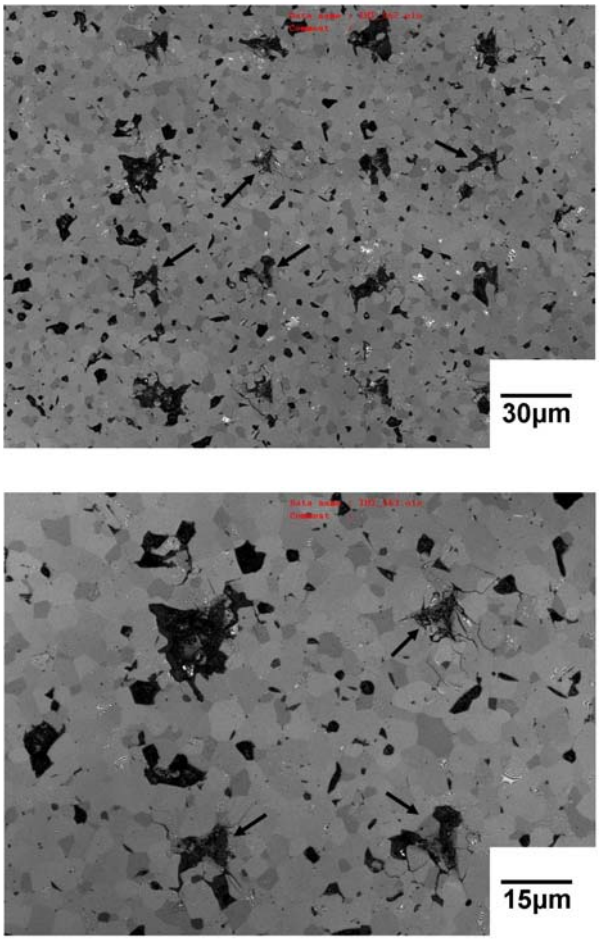


Figura 3. Micrografías de las huellas de indentación producidas con el nanoindentador hasta una profundidad de penetración máxima de 2000nm en el material ZT50 1500. Las flechas indican alguna de las huellas obtenidas.

Las figuras 4 y 5 muestran las curvas de dureza y módulo de Young frente a la profundidad de penetración de los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500 obtenidas por nanoindentación. Se puede observar cómo, a medida que aumenta la profundidad de penetración, la dispersión de los datos disminuye de manera significativa. Los valores de H y E del material ZT50 1500, de mayor tamaño de grano, presentan una mayor dispersión a lo largo de todas las profundidades que las del material ZT701500, estabilizándose el valor medio a partir de una profundidad de penetración (≈1000nm) mayor que para el material ZT70 1500 (250-500nm). Este hecho es compatible con la hipótesis de que la mayoría de las indentaciones realizadas con profundidades de penetración pequeñas corresponden a granos de las distintas fases y a partir de una cierta profundidad se está realizando la caracterización de la microestructura del material.

La tabla 3 muestra los valores de dureza y módulo de Young a profundidad de penetración máxima para los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500 obtenidos por nanoindentación.

Tabla 3. Valores de dureza y módulo de Young obtenidos por nanoindentación a profundidad de penetración máxima.

	H (GPa)	E (GPa)
ZT70 1500	15,1±0,4	202±5
ZT50 1500	6,3±1,1	109±7

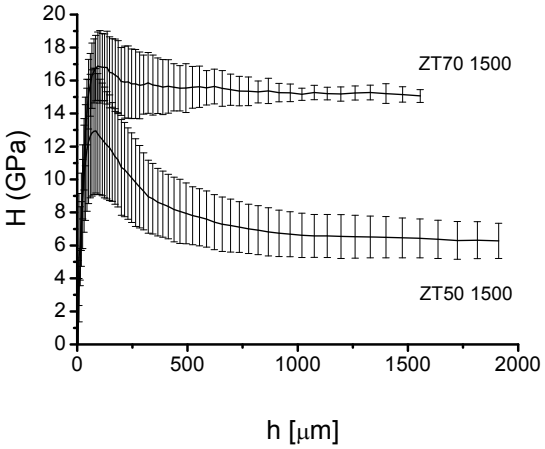


Figura 4. Curvas dureza-profundidad de penetración de los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500 obtenidas por nanoindentación.

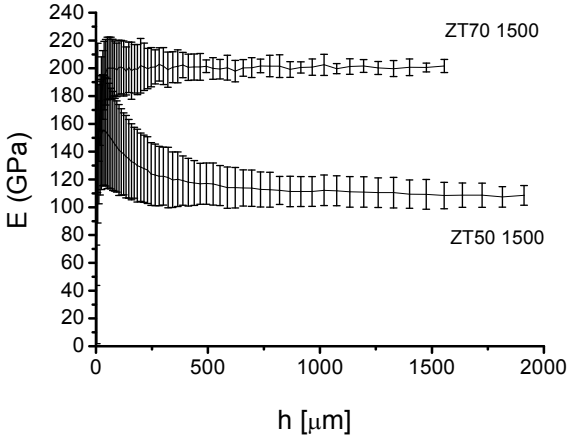


Figura 5. Curvas módulo de Young-profundidad de penetración de los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500 obtenidas por nanoindentación

La comparación de los valores de dureza del material ZT70 1500 determinados por macro y nanonidentación (tabla 1 y 3) frente a los existentes en bibliografía para materiales de circona cúbica tanto a nivel masivo (H=10,6±0,2GPa para ZT70 1500 frente a H=12GPa [6] para un material de circona cúbica policristalino) como a nivel local (H=15,1±0,4GPa para ZT70 1500 frente a H=19,8GPa [8] para un monocristal de circona cúbica), indica que el material ZT70 1500 presenta unos valores de dureza similares a los de la circona cúbica. Por lo tanto, la dureza del titanato de circonio no agrietado debe ser similar a la de la fluorita.

Los valores de la dureza del material ZT50 1500 a nivel masivo (H=5,5±0,3 GPa, tabla 1) y a nivel local son del mismo orden (H=6,3±1,1GPa, tabla 3) y muy inferiores a los de la fluorita. Las microgrietas presentes en el material ZT50 1500 como consecuencia de un mayor tamaño de grano del titanato de circonio determinan los valores de dureza de este material.

El valor de módulo de Young E=81±4GPa (tabla 1) determinado a partir de macroindentacion en el material ZT70 1500 es muy inferior a los valores reportados para materiales de fluorita (E=220GPa [7]), determinados mediante excitación por impulsos. Asimismo, son muy inferiores a los determinados en este material (E=202±5GPa, tabla 3) y en un monocristal de fluorita (E=243±8GPa [9]) mediante nanoindentación.

Actualmente nos se cuenta con una explicación definitiva para este hecho, si bien puede tener su origen en un agrietamiento localizado del material bajo la punta Vickers. En efecto, si bien el menor tamaño de grano del titanato de circonio en el material ZT70 1500 no favorece el microagrietamiento durante el enfriamiento desde la temperatura de sinterización, el material presentará tensiones residuales, lo que podría originar el microagrietamiento bajo la punta de indentación.

Por el contrario, los valores de E del material ZT70 1500 determinados mediante nanoindentación son del mismo orden que los determinados para materiales y monocristales de fluorita, lo cual sería indicativo de un módulo de Young del titanato de circonio similar a la de esta fase.

Los valores del módulo de Young determinados utilizando las dos técnicas que caracterizan el material a nivel masivo (tabla 2) como mediante macroindentación (tabla 1) para el material ZT50 1500 son similares. Las pequeñas diferencias existentes entre estos valores se deben a que el módulo de Young estático se verá más afectado por la presencia de microgrietas que el dinámico y que el determinado por indentación instrumentada. Sin embargo, estos valores difieren significativamente del módulo de Young determinado por nanoindentación (E=109±7 GPa, tabla 3). Esto indica que la presencia de microgrietas confinadas en los granos (Fig. 2) afecta en menor grado al módulo de Young local.

Si se aplican los modelos Voigt y Reuss para calcular el módulo de Young que presentaría la fase de titanato de circonio en los materiales ZT70 1500 y ZT50 1500 a partir de los valores del módulo de Young local (tabla 3), para el material ZT70 1500 (E_{voigt}≈188GPa, E_{reuss}≈190GPa) se obtienen valores casi el doble que para el material ZT50 1500 (E_{voigt}≈88GPa, E_{reuss}≈99GPa). Esta diferencia debe estar originada por la presencia de microgrietas en el material ZT501500. Como se discutió anteriormente, esta microgrietas no afectan a los valores de dureza determinados por nanoindentación, lo cual muestra el distinto alcance que tienen la dureza y el módulo de elasticidad determinados por esta técnica.

4. CONCLUSIONES

Se ha determinado la dureza y el módulo de Young de dos materiales de titanato de circonio y fluorita, con distintos tamaños de grano y proporciones de las distintas fases. Las determinaciones se han realizado tanto a nivel local como masivo.

El material con menor tamaño de grano y proporción de titanato de circonio, ZT70 1500, presenta valores locales de las propiedades estudiadas similares a los de la fluorita.

El material ZT50 1500, con una mayor cantidad de titanato de circonio de mayor tamaño de grano, presenta microagrietamiento. Este microagrietamiento afecta fuertemente a las propiedades masivas del material pero no tiene influencia en las propiedades locales.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido realizado gracias a la financiación económica del proyecto: MEC MAT2006-13480-C02.

E. López-López agradece a la Comunidad de Madrid y al Fondo Social Europeo el contrato de investigación CPI/0552/2007.
C. A. Botero desea expresar su agradecimiento a la Generalitat de Catalunya por la concesión de una beca predoctoral para la formación de personal investigador mediante la Agència de Gestió d'Ajuts Universitaris i de Recerca AGAUR.

REFERENCIAS

[1] Ikawa, H., Iwai, A., Iruta, K., Shimojima, H., Urabe, K. and Udagawa, S., Phase transformation and thermal expansion of zirconium and hafnium titanates and their solid solutions, J. Am. Ceram. Soc. 71, 120-127, (1988).

[2] Engqvist, H. and Wiklund U., *Mapping of mechanical properties of WC-Co using nanoindentation*, Tribol. Lett., 8, 147-152 (2000).

[3] Gee, M. G., Roebuck, B., Lindahl, P. and Andren H-O, *Constituent phase nanoindentation of WC/Co and Ti(C,N) hard metals*, Mater. Sci. Eng. A, 209, 128-136 (1996).

[4] Bueno, S., Moreno, R. and Baudín, C., *Design and processing of Al_2O_3-Al_2TiO_5 layered structures*, J. Eur. Ceram. Soc., 25, 847-856 (2005).

[5] López-López, E., Baudín, C. and Moreno, R., *Synthesis of Zirconium Titanate based materials by Colloidal Filtration and Reaction Sintering*, Int. J. Appl. Ceram. Technol., 5, 394-400 (2008).

[6] Dahl, P., Kaus, I., Zhao, Z., Johnsson, M., Nygren, M., Wiik, K., Grande, T. and Einarsrud, M. A., *Densification and properties of zirconia prepared by three different sintering techniques,* Ceram. Int., 33, 1603-1610 (2007).

[7] Selçuk, A., Atkinson, A., *Elastic properties of ceramic oxides used in solid oxide fuel cells (SOFC)*, J. Eur. Ceram. Soc., 17, 1523-1532 (1997).

[8] Gaillard, Y., Anglada, M and Jiménez-Piqué, E., *Nanoindentation of yttria-doped zirconia: Effect of crystallographic structure on deformation mechanisms*, J. Mater. Res., in press.

[9] Wang, Y., Duncan, K., Wachsman, E. D. and Ebrahimi, F., *The effect of oxygen vacancy concentration on the elastic modulus of fluorite-structured oxides*, Solid State Ionics, 178, 53-58 (2007).

[10] Oliver, W. C. and Pharr, G. M., *Measurements of hardness and elastic modulus by instruemented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,* J. Mater. Res., 19, 3-20 (2004).

[11] López-López, E., Moreno, R. and Baudín C., Microstructure and phase development on zirconium titanate based materials obtained by reaction sintering, J. Am. Ceram. Soc., submitted.

[12] Bueno, S., Baudín, C., *Instrumented Vickers microindentation of alumina-based materials*, J. Mater. Res., 21, 161-173 (2006).

EFECTO DE LA VELOCIDAD DE SOLICITACIÓN EN LA ENERGÍA DE FRACTURA DEL HORMIGÓN DE ALTA RESISTENCIA

G. Ruiz[1], X.X. Zhang[1,2], J.R. del Viso[1], R. Porras[1], E. Poveda[1]

[1] Departamento de Mecánica Aplicada e Ingeniería de Proyectos,
ETSI Caminos, C. y P., Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real, España.
Correo-e: Gonzalo.Ruiz@uclm.es

[2] Harbin Engineering University, Harbin, 150001China

RESUMEN

En este trabajo de investigación estudiamos la sensibilidad a la velocidad de solicitación de la energía de fractura de ocho hormigones de alta resistencia diseñados por prestaciones como, por ejemplo, ser bombeables o carecer de retracción. Las variaciones en la composición de los hormigones, además de proporcionar la prestación deseada, producen cambios en las propiedades en fractura que también se estudian en esta comunicación. Los ensayos los realizamos a cinco velocidades de desplazamiento diferentes que abarcan seis órdenes de magnitud, desde 1.74×10^{-5} mm/s a 17.4 mm/s. Las curvas carga-desplazamiento muestran que la carga máxima aumenta con la velocidad, mientras que el desplazamiento correspondiente permanece prácticamente constante. La energía de fractura aumenta su valor con la velocidad de desplazamiento a partir de 0.01 mm/s. Para analizar nuestros resultados usamos una fórmula de ajuste que se fundamenta en un modelo cohesivo con un término viscoso [*Anales de Mecánica de la Fractura* 25 (2008) 793-797]. La expresión ajusta muy bien los resultados experimentales y permite obtener el valor teórico de energía de fractura en condiciones estrictamente estáticas. Por otro lado, tanto la energía de fractura como la longitud característica disminuyen proporcionalmente al aumento de la resistencia a compresión de los áridos utilizados en la fabricación de los hormigones de este estudio.

ABSTRACT

This research deals on the sensitivity of several types of performance-designed high-strength concrete to the loading rate. Variations in concrete composition produce the desired performance, for instance having null shrinkage or being able to be pumped at elevated heights without segregation, but also produce variations in the fracture properties that are reported in this paper as well. We performed the tests at five loading rates spanning six orders of magnitude in the displacement rate, from 1.74×10^{-5} mm/s to 17.4 mm/s. Load-displacement curves show that their peak is higher as the displacement rate increases, whereas the corresponding displacement is almost constant. Fracture energy also increase, but only from 0.01 mm/s. We use a formula based on a cohesive law with a cohesive term [*Anales de Mecánica de la Fractura* 25 (2008) 793-797] to study the results. The correlation of the formula to the experimental results is good and it allows obtaining the theoretical value for the fracture energy under strictly static conditions. Besides, both the fracture energy and the characteristic length of the concretes used in the study diminish as the compressive strength of their aggregates increases.

PALABRAS CLAVE: Hormigón de alta resistencia; energía de fractura; efecto de la velocidad de solicitación.

1. INTRODUCCIÓN

Hay bastantes investigaciones sobre ensayos de energía de fractura en régimen estático en hormigones de alta resistencia, pero muy pocos en régimen dinámico. Por ejemplo, Schuler y Hansson [1] midieron la tensión nominal y la energía de fractura en hormigones de alta resistencia en un rango de velocidades de deformación entre 10 s^{-1} y 100 s^{-1} y observaron que el valor de la energía de fractura se incrementaba hasta 3 veces respecto al valor estático para velocidades de 1.7 m/s. En cualquier caso, los datos experimentales en la bibliografía científica sobre la sensibilidad del comportamiento en fractura del hormigón de alta resistencia son muy escasos.

En el caso del hormigón convencional la información sobre el tema es, sin embargo, abundante. La energía de fractura apenas varía en régimen quasi-estático al variar la velocidad de solicitación, mientras que sí varía en régimen dinámico [2]. Por ello algunos investigadores concluyen que la energía de fractura es constante e independiente de la velocidad de solicitación [3-5]. Sin embargo, la energía de fractura aumenta aproximadamente un 50% cuando la velocidad de solicitación aumenta hasta el entorno de 1 mm/s [6]. A elevadas velocidades de ensayo, la energía de fractura supera ampliamente el valor estático debido, principalmente, a causas estructurales como, por ejemplo, la inercia y la geometría de la estructura [7-9].

Tabla 1. Prestación de diseño, tipo de árido utilizado y propiedades mecánicas de los hormigones de alta resistencia.

prestación	nomenclatura	árido grueso	$d_{máx}$ (mm)	f_c árido (MPa)	E_c (GPa)	f_c (MPa)	f_t (MPa)
planta convencional	H01	silíceo	20	130	32 (2)	78 (4)	6.3 (0.4)
bombeable	H02	andesita	12	250	30 (2)	88 (4)	5.8 (0.7)
sin retracción	H03	andesita	12	250	34 (1)	97 (6)	6.1 (0.5)
muy alta resistencia	H05	pórfido	12	200	43 (2)	127 (11)	6.3 (0.6)
alta resistencia inicial	H06	milonita	6	150	34 (1)	71 (11)	4.9 (0.3)
bajo calor de hidratación	H07	andesita	12	250	29 (4)	96 (14)	5.3 (0.7)
ligero	H08	arlita	10	10	20 (1)	57 (5)	3.0 (0.4)
pesado	H09	barita	10	12	34 (1)	60 (1)	3.7 (0.4)

En cualquier caso, los resultados y conclusiones obtenidos con hormigón convencional no son directamente aplicables al hormigón de alta resistencia, ya que el tipo y extensión de la zona de proceso de fractura varían al aumentar la resistencia del material. En general, en el hormigón convencional se pueden producir fisuras en la intercara matriz-árido y en el hormigón de alta resistencia las fisuras, en la mayoría de los casos, atraviesan los áridos [10]. Este hecho implica que habría que revisar las formulaciones obtenidas para el estudio en fractura de los hormigones convencionales si se van a utilizar para hormigones de alta resistencia.

Por todo ello, en esta investigación hemos planteado el estudio de la variación de la energía de fractura en ocho hormigones de alta resistencia diseñados por prestaciones. Es decir, además de ser de alta resistencia, se requiere que tengan una funcionalidad especial. Ambos requerimientos determinan los componentes que debe tener la mezcla de hormigón y su dosificación. Las variaciones en la composición de los hormigones, además de proporcionar la prestación deseada, producen cambios en las propiedades mecánicas en fractura y, por eso, otro objetivo de este trabajo es conocer la relación entre la composición de los hormigones de alta resistencia y sus propiedades en fractura. El proceso de diseño, fabricación y puesta en obra del material (por ejemplo, las propiedades en estado fresco, especialmente los cambios tixotrópicos característicos del uso de aditivos) es complementario a esta investigación y tiene, por supuesto, gran interés tecnológico. No obstante, se sitúa fuera de los límites de la caracterización mecánica en fractura de los materiales y, por tanto, no lo hemos considerado como un objetivo de este trabajo. Únicamente consideraremos, de modo complementario a nuestro objetivo principal, la influencia de la composición del hormigón en las propiedades mecánicas en fractura.

El artículo tiene la siguiente estructura. A continuación describimos, en la Sección 2, el programa experimental realizado. Se explican en primer lugar las características de los hormigones utilizados y, luego, la forma en la que se han realizado los ensayos de energía de fractura. La Sección 3 ordena los resultados de modo que, ya en la Sección 4, se analizan y discuten con la ayuda de un modelo analítico. Finalmente, en la Sección 5 resumimos la investigación y extraemos las conclusiones más relevantes.

2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

2.1. Hormigones de alta resistencia

Los hormigones estudiados en esta investigación han sido diseñados y fabricados por Composites ID en su planta de Alpedrete (Madrid). La prestación de diseño y la nomenclatura adoptada para cada uno de ellos se muestran en la Tabla 1 (en la nomenclatura se salta de H03 a H05 porque hay un tipo de hormigón que todavía no se ha fabricado y, sin embargo, hemos respetado la denominación inicial de los hormigones acordada con Composites ID). Desde el punto de vista mecánico su composición se puede caracterizar por el tipo de árido grueso empleado, por su tamaño máximo y por la resistencia a compresión del árido estimada a partir de [11], información que también se incluye en la Tabla 1. En dicha tabla se han ordenado asimismo los resultados obtenidos en los ensayos de caracterización mecánica estándar (módulo de elasticidad, E_c, resistencia a compresión, f_c, y resistencia a tracción indirecta, f_t; además del valor medio de cuatro ensayos, entre paréntesis se indica la desviación estándar de cada valor).

2.2. Ensayos de energía de fractura

En este trabajo medimos la energía de fractura G_F siguiendo el procedimiento de ensayo recomendado por la RILEM [12] con las mejoras propuestas por Planas, Guinea y Elices [13-15], aunque variamos la velocidad de solicitación. En particular, realizamos ensayos de flexión en tres puntos sobre probetas prismáticas de $400 \times 100 \times 100$ mm entalladas hasta la mitad del canto. El ensayo se realiza en control de posición a cinco velocidades de desplazamiento: 17.4 mm/s (muy rápida), 0.55 mm/s (rápida), 1.74×10^{-2} mm/s (intermedia), 5.5×10^{-4} mm/s (lenta) y 1.74×10^{-5} mm/s (muy lenta). En el caso de los ensayos lentos y muy lentos la velocidad indicada corresponde a los primeros 0.25 mm de desplazamiento. Dicha primera rampa incluye siempre el pico de carga. A continuación se acelera el ensayo multiplicando la velocidad por cinco hasta 0.75 mm y entonces se vuelve a multiplicar por cinco hasta el final del ensayo. Los ensayos más lentos duran aproximadamente 8 horas mientras que los ensayos más rápidos duran aproximadamente 1/5 de segundo. La Fig. 1 muestra una de las probetas lista para ser ensayada. Se han ensayado cuatro probetas por cada tipo de hormigón y velocidad de ensayo, es decir, se han realizado 160 ensayos de este tipo en esta investigación.

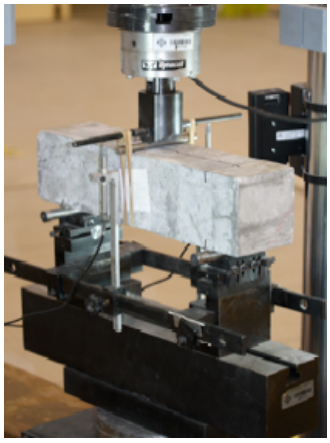


Fig. 1: Ensayo de energía de fractura.

3. RESULTADOS

La Fig. 2 muestra una selección de curvas carga-desplazamiento, *P*-δ. Se trata de una curva representativa de cada velocidad de ensayo y corresponden al hormigón H03. Cada curva de este tipo permite obtener un valor de G_F por hormigón y velocidad de ensayo. Los valores medios de G_F por cada hormigón y velocidad se ordenan en la Tabla 2 (en el caso del H01 —fabricado en planta— no se midió G_F para la velocidad muy rápida). La desviación estándar de cada medida se representa entre paréntesis.

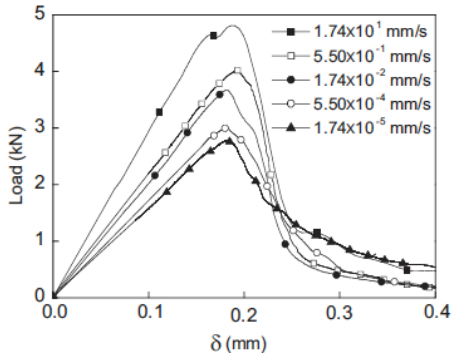


Fig. 2: Curvas P-δ para cada velocidad de ensayo correspondientes al hormigón H03 (sin retracción).

Tabla 2: Variación de la energía de fractura con la velocidad de solicitación.

	G_F (N/m) a la velocidad v_D (mm/s)				
v_D	1.74×10^{-5}	5.5×10^{-4}	1.74×10^{-2}	0.55	17.4
H01	211 (13)	200 (41)	197 (26)	249 (35)	—
H02	121 (28)	108 (13)	119 (11)	156 (16)	177 (9)
H03	134 (14)	126 (6)	124 (8)	155 (12)	198 (23)
H05	181 (43)	156 (20)	187 (12)	215 (18)	252 (39)
H06	245 (22)	213 (9)	254 (42)	285 (24)	328 (62)
H07	149 (16)	137 (11)	157 (3)	158 (7)	204 (25)
H08	120 (3)	100 (8)	97 (5)	113 (12)	111 (2)
H09	153 (11)	138 (13)	139 (25)	169 (40)	201 (19)

4. DISCUSIÓN

4.1. Variación de las propiedades mecánicas en función del tipo de árido

La Fig. 3 representa gráficamente la relación entre el comportamiento mecánico de los hormigones y la resistencia a compresión del árido grueso. Las gráficas permiten observar que según aumenta la resistencia a compresión del árido, aumenta tanto la resistencia a compresión —de modo casi lineal excepto para el H05 (muy alta resistencia)— como la resistencia a tracción del hormigón, en cuyo caso el aumento es rápido al principio y más tenue al aumentar la resistencia del árido. Para el hormigón H05 (muy alta resistencia), se produce un aumento más acusado de las dos propiedades, probablemente atribuible a la elevada cantidad de adición (microsílice) que contiene ese hormigón [16].

En cuanto a la variación del módulo de elasticidad con la resistencia del árido, la Tabla 1 muestra que el módulo se mantiene en un intervalo entre 30 y 35 MPa aproximadamente, excepto para el hormigón H08 (ligero) y el H05 (muy alta resistencia). El hormigón H08 (ligero) está formado por un árido artificial, arlita, que es una arcilla expandida y que tiene un módulo de elasticidad mucho más bajo que el resto de áridos. El aumento en el módulo de elasticidad del H05 (muy alta resistencia) es parcialmente atribuible al pórfido que se usa como árido grueso y al hecho de que la matriz sea más rígida y resistente [16].

En lo que respecta a la variación de la energía de fractura G_F con la resistencia del árido, la Fig. 3 muestra claramente que G_F disminuye si la resistencia a compresión del árido aumenta, excepto en el caso de los hormigones con áridos más débiles (H08 y H09). La Fig. 3 también muestra que la longitud característica, ℓ_{ch}, disminuye al aumentar la resistencia del árido grueso. Ello confirma que los hormigones más resistentes son, desde el punto de vista del fallo en fractura, los más frágiles. Es importante recordar que tanto la longitud de un proceso de fractura en el hormigón como la capacidad de dicho proceso para disipar energía son proporcionales a ℓ_{ch}. Por tanto, dos estructuras semejantes y que tengan la misma proporción de sus dimensiones con ℓ_{ch} van a generar procesos de fisuración semejantes y con dimensiones proporcionales entre sí y, en este sentido, ℓ_{ch} caracteriza la ductilidad o fragilidad intrínseca del hormigón.

4.2. Variación de la energía de fractura con la velocidad de solicitación

En la Fig. 2 dibujamos curvas *P*-δ representativas para cada velocidad de deformación para uno de los hormigones, el H03 (sin retracción). La carga de pico aumenta con la velocidad de ensayo, mientras que el desplazamiento en carga máxima permanece prácticamente constante. En cuanto a la rigidez de la viga, se observa que, al igual que la carga de pico, aumenta al aumentar la velocidad de ensayo.

En la Tabla 2 ordenamos los valores de G_F obtenidos del ensayo de trabajo de fractura para todos los hormigones y para las cinco velocidades de deformación junto

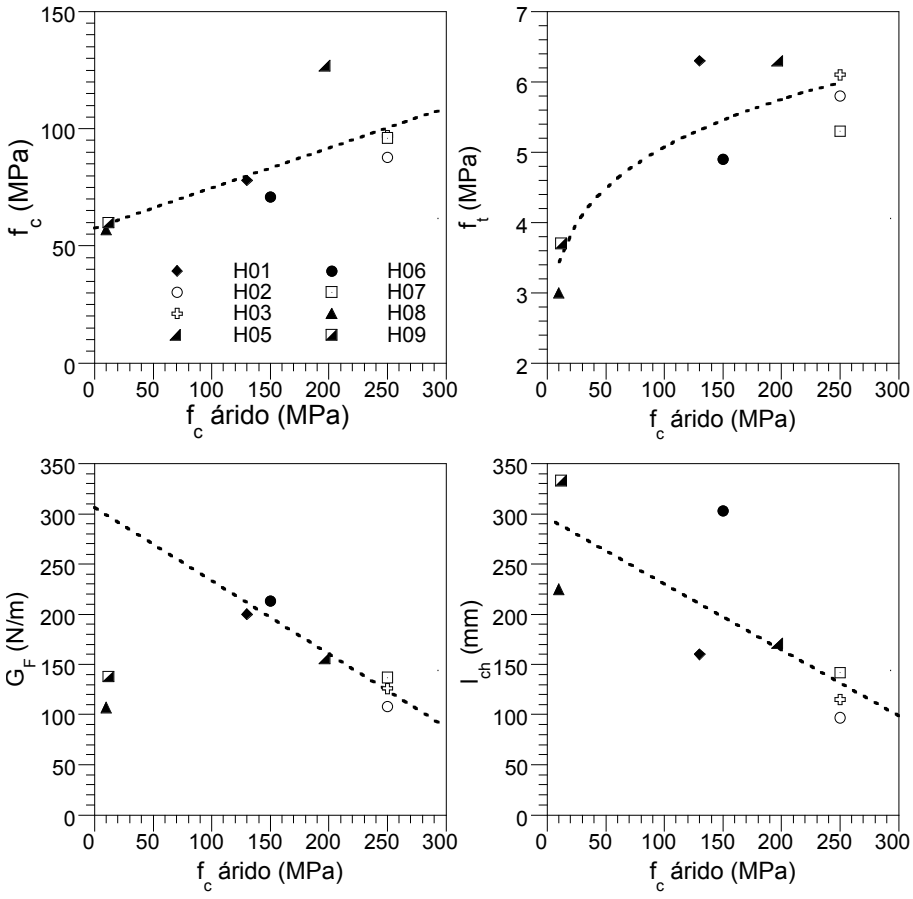


Fig. 3: Variación de las propiedades mecánicas con la resistencia a compresión del árido grueso.

a su desviación estándar, mientras que la Fig. 5 representa los valores medios gráficamente. Se observa que el trabajo de fractura permanece prácticamente constante para velocidades cuasi-estáticas de ensayo y aumenta su valor para velocidades dinámicas. En todos los hormigones se produce un ligero aumento de G_F para el ensayo muy lento sobre el ensayo lento e intermedio. Una posible explicación de este repunte de G_F puede encontrarse en la pérdida de humedad de la probeta durante el ensayo muy lento, ya que la duración del proceso de fractura era de unas ocho horas. Por otra parte, el aumento de G_F con la velocidad de carga se suele atribuir a una mayor extensión de la zona microfisurada alrededor de la fisura principal [17-19]. Sin embargo, la inspección visual de la superficie de fractura de nuestras probetas no permite deducir que haya un aumento de microfisuración con la velocidad de carga. A modo de ejemplo, la Fig. 4 muestra las superficies de fractura de dos probetas del hormigón H03 ensayadas a las velocidades extremas. Ambas superficies son aparentemente iguales a pesar de que hay una diferencia de seis órdenes de magnitud en la velocidad de carga.

Es destacable el hecho de que, para velocidades estáticas y cuasi-estáticas de ensayo, desde 1.74×10^{-5} mm/s hasta 1.8×10^{-2} mm/s, la energía de fractura apenas varía —aunque sí lo haga la carga máxima (ver Fig. 2)—, lo cual explicaría que algunos investigadores hayan pensado que la energía de fractura es independiente de la velocidad de solicitación [3-5]. Para velocidades más rápidas G_F sí que aumenta sensiblemente (a excepción del H08 —ligero—, probablemente debido a la diferente naturaleza de su árido grueso). Pensamos que el movimiento del agua en el interior de la red de poros del material por un lado y, por otro, la formación de nueva superficie de agua en el camino de propagación de las fisuras, influyen en la variación de la carga de pico y del trabajo de fractura con la velocidad de ensayo que muestran los resultados experimentales obtenidos. Dicha variación se reproduce correctamente utilizando un modelo cohesivo que incluya un término dependiente de la velocidad de deformación [20]. Esta aproximación permite deducir que el ajuste a los resultados experimentales debe ser del tipo:

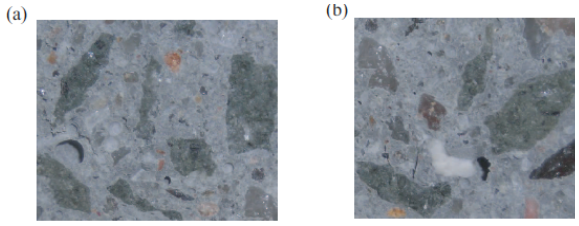


Fig. 4: Superficie de fractura de dos probetas de hormigón H03 ensayadas a la velocidad de (a) 1.74×10^{-5} mm/s y (b) 17.4 mm/s.

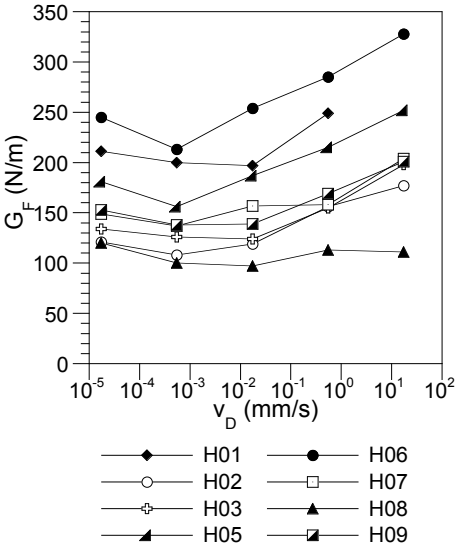


Fig. 5: Variación de la energía de fractura con la velocidad de solicitación.

$$\frac{G_F}{G_F^S} = 1 + \left(\frac{v_D}{v_0} \right)^n \qquad (1)$$

donde G_F es la energía de fractura, G_F^s es un parámetro de ajuste con dimensiones de energía de fractura, v_D es la velocidad de desplazamiento, v_0 es otro parámetro de ajuste, con dimensiones de velocidad, y n es un exponente adimensional que también se determina ajustando (1) a los resultados experimentales.

En la Tabla 3 ordenamos los parámetros que ajustan la Ec. (1) a cada uno de los hormigones de este estudio. Los coeficientes de regresión resultan próximos a la unidad excepto en el caso del H01 (fabricado en planta), debido a que no se midió G_F para la velocidad muy rápida, ni para el H08 (ligero) debido a su comportamiento anómalo; por eso no se han escrito los parámetros correspondientes a dichos hormigones en la Tabla 3. Cabe destacar que G_F^S se puede entender como el valor de la energía de fractura para condiciones estrictamente estáticas ($v_D = 0$). Obsérvese que dicho parámetro prácticamente coincide, en todos los casos, con la energía de fractura medida a velocidad lenta, que es la que habitualmente se considera como propiedad intrínseca del material. Por su parte, v_0 es la velocidad de desplazamiento para la cual el incremento de la energía de fractura sería exactamente del 100% con respecto a G_F^S; es un parámetro que se sitúa entre 10^2 y 10^3 mm/s y su media es 284 mm/s. El exponente n varía entre 0.2 y 0.4, y su valor medio es 0.27.

La Fig. 6 representa los resultados experimentales de modo adimensional. El eje de abscisas corresponde a la velocidad adimensional v_D/v_0 y el eje de ordenadas a la energía de fractura adimensionalizada con respecto a G_F^S.

Cada hormigón se ha representado usando sus parámetros correspondientes, los cuales indicamos en la Tabla 3. La zona sombreada representa la zona donde se encuentran todos los resultados experimentales. Si, en esta representación, ajustamos de nuevo la Ec. (1) a todos los puntos dibujados de modo conjunto podemos obtener un nuevo valor promedio de n; el resultado es 0.26, muy próximo al valor medio hallado, y la curva gruesa en la Fig. 6 es la Ec. (1) para dicho valor de n. Dicha curva representa el comportamiento adimensional promedio de los hormigones de alta resistencia de este estudio.

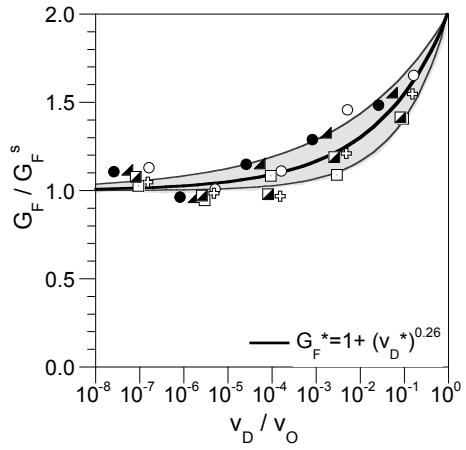


Fig. 6: Representación adimensional de la energía de fractura respecto a la velocidad de solicitación.

Tabla 3: Parámetros de la ecuación de ajuste para cada hormigón.

	G_F^s (N/m)	v_0 (mm/s)	n
H01	—	—	—
H02	106	125	0.18
H03	126	91	0.33
H05	162	317	0.20
H06	221	733	0.19
H07	145	180	0.39
H08	—	—	—
H09	142	256	0.32

5. RECAPITULACIÓN Y CONCLUSIONES

En este trabajo de investigación hemos estudiado la sensibilidad a la velocidad de solicitación de la energía de fractura de ocho hormigones de alta resistencia diseñados por prestaciones como, por ejemplo, ser bombeables o carecer de retracción.

Con cada uno de los tipos de hormigón hemos realizado ensayos de energía de fractura a cinco velocidades de desplazamiento diferentes, abarcando seis órdenes de magnitud, desde 1.74×10^{-5} mm/s a 17.4 mm/s. Las curvas carga-desplazamiento muestran que la carga máxima aumenta con la velocidad, mientras que el desplazamiento correspondiente permanece prácticamente constante. La energía de fractura aumenta su valor con la velocidad de desplazamiento a partir de 0.01 mm/s. Los resultados se ajustan muy bien con una fórmula fundamentada en un modelo cohesivo con un término viscoso. Con dicho ajuste hemos obtenido el valor teóri-

co de energía de fractura en condiciones estrictamente estáticas.

También se han estudiado los cambios que las variaciones en la composición de los hormigones producen en las propiedades en fractura. En particular, tanto la energía de fractura como la longitud característica disminuyen proporcionalmente al aumento de la resistencia a compresión de los áridos utilizados en la fabricación de los hormigones de este estudio.

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación se ha financiado parcialmente a través de las ayudas PAI08-0196, de la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha, y MAT2006-09105, del Ministerio de Ciencia e Innovación. La dosificación y fabricación de los hormigones ensayados ha sido realizada por Composites ID.

REFERENCIAS

[1] H. Schuler, H. Hansson. Fracture behaviour of high performance concrete (HPC) investigated with a Hopkinson-Bar. *Journal de Physique IV* 134, pp. 1145-1151, 2006.

[2] B. Oh. Fracture-behavior of concrete under high-rates of loading. *Engineering Fracture Mechanics* 35, pp. 327-332, 1990.

[3] N. Challamel, C. Lanos, C. Casandjian. Creep failure in concrete as a bifurcation phenomenon. *International Journal of Damage Mechanics* 14, pp. 5-24, 2005.

[4] D. C. Jansen, S. P. Shah, E. C. Rossow. Streess-strain results of concrete from circumferenctial strain feedback control testing. *ACI Materials Journal* 92 , pp. 419-428, 1995.

[5] J.H. Yon, N.M. Hawkins, A.S. Kobayashi. Strain-rate sensitivity of concrete mechanical properties. *ACI Materials Journal* 89, pp. 146-153, 1992.

[6] RILEM Committee on Fracture Mechanics of Concrete. Size effect method for determining fracture energy and fracture process zone of concrete. *Materials and Structures* 23, pp. 461-465, 1990.

[7] Y. Lu, K. Xu. Modelling of dynamic behaviour of concrete materials under blast loading. *International Journal of Solids and Structures* 41, pp. 131-143, 2004.

[8] F. Toutlemonde. Shock strength of concrete structures: from material behaviour to structure design. PhD. Thesis, ENPC, Paris, 1994.

[9] J.C.A.M. van Doormaal, J. Weerheijm, L.G. Sluys. Experimental and numerical determination of the dynamic fracture energy of concrete. *Journal de Physique IV* 4:C8, pp. 501-506, 1994.

[10] S. Choi, K. C. Thienel, S. P. Shah. Strain softening of concrete in compression under different end constraints. *Magazine of Concrete Research* 48, pp. 103-115, 1996.

[11] M. Alexander, S. Mindess. *Aggregates in Concrete*, Taylor & Francis, 435 pp., 2005.

[12] RILEM Committee on Fracture Mechanics of Concrete. Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of the three-point bend tests on notched beams. *Materials and Structures* 18, pp. 285-290, 1985.

[13] M. Elices, G. V. Guinea, J. Planas. Measurement of the fracture energy using three point bend tests. 3. Influence of cutting the P-δ tail. *Materials and Structures* 25, pp. 327-334, 1992.

[14] G. V. Guinea, J. Planas, M. Elices. Measurement of the fracture energy using three point bend tests. 1. Influence of experimental procedures. *Materials and Structures* 25, pp.121-218, 1992.

[15] J. Planas, M. Elices, G. V. Guinea. Measurement of the fracture energy using three point bend tests. 2. Influence of bulk energy dissipation. *Materials and Structures* 25, pp. 305-312, 1992.

[16] J. R. del Viso. *Comportamiento mecánico en fractura del hormigón de alta resistencia y su variación con la velocidad de solicitación*, Tesis doctoral, Universidad de Castilla-La Mancha, 2008.

[17] P.H. Bischoff, S.H. Perry. Compressive behaviour of concrete at high strain rates. *Materials and Structures* 24, pp. 425-450, 1991.

[18] A. Braraa, J.R. Klepaczko. Fracture energy of concrete at high loading rates in tension. *International Journal of Impact Engineering* 34, pp. 424-435, 2007.

[19] I. Vegt, K.V. Breugel, J. Weerheijm. *Failure mechanisms of concrete under impact loading*. In: A. Carpinteri, P. Gambarova, G. Ferro and G. Plizzari. Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures, Taylor & Francis Group.

[20] G. Ruiz, X.X. Zhang, J.R. del Viso, R.C. Yu and J.R. Carmona, Influence of the loading rate on the measurement of the fracture energy of a high-strength concrete. *Anales de Mecánica de la Fractura* 25:2, pp. 793-797, 2008.

MODELADO DE LA FRACTURA EN MODO MIXTO EN HORMIGÓN ARMADO

R.C. Yu*, L. Saucedo y G. Ruiz

E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad de Castilla-La Mancha, Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real,
España.

*Correo-e: rena@uclm.es

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es modelar la propagación de la fractura en modo mixto (o fallo por tensión diagonal) en vigas de hormigón ligeramente armado. Cuando la viga no está suficiente armada para resistir el cortante que la solicita, la fisura se puede propagar inestablemente y produce el fallo de viga por tensión diagonal. Para modelar este proceso hace falta una herramienta que pueda tratar la propagación de fisuras en régimen estático, dinámico y en el régimen transitorio. Adoptamos modelos cohesivos y de deterioro de la intercara acero-hormigón combinados con un algoritmo de fragmentación de la malla para nuestro estudio numérico. La simulación de la propagación estática-dinámica se ha realizado mediante el método de la Relajación Dinámica. Comparamos las curvas carga-desplazamiento, carga-apertura de fisura y los patrones de fisura resultado de la simulación con las experimentales. Dicha comparación permite afirmar que los modelos adoptados son adecuados para simular este tipo de fallo.

ABSTRACT

The object of this work is to model the propagation of fracture in mixed-mode along lightly reinforced concrete beams. When a notched beam does not have enough shear reinforcement, fracture can initiate and propagate unstably and lead to failure through diagonal tension. In order to study this phenomenon numerically, a model capable of dealing with both static and dynamic crack propagation as well as the natural transition of those two regimes is necessary. We adopt a cohesive model for concrete fracture and an interface model for the deterioration between concrete and steel re-bar, both combined with an insertion algorithm. The static process is solved by dynamic relaxation (DR) method together with a modified technique to enhance convergence rate. The same DR method is used to detect a dynamic process and switch to a dynamic calculation. The numerically obtained load-displacement curves, load-CMOD curves and crack patterns fit reasonably well with their experimental counterparts, having in mind that we fed the calculations only with parameters measured experimentally.

PALABRAS CLAVE: Relajación dinámica, elemento cohesivo, fallo por tensión diagonal.

1. INTRODUCCIÓN

Este estudio se centra en el modelado de los procesos de propagación de fisuras en modo mixto de un elemento de hormigón armado. Para ello, se intentan reproducir numéricamente los resultados obtenidos de forma experimental [1]. El estudio de este aspecto nos da criterios para el correcto dimensionamiento de la armadura a cortante. Ésta actualmente se sobreestima sin criterios científicos fruto de un estudio detallado de este aspecto.

El problema estático ya ha sido tratado anteriormente [1-3], centrándose en el caso de una fisura propagándose a través de la capa de refuerzo, cuya apertura tracciona la armadura. La mayor dificultad consiste en modelar la interacción entre la fisura y la capa de refuerzo, siendo ésta en el caso de un estudio 2D una discontinuidad dentro de la matriz de hormigón que frena el avance de la fractura. Por otro lado se requiere del modelado de la interacción hormigón-acero, ya que la fuerza de tiro a la cual está sometida la armadura provoca procesos de daño en esta intercara.

Algunos de los modelos anteriormente mencionados, modelan el armado como fuerzas aplicadas en las caras de la fisura, cuyo valor es variable con la apertura de la misma [2-4], pero en este caso, el problema se aborda definiendo la armadura de forma explícita, y aplicando a su vez los efectos del deterioro de la intercara [5].

Así, para el modelado del problema, se considera un estudio 3D, mediante elementos finitos, con modelado explícito de la armadura, así como de las caras de fractura entre elementos de hormigón, y los constituyentes de la intercara hormigón-acero.

El modelado de la fisuración en modo mixto, sin embargo, no se puede hacer exclusivamente en régimen estático, como se ve en el trabajo experimental de Carmona, Ruiz y Del Viso [1], cuando la viga no está suficiente armada para resistir el cortante que la solicita, la fisura se puede propagar inestablemente y produce el fallo de viga por tensión diagonal. Un punto singular, es la transición entre el estado estable y el inestable. El conocimiento de este punto, permite conocer el estado de carga para el cual la fisura de la estructura deja de ser estable, con el consecuente colapso de la misma. Para modelar este proceso hace falta una herramienta que pueda tratar la propagación de fisuras en régimen estático, dinámico y en el régimen transitorio. El modelado de esta transición cinética es una parte importante del desarrollo científico de este trabajo.

A continuación, se exponen tanto la metodología como la descripción del problema. El punto 3 expone las variables geométricas del problema, así como las propiedades de los materiales analizados. Finalmente, en el punto 4, se exponen los resultados del estudio.

2. METODOLOGÍA

Partiendo de lo anteriormente expuesto, nos encontramos ante un problema complejo. Para ello, se hace necesario un sistema de resolución que permita el cálculo de cada estado de fisuración mediante la inserción de nuevos elementos de carácter cohesivo, así como buscar la convergencia del sistema de ecuaciones planteado. Esto se logra mediante el uso combinado de un algoritmo de fragmentación [6], que permite la inserción de elementos cohesivos una vez producida la fisura, y del método de relajación dinámica [7, 8], el cual busca la convergencia de la solución en la parte estática del problema. Con todo ello, el modelo de fractura es no-lineal y viene dado por dos aspectos, el primero por las ecuaciones de gobierno de la apertura de fisura, y el segundo por la constante inserción de nuevos elementos.

Con el fin de obtener la solución, el algoritmo de relajación dinámica construye de forma artificial un sistema dinámico de ecuaciones con términos referidos a la inercia ficticia y amortiguación. El sistema, a cada iteración, se va relajando hacia converger a la solución del mismo. Esto se realiza mediante el uso de matrices de masa y de amortiguación. El procedimiento para la obtención del coeficiente de amortiguamiento está basado en la frecuencia de vibración característica [7, 8]. Mediante este método, se acelera la convergencia del sistema, pero al mismo tiempo se corre el riesgo de generar una fisura cohesiva falsa. Este riesgo se mitiga realizando todos los pasos de carga en dos fases distintas. El primero busca la estabilidad sin actualizar las variables internas de los elementos irreversibles, no permitiendo al algoritmo de fisuración trabajar. La inserción de nuevas caras de fisuración solo se permite cuando el equilibrio está totalmente alcanzado, a pesar de que su presencia desequilibra el problema y hace necesario un segundo proceso de convergencia para volver a equilibrar el sistema. Solo al final de todo el paso de carga, se renuevan las variables internas de los elementos irreversibles.

Los elementos introducidos mediante el algoritmo de fragmentación en las zonas fisuradas responden a las leyes cohesivas para modo mixto que se obtienen introduciendo la apertura efectiva de fisura, esta asigna diferente peso para los desplazamientos de apertura normal y de deslizamiento. Con la apertura efectiva y la relación entre apertura normal y deslizamiento se calculan las tensiones normales y tangenciales que aparecen en la fisura [9].

Otra particularidad de este estudio es el modelado explícito de la armadura y la matriz de hormigón. Esto se realiza mediante elementos sólidos de dimensiones previamente estimadas por criterios que relacionan, en el caso del hormigón, el tamaño de la malla con el tamaño máximo de árido y, en el caso de la armadura, con la longitud de anclaje [5]. A su vez, la inserción de nuevos elementos de carácter cohesivo responde a la necesidad de caracterizar el comportamiento de una fisura interna a la matriz de hormigón, o en la intercara hormigón acero. Por ello, se caracteriza la ley que modela la intercara cohesiva entre elementos de hormigón, la cual aporta una caída de tensión proporcional a la apertura de fisura. Esta ley es del tipo bi-lineal, ver Figura 1.

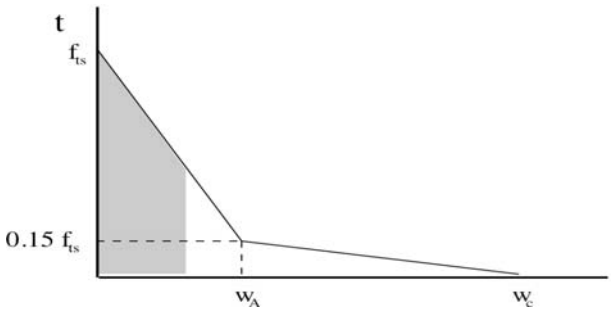


Figura 1. Ley cohesiva bi-lineal.

Por otro lado, la intercara de contacto entre hormigón y acero también sufre deterioro y, consecuentemente, es modelada con una ley de adherencia. Esta se deduce de los ensayos de adherencia realizados para este mismo proyecto [1], los cuales sugieren usar una ley perfectamente plástica.

La armadura no se modela con una barra uni-dimensional, sino que es discretizada en elementos sólidos. De este modo se puede abordar el análisis de la parte dinámica de la fisura, para la cual es imprescindible tener en cuenta la masa y el volumen de las fases. Por otro lado, esta división favorece la capacidad del programa para insertar nuevos elementos que modelen la intercara hormigón-acero una vez ésta se ha dañado.

Así, este estudio modela la fisura en todos sus estados de propagación estático, dinámico, y la transición entre ambos. Finalmente, una vez reproducida toda la fisura, validamos el modelo mediante la comparación de las curvas carga-posición y carga-CMOD obtenidas numéricamente, con las propias de sus respectivos ensayos.

3. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

Siguiendo la metodología descrita, nos planteamos la simulación de procesos de fisuración obtenidos en ensayos recientes [1]. Se demuestra que la presencia de armaduras longitudinales puede parar la propagación de fisuras en modo mixto y generar fisuras de flexión. Cuando la viga no está suficiente armada para resistir el cortante que la solicita, la fisura se puede propagar inestablemente y producir el fallo de viga por tensión diagonal.

Con ello, se modelan vigas con y sin armadura que representen fielmente las vigas ensayadas, ver Figura 2.

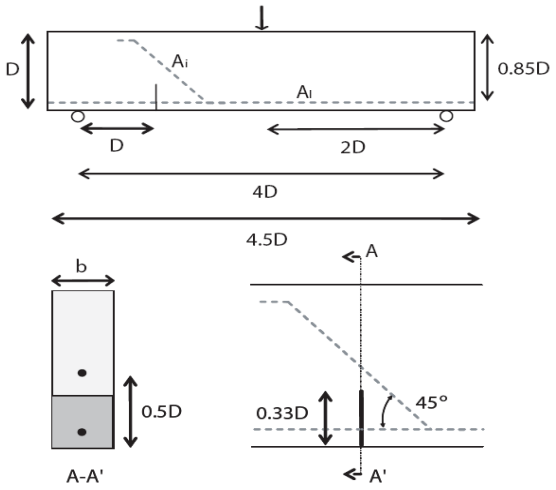


Figura 2. Geometría de las vigas estudiadas.

Para el estudio se usan tres tipos de vigas, siendo D de 75 mm para las vigas tipo S, 150 mm para las tipo M y 300 mm para las tipo L. La nomenclatura de las vigas se completa con dos números que hacen referencia a la cantidad de barras longitudinales e inclinadas que arman la viga. Así, por ejemplo, la viga S10 es una viga pequeña (D = 75 mm) armado sólo con una barra longitudinal. Igualmente, las vigas S00, M00 y L00 son las vigas en masa de los tres tamaños estudiados. Por otro lado, ya que conocemos previamente los patrones de fisuración, gracias a los resultados obtenidos experimentalmente, se diseña la malla disponiendo un mayor número de elementos en las zonas adyacentes a la fisura, calculando su tamaño en relación con el del árido**.** Con esta última relación se logra hacer la malla en la zona de fisura lo suficientemente grande como para permitir su cálculo, pero siendo a su vez representativo del problema. Dada una malla de hormigón por la cual discurre la fisura, ésta se desviará de su trayectoria más suave, al igual que lo hace la fisura real al encontrarse con áridos en la matriz del hormigón. Así, con esta dimensión de malla se reproduce este efecto, el cual otorga al modelo la aleatoriedad que tiene la disposición de los áridos de mayor tamaño en el interior de la matriz de hormigón. Así, se optimiza el número de elementos que componen la malla, consiguiendo con ello gran representatividad entre el modelo y el problema dado.

Por otro lado, el estudio consta de elementos armados, compuestos por una armadura de acero embebida en el hormigón y representada por un prisma de sección cuadrada. Esta posee un área equivalente a la circular de la armadura ensayada, y está discretizada en elementos que pueden representar con fidelidad los diferentes procesos que sufre la armadura durante el proceso de fisuración. Con ello, se discretiza con un tamaño adecuado para la inserción de nuevos elementos representativos de la fisuración en la intercara hormigón-acero, y respetando la longitud de anclaje que este elemento necesita, considerando las fuerzas tangenciales a las cuales está sometida.

Una vez definida la geometría del elemento, así como la de cada una de las partes que lo componen, se hace necesario definir los materiales que constituyen las vigas estudiadas. Para ello, el estudio se basa en la descripción realizada previamente durante la parte experimental del proyecto [1], donde los materiales usados son micro-hormigón (cuyo árido tiene el tamaño máximo de 5 mm) y acero. Las propiedades físicas de estos se describen en la Tabla 1.

Tabla 1. Caracterización del micro-hormigón y propiedades mecánicas de las barras de acero de armar.

Hormigón	E_c (GPa)	f_{ts} (MPa)	G_f (N/m)	l_{ch} (mm)
Media	30,5	3,8	62,5	132
Sd	2,0	3,2	4,7	-
Acero	E_s (GPa)		$\sigma_{0,2}$(MPa)	τ_c (MPa)
Lisa	200±4		568±6	0.52±0.19
Corrugada	162±8		538±2	5.3±1.8

4. RESULTADOS

En esta sección, vamos a validar la metodología descrita en la Sección 2 comparando los resultados numéricos y experimentales.

En las Figuras 3 y 4, dibujamos las curvas de carga-desplazamiento y carga-CMOD para las vigas de hormigón en masa. Se debe destacar que los datos de CMOD sólo se han medido para la viga M00 para evitar romper los extensómetros, ya que el fallo de las vigas de hormigón en masa es muy inestable. Teniendo en cuenta que todos los cálculos están hechos usando sólo los parámetros medidos, las curvas se ajustan bastante bien a las experimentales.

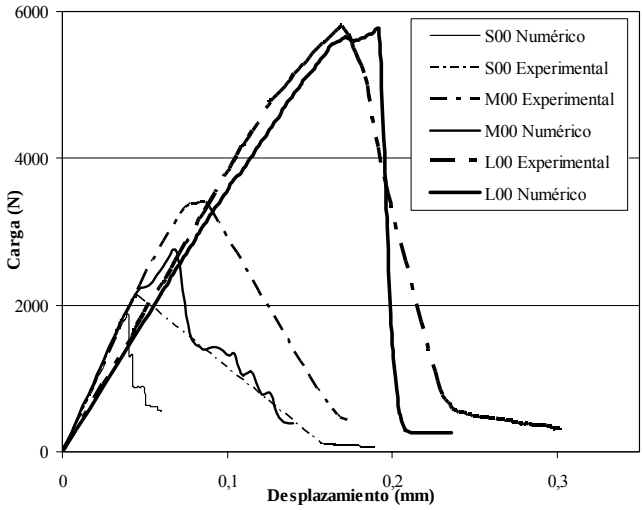


Figura 3. Curvas carga-Desplazamiento para las vigas de tipo S00, M00 y L00.

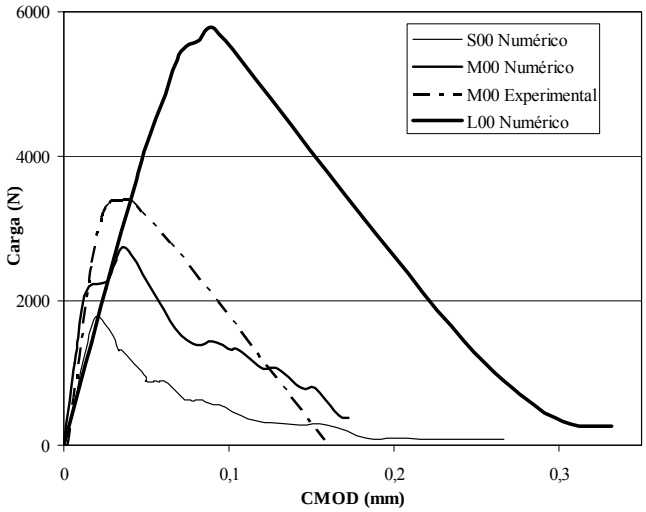


Figura 4. Curvas carga-CMOD para las vigas de tipo S00, M00 y L00.

Se debe destacar que, para la viga L00, después del pico existe un tramo dinámico de propagación de la fisura. Vemos este punto en las Figuras 5-7 con más detalle. Señalamos las fases de propagación de la fisura por cinco puntos definidos por las letras A-E. La Figura 5 es la comparación del patrón de fisura entre el cálculo y el ensayo experimental. Se ve cómo la fisura principal del cálculo sigue la trayectoria experimental. Los puntos A, C y E representan la iniciación de la fisura, el pico de la carga y el colapso total de la viga. Los puntos B y D son dos puntos entremedias. Se puede observar que, desde el punto C hasta punto D, el CMOD ha aumentado 0.18 mm, mientras que el desplazamiento ha crecido solo 0.01 mm y, en el mismo tiempo, la carga ha bajado desde su valor pico hasta ser casi nula. Es decir, la viga ha perdido su resistencia y falla inestablemente. Este proceso de fisuración estático-dinámico-estático esta modelado explícitamente gracias al método de relajación dinámica.

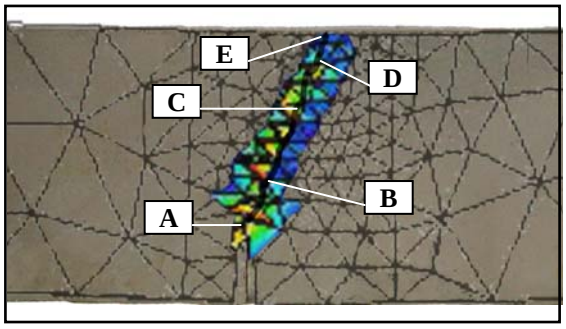


Figura 5. El patrón de fisura numérica para la viga L00 se superpone al experimental. Las variaciones en el color señalan la zona micro-fisurada.

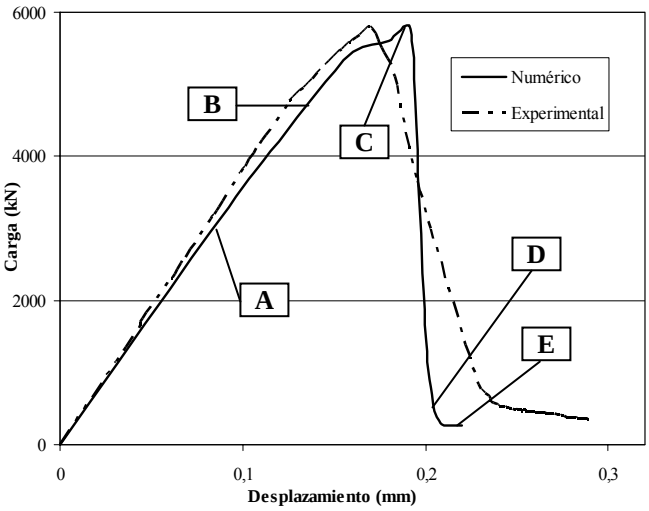


Figura 6. Curvas carga-desplazamiento de la viga L00, donde los puntos A-E se corresponden con las de la Figura 5.

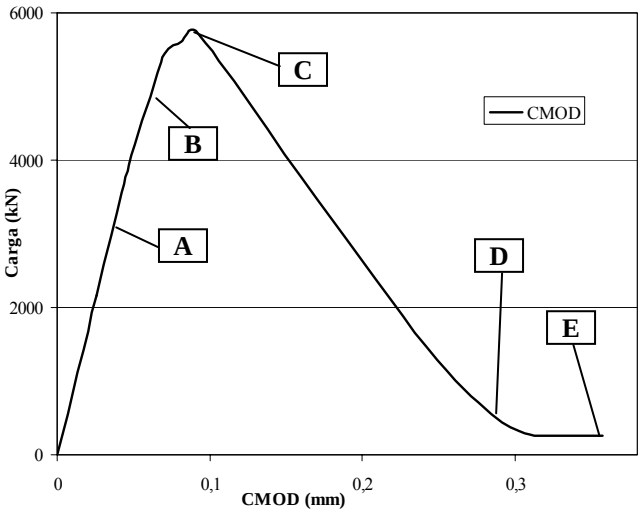


Figura 7. Curva carga-CMOD numérica de la viga L00, donde los puntos A-E se corresponden con las de la Figura 5.

En las Figuras 8-10, presentamos los resultados para la viga S10, la cual posee una barra de armado en su parte inferior y una geometría idéntica a la viga S00. Se puede ver que la armadura no sólo aumenta el valor pico de la carga, sino que altera de forma drástica la curva de ablandamiento de la viga, ver las Figuras 3 y 8. En otras palabras, la armadura longitudinal ha parado el proceso dinámico que se veía para las vigas de hormigón en masa en la Figura 3, y presenta un comportamiento dúctil en el lugar de frágil. Al mismo tiempo, se observa de forma clara, comparando las Figuras 5 y 10, que la parte final de la fisura cambia la curvatura de su trayectoria debido al armado.

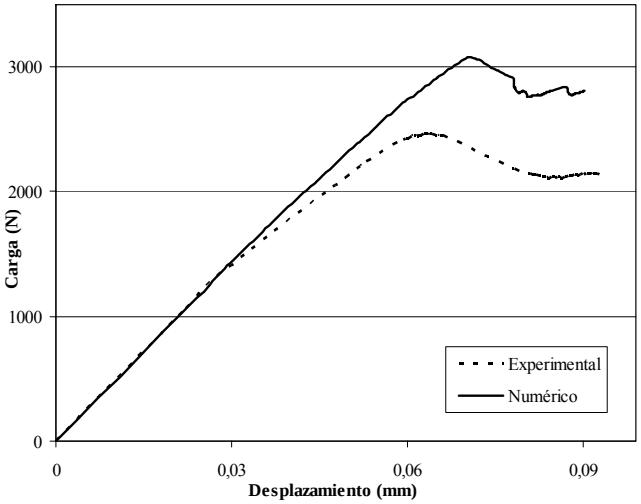


Figura 8. Curvas carga-desplazamiento para la viga S10.

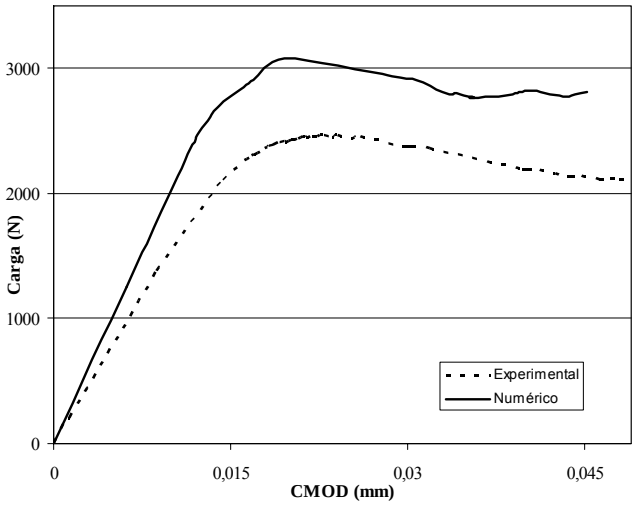


Figura 9. Curvas carga-CMOD para la viga S10.

Figura 10. El patrón de fisura numérica para la viga S10 se superpone al experimental. Las variaciones en el color señalan la zona micro-fisurada.

5. CONCLUSIONES

Hemos modelado la propagación de la fractura en modo mixto (o fallo por tensión diagonal) en vigas de hormigón ligeramente armados. Como se ha demostrado experimentalmente, cuando una viga no está suficiente armada para resistir el cortante que la solicita, la fisura se puede propagar inestablemente y produce el fallo de viga por tensión diagonal. Durante este proceso, existe propagación de fisuras en régimen estático, dinámico y en el régimen transitorio. Para estudiar este proceso complejo, hemos adoptado modelos cohesivos y de deterioro de la inter-cara acero-hormigón. También hemos incorporado el método de la Relajación Dinámica para resolver la propagación estática y detectar el cambio estático-dinámico. Hemos comparado las curvas carga-desplazamiento, carga-apertura de fisura y los patrones de fisura resultado de la simulación con las experimentales. Dicha comparación afirma que los modelos adoptados son adecuados para simular este tipo de fallo.

6. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación concedida a través del Proyecto Mat2006-09105. L. Saucedo agradece al Ministerio de Educación, Política Social y Deporte su Beca-Colaboración concedida, Resolución de la Secretaría de Estado de Educación y Formación de 13 de junio (B.O.E. de 30 de junio de 2008).

REFERENCIAS

1. Carmona, J.R., G. Ruiz, and J.R. del Viso, *Mixed-mode crack propagation through reinforced concrete.* Engineering Fracture Mechanics, 2007. **74**: p. 2788-2809.
2. Bosco, C. and A. Carpinteri, *Fracture-behavior of beam cracked across reinforcement.* Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 1992. **17**(1): p. 61-68.
3. Bosco, C., A. Carpinteri, and P.G. Debernardi, *Fracture of reinforced-concrete - scale effects and snap-back instability.* Engineering Fracture Mechanics, 1990. **35**(4-5): p. 665-677.
4. Brincker,R.H., M. S. Christensen, F. A. Heshe, G., *Size effects on the bending behaviour of reinforced concrete beams.* Minimum Reinforcement in Concrete Members, 1999. **24**: p. 127-180.
5. Yu, R.C. and G. Ruiz, *Explicit finite element modeling of static crack propagation in reinforced concrete.* International Journal of Fracture, 2006. **141**(3-4): p. 357-372.
6. Pandolfi, A. and M. Ortiz, *An efficient adaptive procedure for three-dimensional fragmentation Simulations.* Engineering with Computers, 2002. **18**(2): p. 148-159.
7. Sauve, R.G. and D.R. Metzger, *Advances in dynamic relaxation techniques for nonlinear finite-element analysis.* Journal of Pressure Vessel Technology-Transactions of the Asme, 1995. **117**(2): p. 170-176.
8. Yu, R.C. and G. Ruiz, *Multi-cracking modelling in concrete solved by a modified DR method.* Computers and Concrete, 2004. **1**(4): p. 371-388.
9. Ortiz, M. and A. Pandolfi, *Finite-deformation irreversible cohesive elements for three-dimensional crack-propagation analysis.* International Journal for Numerical Methods in Engineering, 1999. **44**(9): p. 1267-1282.

INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE PROCESADO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y MAGNÉTICAS DE FERRITAS Ni-Zn FABRICADAS MEDIANTE MOLDEO POR INYECCIÓN DE POLVOS.

A. Martín[1], J. Gutiérrez[2], E. Rodríguez-Senín[2], B. Levenfeld[2], J.Y. Pastor[1], A. Várez[2], M. A. Paris[3]

[1] Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid. C/ Profesor Aranguren s/n. Madrid. E-mail: amartin@mater.upm.es

[2] Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química. Universidad Carlos III de Madrid. Avda. Universidad,30, 28911 Leganés.

[3] Departamento de I+D. Hispano Ferritas S.A. Polígono Industrial El Henares. Guadalajara.

RESUMEN

En este trabajo se estudia la influencia de la densificación y la microestructura en las propiedades magnéticas (principal campo de aplicación de estos materiales) y mecánicas de ferritas de base Ni-Zn. Para este estudio se ha utilizado una ferrita industrial, que sirve de sistema de referencia, y varias ferritas producidas mediante moldeo por inyección de polvos, utilizando un sistema ligante desarrollado previamente por los autores y que esta basado en polipropileno. Se han utilizado mezclas inyectables (polímero y polvo de ferrita) con diferentes cargas de polvo (52, 55 y 58% vol.), a fin de estudiar la influencia de este parámetro, fundamental para el procesado, en las propiedades de los materiales obtenidos. El objetivo último de esta investigación es poder establecer las condiciones de procesado y de mezcla de los polvos de partida para poder producir por moldeo por inyección de polvos un material con propiedades iguales o mejores a los que se están utilizando actualmente por la industrial, que son producidos por compactado uniaxial, lo que permitiría realizar piezas más complejas y reducir el coste de producción.

ABSTRACT

This work studies the influence of the densification and the microstucture in the magnetic properties (main field of application of these materials) and mechanical (flexural strength and toughness) Ni-Zn based ferrites. In this study an industrial ferrite, used as reference material, and several ferrites, obtained by injection moulding using a ligate system develop previously by the autors and what this based on polypropylene, are compared. A mixture (polymeric and powder of ferrite) with different powder loading (52, 55 y 58% vol) was analyzed in order to study the influence of this parameter (fundamental for the processing) in the properties of the obtained materials. The last objective of this research is to establish the conditions of processing and of mixture of power to produce by power injection moulding a material with improved magnetic and mechanical properties. This will let produced complex pieces demanded by the industry at a very competitive cost.

PALABRAS CLAVE: ferritas, moldeo por inyección, propiedades mecánicas, propiedades magnéticas.

1. INTRODUCCIÓN

Las ferritas son materiales cerámicos de carácter ferromagnético constituidos por una mezcla de óxidos metálicos, donde el principal componente es el óxido de hierro (III).

A pesar de que el principal interés industrial sobre estos materiales es su comportamiento magnético (permeabilidad, pérdidas,…), resulta esencial conocer sus propiedades mecánicas. En condiciones normales las ferritas no deberán estar sometidas a ningún comportamiento mecánico agresivo, pero debido a su uso como componentes de máquinas que están sometidas a esfuerzos especialmente vibratorios, sus propiedades mecánicas también serán un parámetro a tener en cuenta en el diseño de su vida en servicio, siendo necesario conocer cuáles son las condiciones para obtener piezas con comportamiento mecánico.

Tradicionalmente la fabricación de ferritas se ha realizado mediante compactación uniaxial, lo cual limita considerablemente la complejidad de las piezas que se pueden fabricar o eleva enormemente su coste al ser necesario recurrir a mecanizados muy costosos. Una alternativa muy interesante para la fabricación de piezas pequeñas y con formas complejas es el método de moldeo por inyección de polvos (*PIM,* de ahora en adelante). Además, los costes de producción generados por este método son muy competitivos respecto de los que actualmente se utilizan en piezas de baja complejidad.

En estos momentos existe una amplia gama de materiales cerámicos como alúmina, circona, porcelana, etc. [1,2], que se han conformado mediante esta tecnología, pero sin embargo son muy escasos los trabajos publicados [3-5] sobre fabricación de ferritas por el método PIM.

En este trabajo se presenta un estudio de la influencia de los parámetros de procesamiento en la sinterización y propiedades magnéticas de piezas obtenidas por PIM utilizando una carga de polvo de 58% en volumen.

Por otra parte, se estudia la influencia de distintas cargas de polvo de la mezcla inyectable en el comportamiento mecánico de estas ferritas. Todas las propiedades estudiadas en las muestras fabricadas por el método PIM, han sido comparadas con las muestras fabricadas por compactación uniaxial.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

El material base de partida es un polvo que contiene una mezcla pre-sinterizada de Fe_2O_3, NiO y ZnO. El polvo se presenta aglomerado en esferas de tamaño entre 5 y 50 µm, y es utilizado habitualmente para compactación uniaxial. Contiene además un compuesto aglomerante y otro ligante.

A su vez el sistema ligante, se puede dividir en dos partes: el aglutinante que posee el polvo de ferrita, y el sistema multicomponente que lo forman el polipropileno, la cera parafina y el ácido esteárico. Este sistema ligante fue desarrollado anteriormente por el equipo investigador [6].

2.2. Procesamiento y técnicas experimentales.

En este estudio se utilizaron dos métodos de fabricación: el compactado uniaxial (similar al industrial) y el moldeo por inyección de polvos (PIM). Mediante este segundo método se prepararon mezclas inyectables con diferente carga en polvo (52, 55 y 58% en volumen). En este proceso se empleó una extrusora de doble husillo Thermohaake Rheomex CTW 100p.

El gradiente de temperatura de la zona de carga hasta la salida de la extrusora fue de 160-165-170º C, siendo la velocidad de rotación de los husillos fue de 40 r.p.m. El proceso de inyección se realizó en una máquina Arbug 220 S 250-60 y se empleó para ello un molde con forma de toroide y otro de forma prismática, de dimensiones 17,7x 8,7x 4,8 mm y 62,7x12x3 mm respectivamente.

La eliminación del sistema ligante se realizó por descomposición térmica, mientras que la sinterización se realizó en atmósfera de aire a diferentes temperaturas entre 900 y 1300 ºC.

Para la fabricación de las muestras compactadas unixialmente se empleó una matriz de doble efecto y una presión de 100 MPa en condiciones industriales.
Las propiedades magnéticas fueron medidas en tiroides con un equipo Hewlett-Packard LCR-meter HP 4285 en un intervalo de frecuencias de 10 a 1000 kHz: En cuanto a las propiedades mecánicas, el caso del módulo de elasticidad se determinó mediante el métdo de resonancia en flexión con un equipo Grindosonic MK5, la resistencia a flexión y la tenacidad se midieron mediante ensayos de flexión en tres puntos realizados en una máquina electromecánica de ensayos de la marca Instron, modelo 8501. Para medir la tenacidad se introdujo en las probetas una entalla de 0,5 mm de profundidad mediante un hilo de diamantado de 0.13 mm de diámetro.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 1 muestra la variación de la densidad con la temperatura en muestras inyectadas con un 58% en volumen de carga, y se comparan con las muestras compactadas uniaxialmente. Se observa que en ambos casos la densidad aumenta con la temperatura de sinterización.

No obstante, siempre se obtienen valores más elevados de densificación en las muestras obtenidas por PIM, llegándose a alcanzar densidades superiores al 90% a temperaturas mayores de 1200 °C.

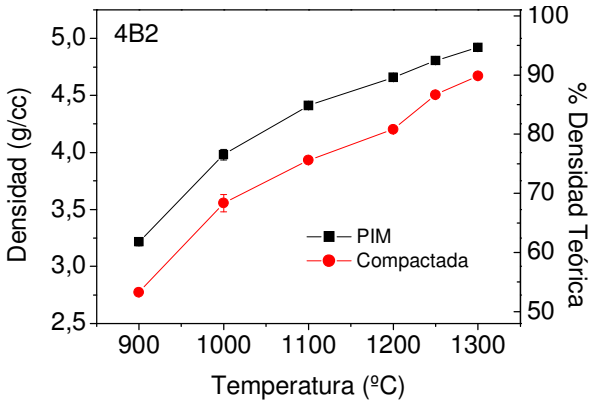


Fig. 1. Variación de la densidad con la temperatura de sinterización.

En la Figura 2 se observa la evolución de la microestructura de las muestras compactadas e inyectadas (58% vol.) en función de la temperatura de sinterización. Puede observarse que la porosidad disminuye en ambos casos conforme aumente la temperatura de sinterización. Si comparamos la microestructura de las muestras obtenidas por PIM y las compactadas se aprecia que a cualquier temperatura la porosidad es menor en las primeras.

Por otra parte, a 1300 °C se observó un elevado crecimiento de grano, lo que indica que se ha producido una sobresinterización, lo que no es conveniente si se quiere optimizar el comportamiento mecánico del material.

A partir de estos resultados se consideró que la temperatura óptima para reducir al mínimo la porosidad y limitar el crecimiento de grano era de 1250 °C. Por este motivo el análisis de la evolución de las propiedades mecánicas en función de la carga de polvo se realizó en todos los casos para materiales sinterizados a esta temperatura.

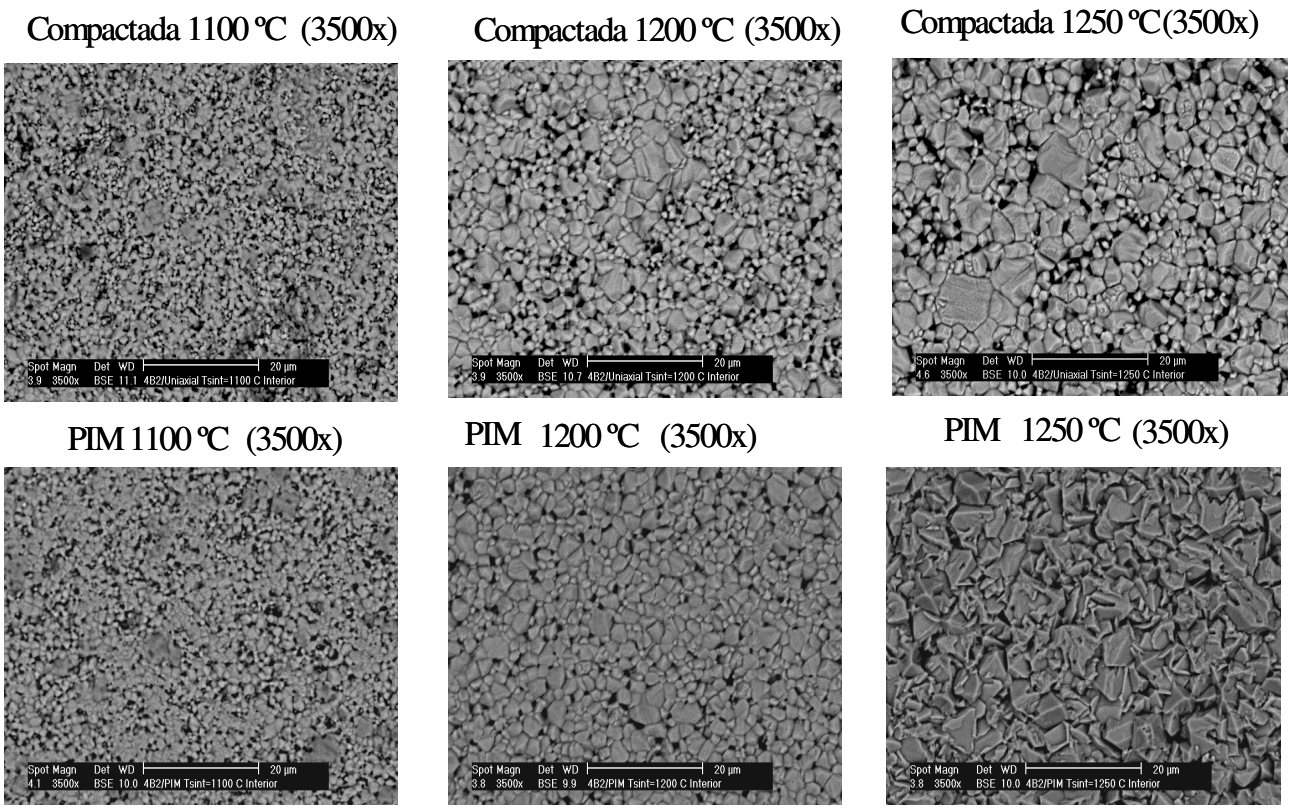


Fig. 2. Microestructuras de muestras compactadas e inyectadas procesadas a distintas temperaturas de sinterización.

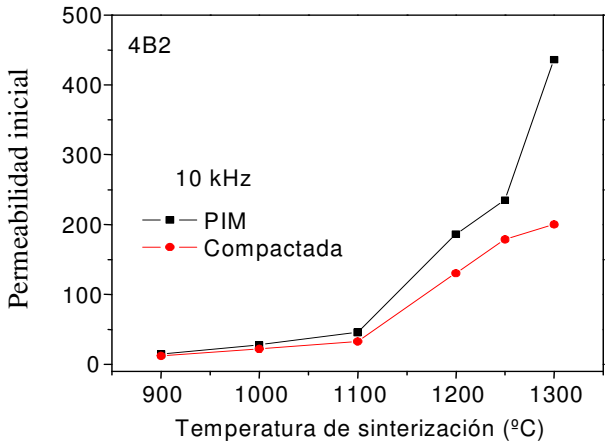


Fig. 3. Permeabilidad inicial a 10 KHz a diferentes temperaturas de sinterización en muestras compactadas e inyectadas.

En la Figura 3 se muestra la evolución de la permeabilidad inicial (a una frecuencia de 10 KHz) con la temperatura de sinterización de la muestra, Se aprecia que conforme aumenta la temperatura, tanto para muestras compactadas como inyectadas, los toroides presentan una mayor permeabilidad. Esto es debido al aumento de la densificación del material y la subsecuente reducción de la porosidad remanente tras el procesamiento. Sin embargo, mientras que para temperaturas de sinterizado de 900 °C la permeabilidad obtenida es prácticamente igual para los dos métodos de procesamiento (al no haberse producido la reacción para la formación de la estructura espinela), a partir de 1000 °C es claro que la permitividad de los toroides procesados por PIM es significativamente mayor. Esto es especialmente evidente a partir de 1200 °C.

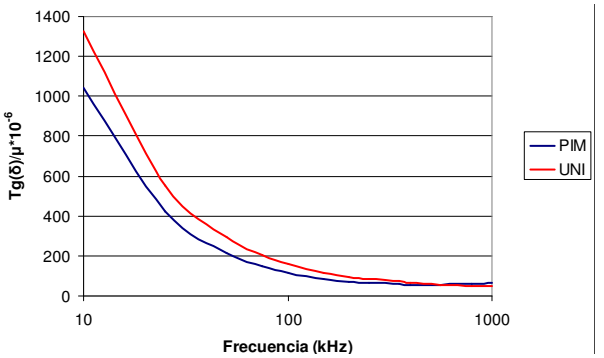


Fig. 4. Factor de pérdidas en muestras sinterizadas a 1250 °C

También se evaluó el factor de pérdidas en muestras compactadas e inyectadas (con un 58% en volumen de carga en polvo) que se sinterizaron a 1250 °C. En la Figura 4 se muestra como el factor de pérdidas, en todo el intervalo de frecuencias, es siempre mayor en las muestras compactadas que en las muestras inyectadas.

3.1 Efecto de la carga de polvo en las propiedades mecánicas.

Con el fin de analizar la influencia del contenido de carga inicial de polvo en el comportamiento mecánico del material, en este estudio se emplearon muestras inyectadas con un 52, 55 y 58% de cargas de polvo y sinterizadas a 1250 °C, que como se vio anteriormente es la temperatura que permite alcanzar densidades más altas sin provocar un engrosamiento del tamaño de gramo. En la Figura 5 se muestra la evolución de la densidad de las muestras inyectadas con diferentes cargas de polvo con respecto a la compactación industrialmente.

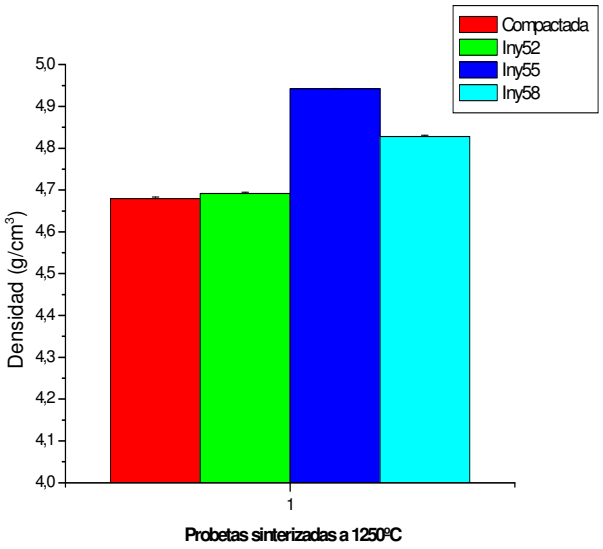


Fig. 5. Densidad de muestras compactadas e inyectadas.

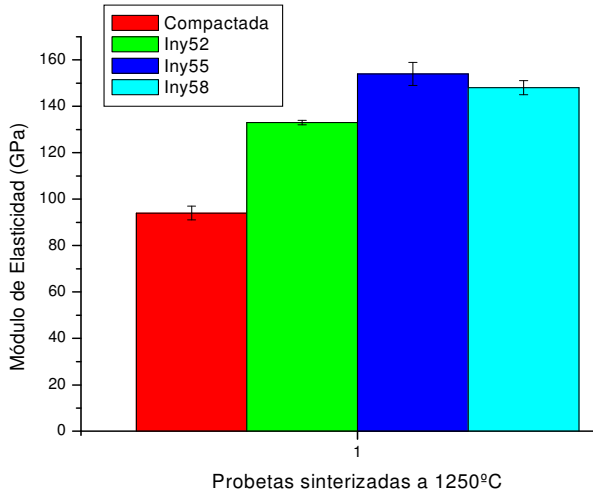


Fig. 6. Módulo de elasticidad en muestras compactadas e inyectadas con diferentes cargas de polvo.

En general se observa que las muestras inyectadas son más densas que las compactadas, y que al aumentar la cantidad de polvo de la mezcla de partida se obtienen muestras con una mayor densidad. La excepción es la muestra con un 58% en la que se produce una caída de la densidad con respecto a las muestras con un 55%, siendo superior a la de 52%.

En la Figura 6 se muestra la evolución del módulo de elasticidad en muestras compactadas e inyectadas con distintas cargas de polvo. Aquí las muestras inyectadas tienen mayores valores del módulo de elasticidad con respecto a las compactadas, mientras que dentro de las muestras inyectadas, el mayor valor se obtiene con una carga del 55%. El módulo de elasticidad depende fuertemente de la porosidad que presenta el material, y por tanto de su densidad aparente, por lo que su evolución es acorde con los valores de densidad que se muestran la Figura 5, y quedan plenamente justificados.

Las Figuras 7 y 8 muestran la resistencia a flexión y la tenacidad a fractura en muestras compactadas e inyectadas con diferentes cargas de polvo. Se puede apreciar en ellas dos hechos relevantes; el primero, es que el procesado mediante PIM para una carga de polvo de 52% en volumen aumenta ambos parámetros cerca de un 50% respecto al material procesado industrialmente, lo cual es una mejora muy relevante y que no puede ser justificado solamente con la ligera mejora en la densidad. Por otra parte tenemos que, tanto la resistencia a flexión como la tenacidad a fractura, disminuyen muy intensamente al aumentar la carga de polvo. Esta disminución es tan intensa para el caso del material con 58% de polvo que llega a tener propiedades incluso inferiores a la de las muestras compactadas.

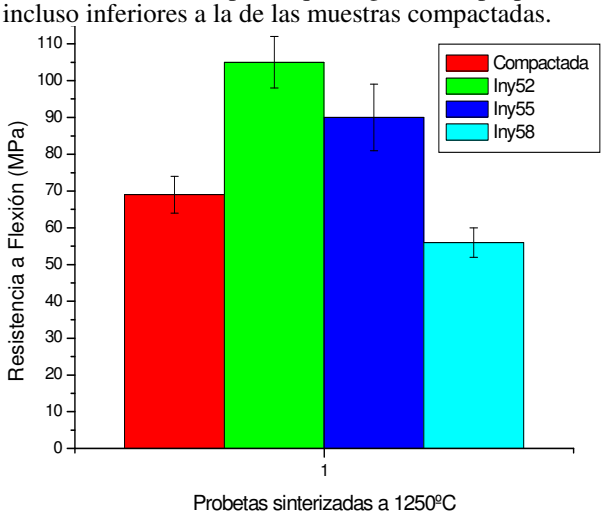


Fig. 7. Evolución de la resistencia a flexión en muestras con inyectadas diferentes cargas de polvo respecto a las muestras compactadas.

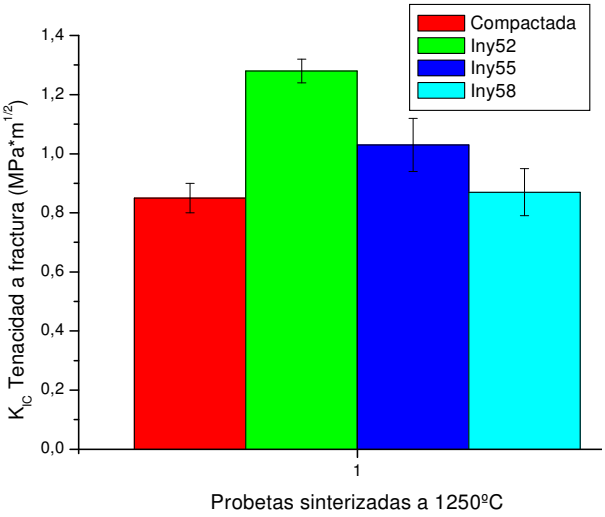


Fig. 8. Evolución de la tenacidad a fractura en muestras con inyectadas diferentes cargas de polvo respecto a las muestras compactadas.

A fin de entender los resultados obtenidos de la caracterización mecánica, se analizaron mediante microscopia electrónica de barrido las superficies de fractura de muestras compactadas e inyectadas

En las muestras compactadas se aprecia, como se muestra en la Figura 9, que debido al procesado aparecen huecos y cavidades de aproximadamente 20 µm de tamaño y la fractura es mayoritariamente intergranular debido a que los granos no están bien cohesionados y aparece abundante microporosidad entre ellos. En la Figura 10 se puede observar como en algunos casos aparecen cavidades con formas puntiagudas, en las cuales se generan grietas a partir de

sus vértices, lo que también contribuye a limitar las propiedades mecánicas del material.

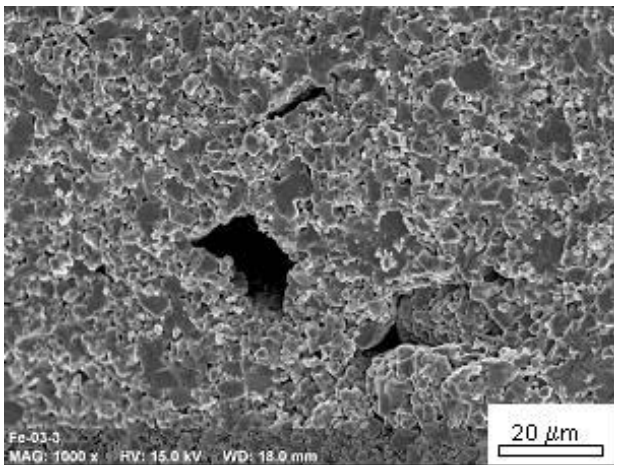


Fig. 9. Superficie de fractura de una muestra compactada

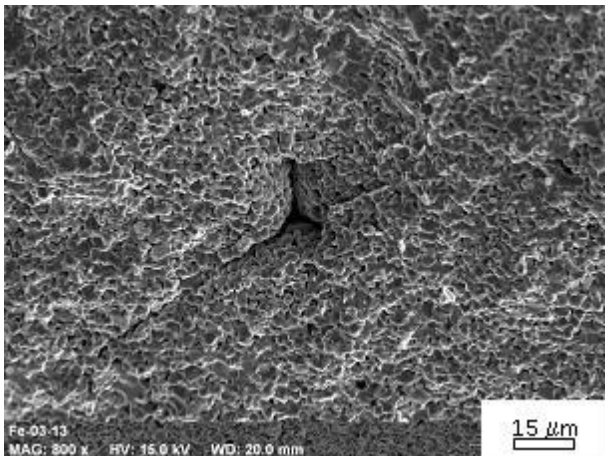


Fig. 10. Detalle de las cavidades con formas puntiagudas de una muestra compactada que generan grietas a partir de sus vértices.

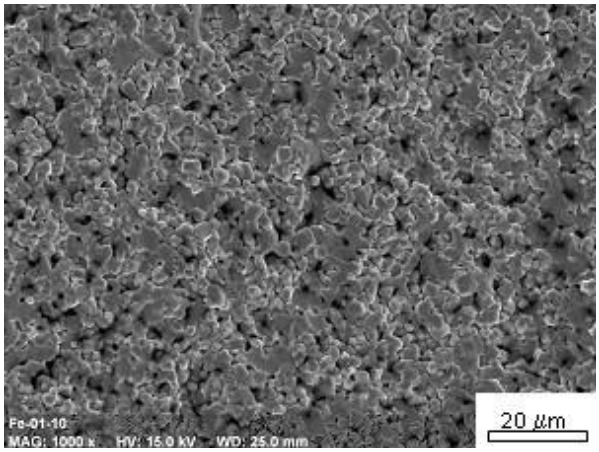


Figura 11. Aspecto de la superficie de fractura del material procesado por PIM con 52% de carga.

Las muestras inyectadas con 52% de carga (Figura 11) muestran un mejor sinterizado, cavidades de menor tamaño y uniformemente repartidas, menor porosidad intergranular, menor crecimiento de grano y más compactados que en el material procesado industrialmente. Todo esto la importante mejora en la tenacidad a fractura y en la resistencia mecánica del material. En este caso, como en el anterior, el modo de la fractura sigue siendo mayoritariamente intergranular.

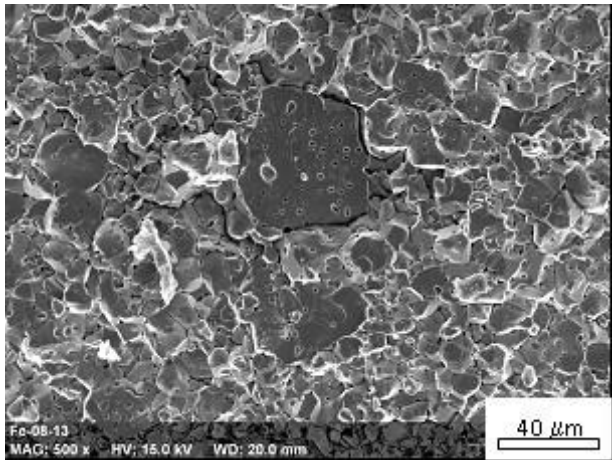


Figura 12. Aspecto de la superficie de fractura del material procesado por PIM con 55% de carga. Nótese el gran tamaño de algunos granos y como se encuentran decohesionados respecto al resto.

Para el material con un 55% de carga (Figura 12) se observa que hay una distribución bimodal de granos. Además de los granos pequeños, que son de algo mayor tamaño que en el caso anterior, aparecen granos muy grandes, de más de 40 µm, que actúan como defectos en el material. Puede apreciarse que estos granos están mal cohesionados con el resto del material y además presentan importante porosidad en su interior. Esto se debe a que han surgido debido a la unión de cierto número de granos más pequeños y la porosidad ha quedado atrapada en su interior. Por otra parte el modo de fractura en estos granos es transgranular. Todo esto justifica la importante reducción que se produce en las propiedades mecánicas respecto del caso anterior.

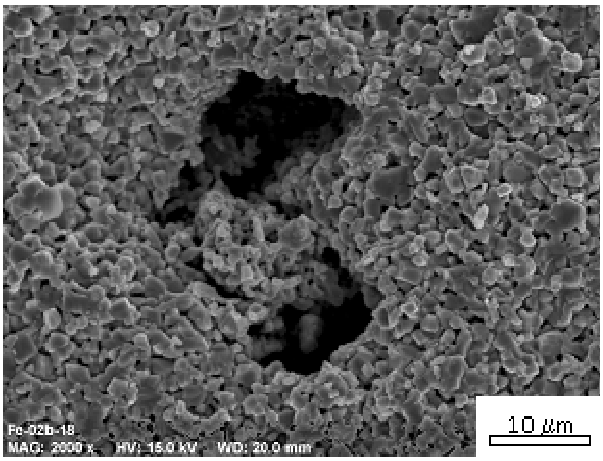


Figura 13. Superficie de fractura de una ferrita inyectada con 58% de polvo.

Finalmente en las muestras inyectadas con 58% de polvo se observó, Figura 13, una fractografía similar a la compactada industrialmente: aparecen cavidades y huecos de tamaños superiores a las 10 µm muy localizados y cercanos entre ellos, zonas mal

compactadas, y granos mal compactados con mucha microporosidad a su alrededor.

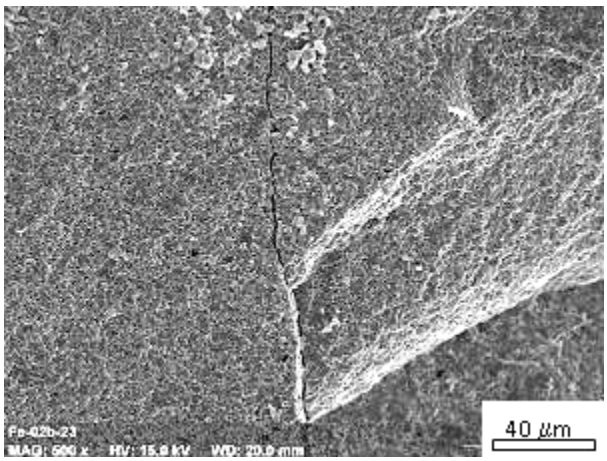


Figura 14. Fisura en una muestra inyectada al 58%

Por otra parte, también se encontró, Figura 14, que hay fisuras debidas al procesamiento perpendiculares a la superficie de fractura que atraviesan la mayor parte de su superficie. Todo esto hace que las propiedades mecánicas de este material se degraden de manera muy apreciable y presente el peor comportamiento mecánico de todos los analizados.

CONCLUSIONES

Las muestras obtenidas por el método de compactado uniaxial y PIM, presentan curvas de sinterización similares, pero las muestras obtenidas por PIM exhiben más alta densificación. En ambos casos la temperatura óptima de sinterización fue de 1250 °C, ya que a temperaturas superiores comienza a producirse un sobrecrecimiento del tamaño de grano. Esto lleva a que el comportamiento magnético del material procesado por PIM sea considerablemente mejor (aumentado la permeabilidad inicial y disminuye el factor de pérdidas) que el compactado por métodos industriales.

Al aumentar la carga de polvo en el procesado por PIM también se ha conseguido mejorar el módulo de elasticidad debido al aumento de la densidad. No obstante, la resistencia mecánica y la tenacidad a fractura presentan una mejora cercana al 50% respecto al material industrial de referencia cuando la carga de polvo es del 52%. Conforme se aumenta la carga de polvo las propiedades mecánicas se degradan debido a que se están introduciendo más defectos y porosidad, llegándose al caso de que el material con 58% de polvo presenta un comportamiento incluso peor que el procesado industrialmente.

En definitiva, el método de moldeo por inyección se presenta como muy interesante para producir piezas complejas de ferritas a precios muy competitivos, respecto a los actualmente utilizados. Además, las propiedades mecánicas y magnéticas pueden ser mejoradas considerablemente a través del control de las variables de procesamiento que condicionan la microestructura de los materiales producidos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación obtenida para realizar este trabajo al Ministerio de Ciencia e Innovación (proyectos MAT2006-13005-C03-02, MAT2007-29278-E, CSD00C-06-1410, y MAT2007-64486-C07-06) y a la Comunidad de Madrid (proyectos ESTRUMAT S-0505/MAT/0077 y MATERYENER S-505/PPQ/0358).

REFERENCIAS

[1] P. Thomas-Vielma, A. Cervera, B. Levenfeld, A. Várez., "Production of alumina parts by powder inyection molding with a binder system based on high density polyethylene", *Journal of the European Ceramic Society, 28*, pag. 763-771, 2008.

[2] I. Agote, A. Odriozola, M. Gutierrez, A. Santamaría, J. Quintanill, P. Coupelle, J. Soares., "Rheological study of wastw porcelain feedstocks for inyection moulding", *Journal of the European Ceramic Society, 21*, pag. 2843-28531, 2001.

[3] A.J. Pigram, R. Freer., "The production of Mn-Zn ferrite ceramics by injection moulding", *Journal of Magnetism and magnetic Material, 29,* pag. 6420-6426, 1994.

[4] E. Rodriguez-Senín, B. Levenfeld, A. Varez, J.M. Torralba, M. A. Paris., "Processing of Mn-Zn ferrites using mould casting with acrylic thermosetting binder". *Powder Metallurgy, 48(3),* pag. 249-253, 2005.

[5] E. C. Milke, M. Rei, J. Palgi de Soze, L. Schoeffes. "Powder inyection molded strontium ferrite magnets", *The International Journal of Powder Metallurgy, 37(3),* pag. 47-51, 2001.

[6] E. Rodríguez-Senín, Tesis Doctoral. Universidad Carlos III de Madrid. 2007.

MECANISMOS DE DESGASTE EN POLICRISTALES DE CIRCONA DOPADA CON 3% MOLAR DE ITRIA

A. Mestra, P. Hvizdoš, J. Valle, M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S. de Ingenieros Industriales de Barcelona, Universidad Politécnica de Cataluña, Avda. Diagonal 647, 08028, Barcelona, España.
E-mail: alvaro.mestra@upc.edu

RESUMEN

En el presente trabajo se estudia el comportamiento tribológico de policristales de circona dopada con 3% molar de itria con diferente tamaño de grano utilizando la técnica de desgaste por deslizamiento de bola sobre disco a diferentes velocidades. Se identifican los regímenes de desgaste en función de la velocidad y se ha encontrado que el daño ocurrido aumenta significativamente al aumentar la velocidad de deslizamiento. La transición del desgaste suave a severo ocurre a 10^{-5} mm^3/mN, la cual coincide con los datos de la literatura. Los mecanismos de desgaste se discuten en detalle en función del régimen de desgaste. Se ha constatado que en el régimen de desgaste suave ambos materiales se comportan de forma similar mientras que, en el régimen de desgaste severo el material con tamaño de grano más pequeño presenta mejor resistencia al desgaste.

ABSTRACT

This paper studies the tribological behaviour of zirconia polycrystals stabilised by 3% of yttria with different grain size using a ball on disc technique in dry conditions at different sliding speeds. The wear regimes as a function of speed have been identified. The wear damage increased significantly with increasing sliding speed. The mild to severe wear transition occurred at the wear rate of 10^{-5} mm^3/mN which is in accordance with literature data. The wear damage micromechanisms corresponding to various degrees of wear have been studied and discussed in detail. It has been found that at the low wear regime both materials behave identically while under more severe conditions the material with finer grains exhibited better wear resistance.

PALABRAS CLAVE: Circona, Mecanismos de desgaste, Tamaño de grano.

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas los materiales cerámicos estructurales han experimentado un rápido desarrollo debido al gran interés generado por mejorar sus propiedades mecánicas, particularmente aquellas que están directamente relacionadas con su fiabilidad. Pero todavía la mayor utilización de los materiales cerámicos avanzados está relacionada con el aprovechamiento de su dureza y estabilidad química [1]. Estas propiedades, junto a una buena tenacidad de fractura, pueden proporcionar un buen comportamiento tribológico. Aunque tal como advierten Woydt y colaboradores [2], el comportamiento tribológico es el resultado de la interacción entre dos superficies en movimiento relativo bajo unas condiciones de funcionamiento dadas sin que a menudo exista una estricta correlación entre las propiedades mecánicas y tribológicas de los cuerpos en contacto.

En términos generales, el desgaste en materiales cerámicos se divide en "suave" y "severo" [3, 4], los cuales se encuentran perfectamente definidos a diferencia de los metales. Una cerámica utilizada en un componente tribológico específico debería presentar una tasa de desgaste inferior a 10^{-6} mm^3/mN, la cual se encuentra cerca del límite superior para el desgaste "suave" [3, 4].

La caracterización de las propiedades de desgaste se realiza habitualmente mediante la construcción de los denominados diagramas de desgaste. Estos pueden ser realizados graficando la tasa de desgaste frente a diferentes variables tales como: la carga normal, la velocidad de deslizamiento, la distancia de deslizamiento, la temperatura, etc. Sin embargo, hay que destacar que este tipo de diagramas no permite la transferencia de resultados a otros tipos de geometría y sistemas. Otra forma de construir los diagramas de desgaste es utilizando ejes adimensionales tal proponen Lim y Ashby [5], los cuales utilizaron la presión y velocidad normalizadas. Otros autores como Adachi y colaboradores [4] han propuesto un nuevo parámetro adimensional denominado "severidad de contacto", el

cual puede ser relacionado con la carga de contacto o la temperatura. En este caso, se ha encontrado una relación lineal entre la severidad del contacto y la tasa específica de desgaste, tanto en el desgaste "suave" como en el "severo" para diferentes materiales cerámicos (Al_2O_3, ZrO_2, SiC). En todos los casos, la transición de desgaste suave a severo ha sido definida alrededor de 10^{-5} mm^3/mN.

El objetivo del presente trabajo es estudiar el comportamiento al desgaste e identificar los mecanismos de daño en policristales de circona dopada con 3% molar de itria (3Y-TZP) Este material es utilizado para una amplia variedad de aplicaciones tribológicas (herramientas de corte, implantes dentales y prótesis de cadera).

2. MATERIAL

El material utilizado ha sido polvo comercial de 3Y-TZP, de Tosoh Corp. El polvo ha sido compactado en frío en un molde cilíndrico aplicando una presión isostática de 200 MPa durante 3 minutos. Posteriormente se sinteriza a una temperatura de 1450ºC durante 2 horas obteniéndose una barra cilíndrica de 8 mm de diámetro y 140 mm de longitud. Seguidamente, la barra es cortada en discos de aproximadamente 2 mm utilizando un disco de diamante. Posteriormente, los discos son desbastados y pulidos. A este material se le ha denominado AS. Para obtener discos de mayor tamaño de grano, estos se someten a un tratamiento térmico posterior a una temperatura de 1650ºC durante 2 horas. A este material se le ha denominado 2H.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Para la caracterización microestructural, los discos son atacados térmicamente a una temperatura de 1400ºC durante 1 hora. La dureza y la tenacidad a la fractura de los discos AS y 2H han sido determinadas utilizando el método de indentación con una punta de diamante Vickers.

Los ensayos de desgaste se han realizado en un tribómetro comercial Wazau TRM-1000, fabricado por Wazau GMBH (Alemania) y utilizando la técnica de deslizamiento de bola sobre disco. Las bolas utilizadas han sido de alúmina (99% Al_2O_3) con un diámetro de 6 mm y una carga de contacto constante sobre el disco de 10 N. El radio nominal de la pista de desgaste ha sido de 2 mm y se han seleccionado diferentes velocidades de deslizamiento en el punto de contacto que se muestran en la tabla 1. La distancia de deslizamiento para las velocidades de deslizamiento de 0,1; 0,2 y 0,3 m/s ha sido de 1000 m mientras que para las velocidades de 0,4 y 0,5 m/s ha sido inferior debido al elevado desgaste presentado en los discos.

Tabla 1. Velocidades de rotación, deslizamiento y distancia de deslizamiento

V (m/s)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
L (m)	1000	1000	1000	1000 (AS) 500 (2H)	274 (AS) 272 (2H)

La configuración de los ensayos de desgaste es como se muestra en la figura 1. El disco se encuentra en la parte superior girando sobre la bola de tal forma que la viruta que se origine por el desgaste caiga rápidamente de la zona de contacto. El daño originado por el desgaste se ha observado mediante microscopia óptica y electrónica de barrido. La rugosidad superficial del disco y la geometría de los surcos de desgaste han sido medidos utilizando un perfilómetro SURFTEST SV-500 fabricado por Mitutoyo (Japón), con una resolución en profundidad de 0,1 µm. Las fases presentes en las superficies pulidas de la muestra y en los surcos de desgaste han sido determinadas mediante microscopia Raman.

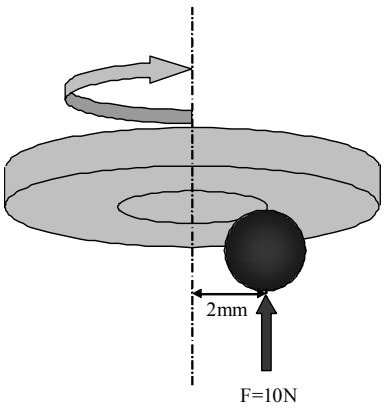


Figura 1. Configuración de la técnica bola sobre disco en el tribómetro.

4. RESULTADOS

4.1. Microestructura

La densidad experimental del material ha sido determinada utilizando el método de Arquímedes. En todos los casos, ha sido superior al 99% del valor teórico. La observación microscópica ha confirmado que existe muy poca porosidad, la mayoría de poros están aislados y que su diámetro medio es inferior a 200 nm. La microestructura del material AS y 2H ha sido estudiada en detalle por Juy y Anglada [6] y Casellas y colaboradores [7]. Los autores han encontrado que el material AS presenta una microestructura tetragonal de granos equiaxiales con un tamaño medio de 0,3 µm mientras que el material 2H presenta una estructura bimodal con dos poblaciones de tamaños de grano. La mayor parte de la matriz (alrededor del 66%) presenta granos pequeños con tamaño medio entre 0,5 y 1,7 µm mientras que el resto presentaba un tamaño de grano medio entre 2,5 y 5 µm.

4.2. Propiedades mecánicas

Ambos materiales presentan propiedades mecánicas muy similares, las cuales son valores típicos de 3Y-TZP tal como se muestra en la tabla 2. Por otro lado, se observa que la tenacidad a la fractura por indentación en el material 2H es superior a la del material AS debido al mayor tamaño de grano presente en el primero.

Tabla 2. Propiedades mecánicas de los materiales estudiados

Material	E (GPa)	σ (MPa)	HV (GPa)	K ($MPa \cdot m^{1/2}$)
AS	200	~1000	13,5	5,1
2H	200	~1000	13,5	6,8

4.3. Comportamiento al desgaste

Los valores del coeficiente de fricción en los ensayos realizados han variado entre 0,5 y 0,7, los cuales se corresponden con los valores del par alúmina/circona encontrados en la literatura [2].

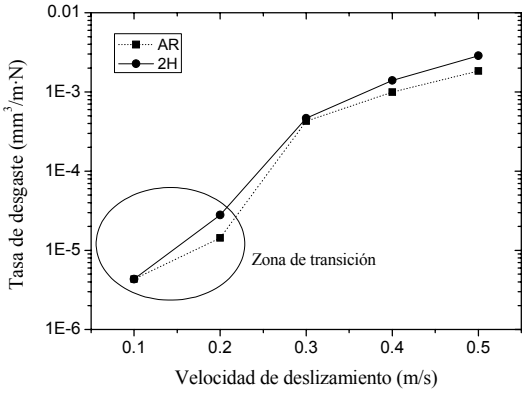


Figura 2. Tasa de desgaste para el material AS y 2H en función de la velocidad de deslizamiento.

Como se observa en la figura 2, ambos materiales presentan una tasa de desgaste similar para una velocidad de deslizamiento de 0,1 m/s. A velocidades de deslizamiento más elevadas, la tasa de desgaste de 2H es entre 1,5 y 2 veces superior a la del AS. De acuerdo con los diagramas de Adachi [4], ambos materiales se encuentran en la región de transición de desgaste suave a severo (~10^{-5} mm^3/mN) para las velocidades de deslizamiento de 0,1 y 0,2 m/s, mientras que a las velocidades de 0,3; 0,4 y 0,5 m/s los valores de tasa de desgaste se encuentran en la región de desgaste severo.

En la figura 3 se observa una vista general del comportamiento al desgaste de los dos materiales para todas las velocidades de deslizamiento ensayadas. A 0,1 m/s ambos materiales presentan poco desgaste en las huellas, pero a 0,2 m/s se observan dos regiones muy diferentes en ambos materiales. En la región central, la huella es superficial mientras que en la región adyacente a la zona de contacto el daño cambia drásticamente presentando mayor desprendimiento de material y por ende, aumenta la profundidad de la huella tal y como se observa en la figura 4.

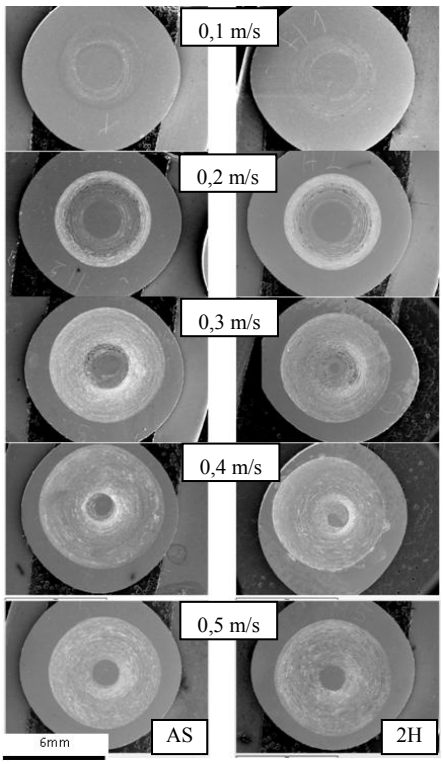


Figura 3. Tasa de desgaste para el material AS y 2H en función de la velocidad de deslizamiento.

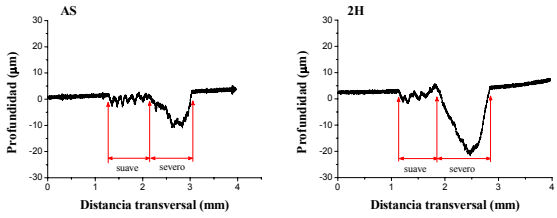


Figura 4. Huellas del perfil de desgaste para una velocidad de deslizamiento de 0,2 m/s.

El estudio microscópico de las superficies desgastadas permite identificar el tipo de daño en cada una de las regiones. Así, en la parte adyacente a la pista de desgaste situada cercana al centro en donde la velocidad de deslizamiento es menor se observa claramente que el desgaste es menor que la región situada en la parte externa de la pista de desgaste en donde la velocidad es superior. En la región interna ambos materiales tienen un comportamiento similar: una fina huella debido al desgaste abrasivo que origina un desgaste a nivel superficial de aproximadamente 5 µm. La región

externa a la pista de desgaste se encuentra en la zona de desgaste severo y se ha identificado el mecanismo de desgaste por fatiga tal como se observa en el lugar indicado por las flechas de la figura 5. Justo en este punto, se puede observar una pequeña diferencia entre los dos materiales.

La región de desgaste suave en AS es mayor que en 2H. Esto significa que AS presenta una mejor resistencia al desgaste y por consiguiente, la transición hacia el desgaste severo se presenta a mayores velocidades de deslizamiento que en 2H. Así por ejemplo, la transición del desgaste suave/severo ocurre a 0,22 para AS y a 0,19 m/s para 2H tal como se observa en la figura 5.

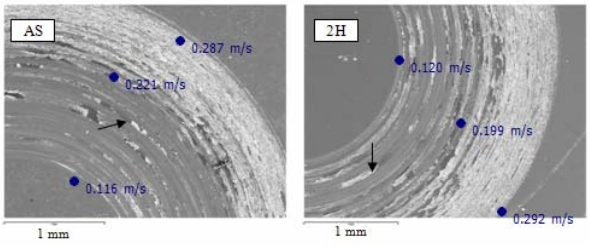


Figura 5. Micrografías de la huella de desgaste para una velocidad de deslizamiento de 0,2 m/s.

A las velocidades superiores, todas las zonas de contacto presentan desgaste severo. En AS el principal mecanismo es el de desgaste por fatiga acompañado por microagrietamiento que posteriormente originan la delaminación. En 2H los mecanismos de desgaste son similares. Sin embargo, a la velocidad de deslizamiento de 0,3 m/s aparece también microagrietamiento en la dirección perpendicular a la dirección de deslizamiento. Este comportamiento es típico de la rotura frágil donde el agrietamiento perpendicular a la dirección del desgaste origina la desintegración de la superficie [8]. A la velocidad de deslizamiento de 0,5 m/s el desgaste es mayor. Además de los mecanismos mencionados anteriormente aparece también microagritamiento paralelo a la dirección de deslizamiento en la zona central de la huella como se observa en la figura 6.

Al comparar el comportamiento al desgaste de ambos materiales se observa que existen diferencias para todas las velocidades de deslizamiento superiores a 0,1 m/s. Teniendo en cuenta que la tenacidad a la fractura de 2H es superior a la de AS, los resultados de la resistencia al desgaste muestran que la resistencia al desgaste de AS es superior a la del material 2H, particularmente en condiciones de desgaste severo. Esto concuerda con el estudio realizado por Winnubst y colaboradores [9] en el cual se encontró que el desgaste por deslizamiento no lubricado entre Y-TZP/SiC era menor cuando el tamaño de grano de Y-TZP era también menor. Concretamente, encontraron que para tamaños de grano fino (inferiores a 0,7 μm) el desgaste seguía una relación tipo Hall-Petch. Es decir, la resistencia al desgaste es inversamente proporcional a la raíz cuadrada del tamaño de grano.

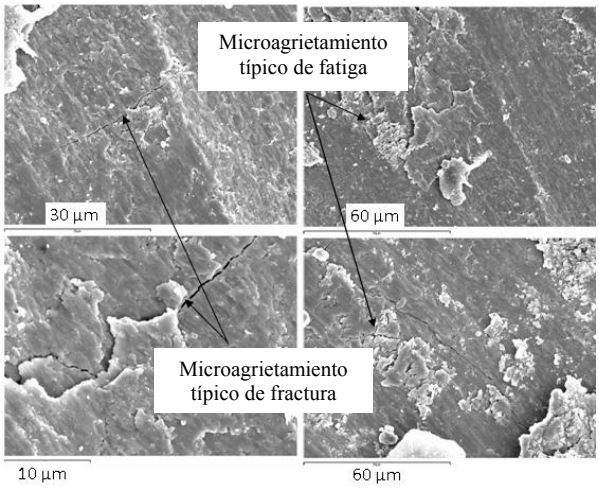


Figura 6. Micrografías donde se observan los diferentes mecanismos de daño en el material 2H para una velocidad de deslizamiento de 0,5 m/s.

Como se ha comentado anteriormente, en este estudio se ha encontrado que la transición del desgaste suave a severo para 2H se produce a una velocidad ligeramente inferior que para AS. Al aumentar la velocidad, las diferencias se hacen más notorias y aparecen en 2H nuevos mecanismos tales como microagrietamiento perpendicular y paralelo a la dirección de deslizamiento en 2H. El mayor tamaño de grano y la mayor transformabilidad parecen favorecer el desgaste en 2H. Un motivo que podría explicar este comportamiento es la mayor transformabilidad tetragonal-monoclínica en 2H. Sin embargo, utilizando espectroscopia Raman no confocal de las superficies desgastadas no se ha logrado identificar la fase monoclínica. Juy y Anglada [6] sólo encontraron muy pequeñas cantidades de fase monoclínica después del desbaste pero el análisis se realizó por rayos X con ángulos de incidencia elevados por lo que es difícil de detectar su presencia si su fracción de volumen no es elevada y está concentrada en una región muy superficial.

Es posible que en AS la transformación de fase ocurra en menor extensión debido al tamaño de grano fino del material con respecto a 2H En todo caso, existen en la literatura mecanismos que pueden explicar la desaparición de la fase monoclínica. Rainforth [1] argumentó que en el desgaste del par tribológico ZrO_2/ZrO_2 bajo condiciones similares a las ensayadas, la temperatura instantánea en el punto de contacto podría llegar a valores superiores a los 560ºC, lo cual permitiría la transformación inversa de fase monoclínica a tetragonal. Sin embargo, en el caso del par Al_2O_3/3Y-TZP resulta poco probable debido a que la temperatura en el punto de contacto no debe alcanzar valores tan elevados ya que la conductividad térmica de la Al_2O_3 es cinco veces superior a la de la 3Y-TZP. El otro mecanismo es originado por las tensiones residuales resultantes de la transformación de fase tetragonal a monoclínica, las cuales van acompañadas de un

incremento en el volumen, fragilización y microagrietamiento. Todo ello favorece la delaminación del material y por tanto la expulsión del mismo debido a la configuración utilizada para realizar los ensayos.

5. CONCLUSIONES

Se han identificado los regímenes de desgaste y los mecanismos de daño que se presentan en el material AS y 2H.

La tasa de desgaste aumenta considerablemente al aumentar la velocidad de deslizamiento, particularmente en el régimen de desgaste severo.

La transición de desgaste suave a severo ocurre aproximadamente a una velocidad de deslizamiento de 0,2 m/s y el valor de tasa de desgaste es de 10^{-5} mm^3/mN donde también se presentan cambios en los mecanismos de desgaste.

A la velocidad de deslizamiento de 0,1 m/s ambos materiales se comportan de forma similar. Al incrementar la velocidad, AS presenta una mayor resistencia al desgaste que 2H. Esto se atribuye principalmente al tamaño de grano fino en AS.

No se ha detectado transformación de fase tetragonal-monoclínica en todos los ensayos realizados. No obstante, para comprobar si existe transformación debería analizarse el material eliminado.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación del gobierno de España por la concesión del proyecto MAT2005-01168 y a la Generalitat de Catalunya por la ayuda 2005SGR00384.

REFERENCIAS

[1] Rainforth, W.M., *Wear of oxide ceramics*, Journal of Materials Science 39, pag. 6705-6721, 2004.

[2] Woydt, M., Kadoori, K., Habig, H., Hausner, H., *Unlibricated sliding behaviour of various zirconia-based ceramics*, Journal of European Ceramics Society 7 (3), pag. 135-145, 1991.

[3] Kato, K., Adachi, K., *Wea of advanced ceramicsr*, Wear 253 (11-12), pag. 1097-1104, 2002.

[4] Adachi, K., Kato, K., Chen, N., *Wear maps of ceramics*, Wear 203-204, pag. 291-301, 1997.

[5] Lim, S.C., Ashby, M.F., *Wear mechanism maps*, Acta Materialia. 35(1), pag. 1-24, 1987.

[6] Juy, A., Anglada, M., *Surface phase transformation during grinding of Y-TZP*, Journal of the American Ceramic Society 90(8), pag. 2618-2621, 2007.

[7] Casellas, D., Llanes, L., Cumbrera, F., Sánchez-Bajo, F., Forsling, W., Anglada, M., *On the transformation toughening of Y-ZrO2 ceramics with mixed Y-TZP/PSZ microstructures*, Journal of the European Ceramic Society 21(6), pag. 765-777, 2001.

[8] Rabinowicz, E., *Friction and wear of materials*, Wiley & Sons, 1995.

[9] He, Y., Winnubst, L., , *Grain-size dependence of sliding wear in tetragonal zirconia polycrystals*, Journal of American Ceramic Society 79(12), pag. 3090-3096, 1996.

Influence of hydrothermal degradation on wear behaviour of Zirconia tetragonal polycrystals doped with 3% molar of yttria

R. Chintapalli, J. Valle, A. Mestra, M. Anglada

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S. de Ingenieros Industriales de Barcelona, Universidad Politécnica de Cataluña, Avda. Diagonal 647, 08028, Barcelona, España.
E-mail ravi.kiran.chintapalli@upc.edu

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es analizar la influencia de la degradación hidrotérmica en el comportamiento frente al desgaste de policristales de circona tetragonal dopados con 3% molar de itria, en aire, bajo condiciones de deslizamiento en seco, y en muestras artificialmente degradadas durante 0, 10 y 60 horas a 131°C en autoclave. Las muestras utilizadas fueron preparadas por compactación convencional y sinterizadas a 1450 ^{0}C. El estudio fue llevado a cabo realizando pruebas de rayado y experimentos de desgaste "bola contra disco" utilizando bolas de 3Y-TZP. A bajas cargas el daño producido por el desgaste fue similar en todas las muestras, pero bajo cargas altas los mecanismos de daño fueron diferentes y se pone de manifiesto un efecto claro de la degradación especialmente después de tiempos largos de degradación. Por el contrario, las velocidades de desgaste en ambos experimentos en muestras degradadas durante 60 horas fueron inicialmente mucho mayores que en muestras sin degradar y la diferencia disminuyó con las cargas y/o distancias de deslizamiento crecientes.

ABSTRACT

The goal of this work is to analyse the influence of hydrothermal degradation on wear behaviour on samples of tetragonal polycrystals doped with 3% molar of yttria in air under dry sliding conditions on samples artificially aged at 0, 10 and 60 hours in autoclave at 131°C. The samples were prepared by conventional compaction and sintering at 1450 ^{0}C.The study was carried out by performing scratch tests and ball on disc experiments against 3Y-TZP balls. At low loads the damage was not distinctive, but under high loads the damage mechanisms were different suggesting a clear effect of degradation after long ageing times. On the contrary, in samples degraded during 60 hours the wear rates in both experiments were initially higher than on non-aged specimens and decreased with increasing load and/or sliding distance.

PALABRAS CLAVE: 3Y-TZP ceramics, Hydrothermal degradation, Wear.

1. INTRODUCCIÓN

Yttria stabilised zirconia with 3% molar of yttria (3Y-TZP) is used for biomedical applications such as dental implants and total hip replacements. It has excellent properties like high toughness, low thermal expansion, high corrosion resistance, low thermal conductivity and high electrical conductivity. The enhanced fracture toughness of 3Y-TZP is attributed to the stress induced phase transformation from tetragonal (t) to monoclinic (m) phase associated with 4% volume increase [1]. Furthermore, for its chemical inertness and biocompatibility, it is an excellent material for prosthetic devices.

The main concern is that 3Y-TZP could suffer a slow t-m transformation at the sample surface in a humid atmosphere, at temperatures around 250^{o}C [2] followed by micro cracking and a loss in strength which is referred to as hydrothermal or low temperature degradation (LTD). In recent years, it has been found to be also operative at normal human body temperature and sometimes it has been associated to the failure of *in vivo* femoral heads some years after implantation. The mechanism which triggers *in vivo* hydrothermal degradation is not quite clear. However LTD of 3Y-TZP could have a strong influence on friction and wear properties of the implants. Therefore the main objective of this work is to analyse the influence of hydrothermal degradation on wear behaviour in air under dry sliding conditions on artificially aged samples of 3Y-TZP.

2. MATERIALS

The commercially available 3Y-TZP powder (Tosoh Co, Japan) was chosen for this study. The particle size of the powder is ~70 nm. The powder was compacted in the form of cylinders in a polymer mould in a cold

isostatic press as shown schematically in Figure 1 at a pressure of 200 MPa with a dwell time of 3 minutes. The green bodies were sintered at 1450 ^{0}C for 2 hours at heating rate of 3^{0}C/min. The sintered cylinders were then cut into discs of 2 mm thick with a diamond wheel. The typical samples are then 10 mm in diameter and 2 mm in thickness.

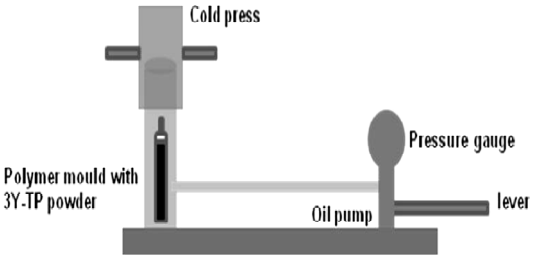


Figure 1. Illustration of compaction of 3Y-TZP powder.

The density of all the samples was measured using Archimedes principle giving a value of 6.01 g/cm^3, which is about 98% of theoretical density. The samples were ground using a silicon carbide grinding disc and well polished with 30 μm diamond paste and a final polish with 3 μm colloidal silica. The surface roughness (Ra) of the samples was measured to be in the range of 0.02-0.05 μm using a laser confocal microscope (Olympus, LEXT OLS 3100). A sample was thermally etched at 100 ^{0}C below the sintering temperature for 1 hour, in order to obtain the microstructure of the material, using a scanning electron microscope.

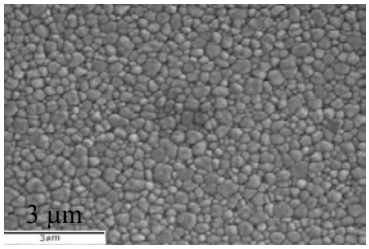


Figure 2. SEM micrograph of the surface of thermally etched 3Y-TZP after sintering.

Samples were analysed by X-ray diffraction with a Bruker AXS D8 diffractometer and using Ni- filtered Cu-Kα radiation in order to detect and quantify the t-m transformation by using the expression proposed by Nicholson and Garvie [3]

3. EXPERIMENTAL

3.1. Hydrothermal ageing

The finely polished samples were subjected to aging in an autoclave by using biomedical sterilization conditions. In fact this procedure is not anymore used in present days because of possible effects of ageing. However, it has been proposed that autoclave LTD during an hour under these severe conditions is equivalent to nearly three years of aging *in vivo*. Here aging has been carried out in autoclave at a temperature of 131 ^{0}C and pressure 2 bars, for two different times, 10 and 60 hours. Further in this article the degraded samples will be referred as '10H', and '60H' and the non-degraded sintered samples as 'AS'. However most of the work is focused on 60H samples.

3.2. Scratch test

The scratch experiments were conducted using a conical diamond indenter with a tip radius of 200 μm in an automatic scratch test machine shown in Figure 3 (CSEM-REVETEST, Neuchatel, Switzerland). The load capacity of the machine ranges 0 to 200 N.

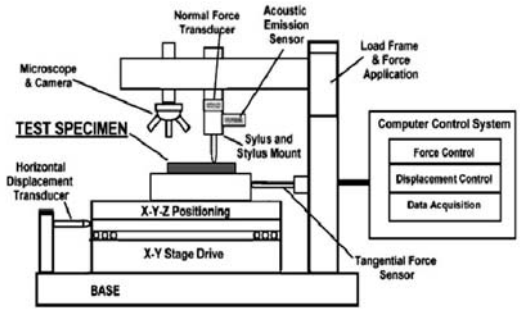


Figure 3. Schematic of Automatic scratch tester (CSEM-REVETEST, Neuchatel, Switzerland).

The scratches were made using a conical diamond indenter in progressive scratch test mode at initial load of 20 N to a final load of 130 N over about 6 mm sliding distance with at sliding speed of 6 mm/min. The friction force and the acoustic emission signal were recorded using the respective sensors that are attached to the machine. The depth of the scratch groove and the volume removed was measured using an optical interferometer. The damage and the deformation mechanisms were observed using scanning electron microscopy. Stress induced phase transformation was observed using micro Raman spectroscopy.

3.3. Wear test

Tribology tests were performed on an automatic tribometer (Wazau TRM1000, Germany) using ball on disc geometry. Tests were done at ambient temperature and pressure in reciprocating sliding conditions. No lubricant was used in order to avoid any possible effect of the lubricant on hydrothermal aging during the test. Figure 4, shows the illustration of the test geometry. All the tests were done by varying the sliding distance under constant load and sliding speed. The applied normal load was 30 N and the sliding velocity was 180 rpm. The sliding distance was varied between 5 and 20 m. The stroke distance was kept equal to 5 mm for all tests. The sample and the ball were cleaned in acetone for 15 minutes before each test. The ball used was also made of 3 Y-TZP.

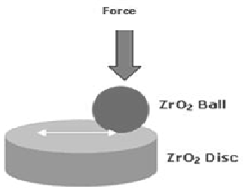


Figure 4. Illustration of wear test.

4. RESULTS

X.-ray diffraction patterns obtained for the three material conditions (AS, 10H, 60H) are shown in Figure 5. It is clear that AS sample has full tetragonal structure after sintering. Monoclinic phase is observed in both 10H and 60H. The amount of monoclinic varies with aging time. The monoclinic phase fraction on the surface of both 10H and 60H were calculated using the method proposed by Nicholson and Garvie[3].

Monoclinic weight fraction is given by equation (1)

$$X_m = \frac{I_{m(\bar{1}11)} + I_{m(111)}}{I_{m(\bar{1}11)} + I_{m(111)} + I_{t(101)}} \quad (1)$$

Monoclinic volume fraction is given by equation (2)

$$V_m = \frac{1.311X_m}{1 + 0.311X_m} \quad (2)$$

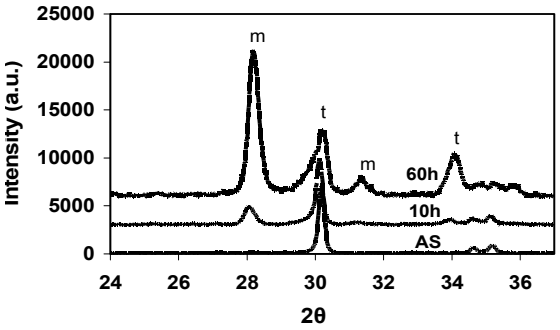


Figure 5. XRD patterns of 3Y-TZP after sintering and aging.

The monoclinic weight fraction for 60H sample is 71.5% and 23.6% for 10H. The volume fraction of monoclinic is quite large in 60H sample, which is up to 76%, and in 10H sample is up to 28%. This volume fraction is obtained from a surface layer of thickness equal to the depth of X-rays penetration, which is typically of ~ 3 microns. The volume fraction measured is the actual volume fraction at the surface degraded layer if the penetration depth of x-rays is shorter than the thickness of the degraded layer. This is the case for 30H, but not necessarily for 10H, so that the smaller monoclinic volume fraction detected in the latter is not the actual content of the layer. It is an average value inside the depth affected by the x-rays which in 10H is deeper than the thickness of this layer. In fact by using x-rays at grazing incidence at 1^0C the measured volume fraction of monoclinic in 30H changes only slightly with respect to high angle incidence, but increases dramatically for 10H to near 60 %.

4.1. Characterization of degraded layer

The aged (60H & 10H) samples are cut in cross-sections and polished with 30μm diamond paste to reveal the surface degraded layer. Figure 6 shows the micrographs of a cross-section of 60H and 10H samples. The thickness of the degraded layer in 60H is determined to be 7.0±0.3 μm using confocal microscopy and 1.0±0.3 μm in 10H sample. The scratches seen in the healthy zone of 3Y-TZP were produced due to polishing (30 μm diamond suspensions). This layer is detected by the different contrast induced by different roughness in the polished surface near the edge. Transformation of 3Y-TZP in the degraded surface layer induces intergrannular microcracking so that grains are pulled out more easily during polishing at the edges where transformation has taken place. But the depth of the layer where some transformation has taken place may be thicker that the layer where a different roughness is found during polishing. By local evaluation of transformation at different depths by micro-Raman spectroscopy it is possible to determine that there is some gradient of transformation along the depth [4].

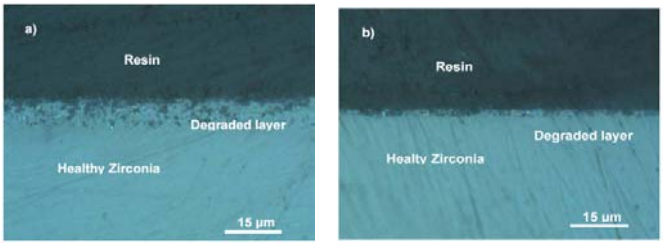


Figure 6. Optical micrographs of polished cross-sections of a) 60H, b) 10H.

4.2. Friction and damage under Scratch tests

The coefficients of friction (COFs) for AS and 10H under a conical indenter are practically the same and apparently increase slightly with load, reaching a nearly steady state condition at the end of the test. The single pass scratch is performed over a distance of 6 mm with sliding speed of 6 mm/min. Therefore the time is very limited for the friction to reach an ideal steady state condition. Degraded 60H specimens exhibit different friction behaviour compared to AS and 10H. The coefficient of friction is nearly constant initially and raises around 75 to 80 N and then reaches steady state.

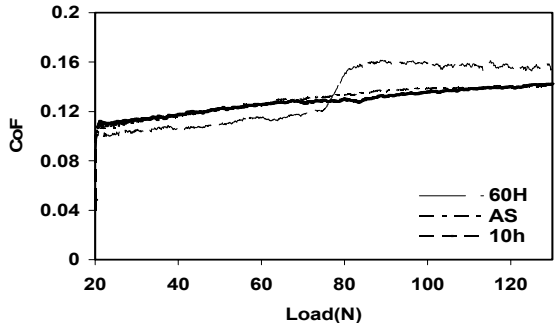


Figure 7. Evolution of friction during scratch under conical indenter as a function of increasing load.

Figure 8 shows the SEM micrographs of the three samples used in the test. The predominant damage in AS and 10H is plastic deformation. Hertzian type damage is seen in non-degraded (AS) and in 10H degraded samples, but it is absent in 60H degraded samples.

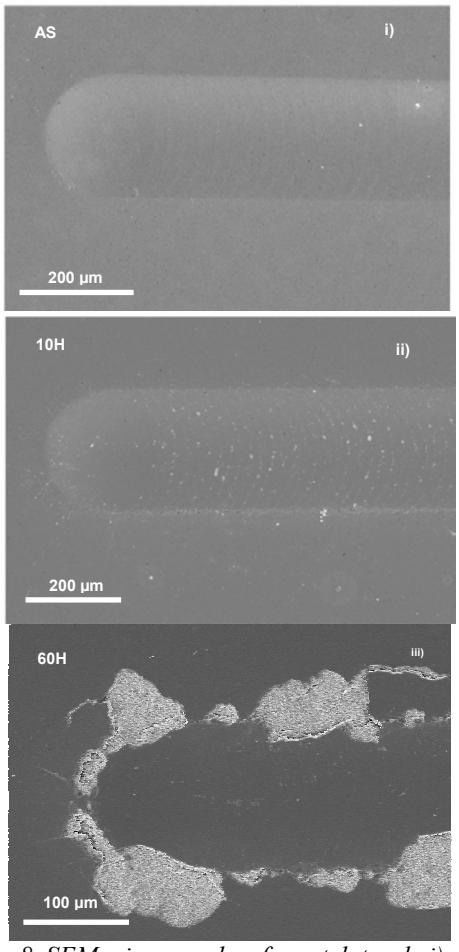


Figure 8. SEM micrographs of scratch track, i) AS, ii) 10H, iii) 60H (at loads 100-130 N).

In AS samples, no grain pullout is observed except initiation of hertzian cone crack formation (Figure 9 (i)). By contrast, in 10H grain pull out is observed along the ring crack and also at the edge of the scratch groove (Figure 9 (ii)). No critical loads for initiation of damage are observed for AS and 10H under these test conditions.

The nature of the damage in 60H sample is different from the other two samples. Chipping is clearly seen from Figure 8(iii). At lower loads, only plastic deformation and very little grain pullout is observed along groove edges. But when the load reaches around 110 N severe chipping is observed associated with grain boundary microfracture, and the material removal increased with increase in load. Therefore, loads in the range 100-110 N are critical for material removal in 60H samples.

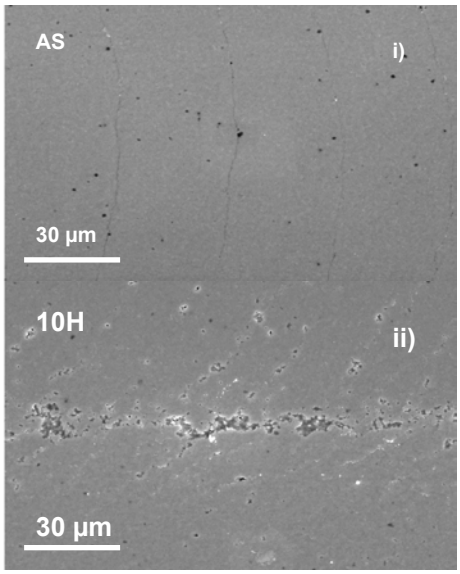


Figure 9. SEM micrographs of scratch track, under conical indenter i) AS, ii) 10H (at loads 75-85 N).

4.3. Friction and damage under wear test

The evolution of coefficient of friction as a function of sliding distance under dry sliding conditions is shown in Figure 10. It is observed that the coefficient of friction is reduced in 10H and 60H. Usually the friction coefficients for Y-TZP against Y-TZP vary between 0.45 and 0.7 depending upon the speed and load combinations [5]. In our *in vitro* tribological tests on 3Y-TZP, the interest is to investigate the wear behaviour of the surface degraded layer. In contrast with the AS sample, the coefficient of friction of 10H and 60 H samples initially decrease with sliding distance to values below 0.40 but after a sliding distance of 10 and 13 meters they tend to increase reaching similar values as for AS.

In 60H this effect is clearer and it suggests that after a sliding distance of 12 m the degraded layer was worn out. This variation in the friction behaviour for the same test conditions, suggests the presence of surface degradation in 10H and 60H.

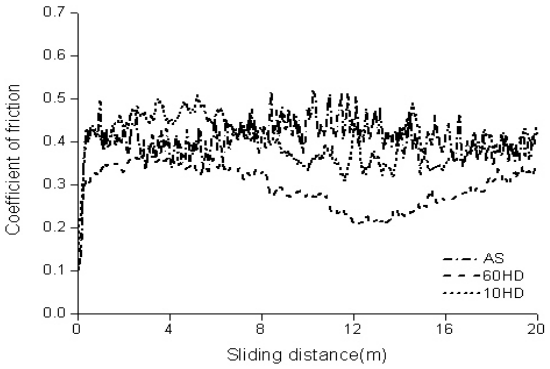


Figure 10. Evolution of friction at 30 N load and 180 rpm speed.

The worn regions of all samples have wavy appearance. But a clear insight into the micrographs can give the respective damage modes for each sample. Figure 11 shows the SEM pictures taken from one edge of the wear scar. The predominant damage mechanism in AS and 10H is plastic deformation. In Figure 11 the circles indicate microcracking in AS and 10H, due to the stress activated phase transformation [6], and the arrow indicates the grain pullout in 60H sample at the edge of the wear scar. Plastic deformation is also apparent in 60H samples in the centre of the wear scar. After 20 meters of sliding, the depth of the wear scar has reached completely the bulk 3Y-TZP healthy material, which deformed plastically in the middle of wear zone. The wear rates of different specimens are presented in Figure 12 in terms of the respective sliding distance and of the residual depths at the centre of the scar. The effect of degradation is clearly observed in 60H samples at the edge of the wear scar (severe grain pullout); however it is not evident in 10H sample.

4.4 Worn volumes under scratch and tribology tests

From Figure 12 it can be seen that no significant change is observed in the volume removed under scratch test among the different specimens until the load reaches 110 N. Above this load a sharp increase in material removal in 60H sample is observed and this is revealed in the SEM micrographs taken at critical loads above 100N.

Under tribology tests the wear rate for 60H is initially very high (severe wear), which suggests that the degraded layer was worn out very rapidly (see Fig. 13). Further the wear rate decreased with increased sliding distance which coincides with the beginning of the wear of the healthy 3Y-TZP beneath the degraded layer. Wear rate gradually increased with the sliding distance in AS sample.

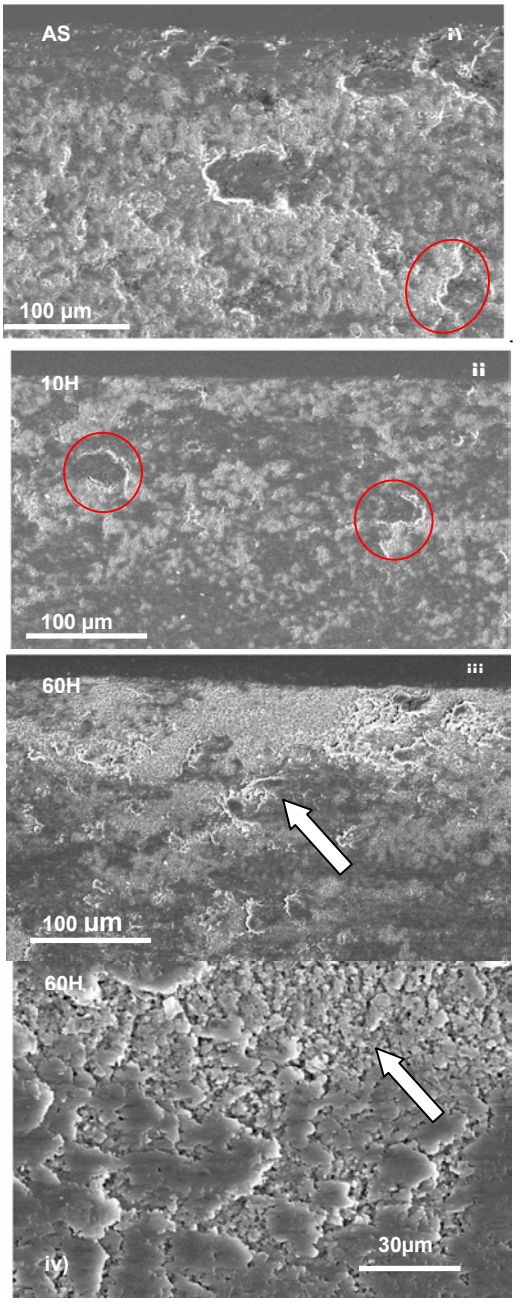


Figure 11. SEM micrographs of worn surfaces of i) AS, ii) 10H, iii)&iv) 60H at 30 N load, 180 rpm speed, 20 m sliding distance.

At low sliding distance the mild wear occurred but with the increase in sliding distance, wear rate appears to be in transition zone. But the tendency of the curve shows the wear becomes constant with more sliding. In 10H sample the wear behaviour is rather abnormal. Wear increases initially with sliding distance and decreases with further sliding.

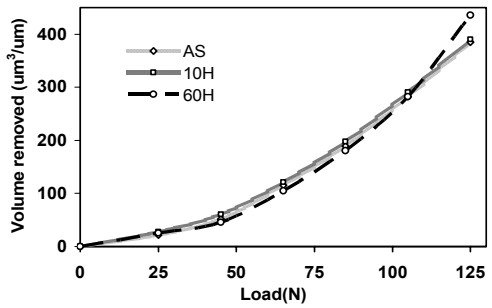


Figure 12. Volume removed during conical scratch test.

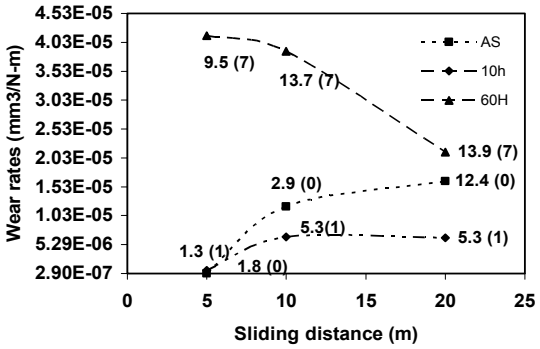


Figure 13. Specific wear rates as a function of sliding distance at 30 N load and 180 rpm speed (the values shown at each load indicates corresponding residual depth of penetration and depth of degraded layer in parenthesis).

5. DISCUSSION

The Influence of hydrothermal degradation on the wear behaviour is presented by means of scratch and tribological experiments. After LTD the monoclinic volume fraction found in the near surface region of the 60H and 10H is 76% and 28% respectively, but the latter value is strongly affected by the fact that the thickness of the degraded layer is smaller than the penetration depth of x rays. The depth of the degraded layer in 60H is bigger than the penetration depth (about 4μm); while for 10H it is shorter. In fact there is a gradient in monoclinic phase content along the depth of the degraded layer as well as microcracking.

Under scratch tests the coefficient of friction of 60H shows a sharp raise in the range 75-80 N and then becomes stable at higher loads. On the contrary, in AS the COF slightly increases through out the test. The sharp rise in 60H suggests that the loads in the range 75-80 N are critical to induce damage in 60H. The wear damage observed is plastic deformation with initiation of cone cracks in AS, but in 60H severe chipping due to intergrannular micro fracture is observed above 100 N. This load is critical for material removal by delamination. In the ball on disc tribological tests, damage in AS is plastic deformation coupled with microcracking due to stress induced phase transformation. In 60H plastic deformation coupled with severe grain pullout was observed at the edge of the scar mostly from the degraded surface layer. The pulled grains acts as third body resulting in increase of abrasive wear in the centre of the scar, which in turn causes an increase of wear rate. The observed wear rates under tribological tests, (see Figure 13) of 60H were high compared to AS during the initial sliding distance.

6. CONCLUSION

The effect of aging on wear behaviour of 3Y-TZP is clearly observed in all experiments. The critical loads were presented for damage initiation and material removal. The main effects of aging can be summarised as (i) causes chipping and grain pullout (ii) produces microcracks beneath the wear zone which could be detrimental for the ceramic performance (iii) increases the wear rate, though the magnitude of the effect depends on degradation conditions (time, temperature and the ambient atmosphere). It is interesting to note that the behaviour of 10H is quite close to that of AS in all experiments. Due to the specific hydrothermal and mechanical environments used here, the results obtained on in house sintered 3Y-TZP may not be fully extended, and further analysis is required.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are grateful to Ministerio de Ciencia e Innovación of Spain, through project MAT2005-01168 and by the Generalitat de Catalunya (2005SGR00384).

REFERENCES

[1] Green, J., Hannink, R. H. J, Swain, M. V., *Transformation Toughening of Ceramics*, CRC Press Inc., Florida, 1989.

[2] Koyabashi, K., Kuwajima, H., Masaki, T., *Phase change and mechanical properties of ZrO_2-Y_2O_3 solid electrolyte after ageing. Solid State Ion.* Vol. 3(4), 1980, p. 489-493.

[3] Garvie, R., Nicholson, P., *Phase Analysis in Zirconia Systems, J. Am. Ceram. Soc.* Vol. 55, 1972, p. 303-306.

[4] Muñoz, J. A., Gaillard, Y., Jiménez, E., Anglada, M., *Study of phase transformation and damage in 3Y-TZP after grinding,* 11th Interregional Conference on Ceramics, Lausanne, p. 203-208, 2008.

[5] Lee, S.W, Hsu, S.M., Shen, M.C, *Ceramic wear maps: Zirconia. J. Am. Ceram. Soc.* Vol. 76, 1993, p. 1937–1947.

[6] Basu, B., Vleugels, J., Omer, V. D. B. *Microstructure–toughness–wear relationship of tetragonal Zirconia ceramics, Journal of the European Ceramic Society* Vol. 24, 2004, p. 2031–2040.

A NUMERICAL STUDY OF CONFINED AND FREESTANDING MASONRY FAÇADES UNDER WIND LOAD

A. M. Fathy[1], J. Planas[2], J. M. Sancho[3]

[1] Faculty of Engineering, Ain Shams University, Cairo, Egypt.
adel@mater.upm.es

[2] Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
jplanas@mater.upm.es

[3] Escuela Politécnica Superior, Campus de Montepríncipe, Universidad CEU-San Pablo, Boadilla del Monte 28668 Madrid, Spain.
jose.sancho@upm.es

ABSTRACT

Brick walls of ceramic without any mortar covering or paint are used extensively in building façades in Spain. One of the most used masonry wall system is based on non-bearing panels partially supported, about two thirds of the brick width, over the edge beams of the structural skeleton. The edge beam is veneered with special thinner bricks to achieve the visual continuity of the façade. A considerable number of these walls show cracking. In a previous works, finite element simulations were performed in order to gain insight on the causes of cracking. A special finite element, based on the strong discontinuity analysis and the cohesive crack theory is used in the numerical simulations. In this work, this element, integrated in a finite element program developed by the authors called COFE (Continuum Oriented Finite Elements), is used to study the cracking phenomena in confined and freestanding façades for both total and partial bearing cases under wind load. The study was developed for pressure and suction conditions. Adequate solutions were adopted to overcome the numerical instability problems induced by brittle failure to be able to follow the rupture process till the end. Two parametric studies were carried out; one changing two of the properties of the façade material (modulus of elasticity and fracture energy) for the freestanding case and the other changing the rigidity of the rest of the confined structure for the confined case. The results were analyzed using the cohesive fracture mechanics theory and dimensionless expressions can be obtained that can help in the design fase.

RESUMEN

Las paredes de ladrillo visto de cerámica se utilizan extensivamente en fachadas de edificios en España. Uno de los sistemas más usados de edificación se basa en los paneles apoyados parcialmente, cerca de dos tercios de la anchura del ladrillo, sobre las vigas del borde del esqueleto de la estructura. Las vigas del borde se cubren con ladrillos de menor tamaño para alcanzar la continuidad visual de la fachada. Un número considerable de estas paredes muestra agrietamiento. En un trabajo anterior, se realizaron simulaciones con elementos finitos para estudiar los problemas de agrietamiento de las fachadas de ladrillo visto. Un elemento finito especial, basado en el análisis de la discontinuidad fuerte y la teoría de la fisura cohesiva se utiliza en las simulaciones numéricas. En este trabajo, este elemento integrado en un programa de elementos finitos desarrollado por los autores y llamado COFE (del ingles, Continuum Oriented Finite Elements) se utiliza para estudiar los fenómenos de agrietamiento en las fachadas confinadas y exentas, total o parcialmente apoyadas bajo la carga del viento. El estudio fue desarrollado para cargas de presión y de succión. Se han adoptado soluciones adecuadas para superar todos los problemas de cálculo y para conseguir una fisura controlada hasta el final. Se realizaron dos estudios paramétricos; uno cambiando dos de las características del material de la fachada (módulo de la elasticidad y de la energía de fractura) para las fachadas exentas y el otro cambiando la rigidez del resto de la estructura confinada para las fachadas confinadas. Los resultados fueron analizados usando la teoría de mecánica de fractura cohesiva obteniendo expresiones adimensionales que pueden ayudar en el fase de diseño.

KEY WORDS: Durability, Finite Element, Masonry, Cohesive crack.

1. INTRODUCTION

In the last decades, the price of residential flats raised considerably in Spain. One of the consequences was the reduction of the time employed in the building process. One of the most used construction systems for residential buildings is based on a skeleton of reinforced concrete or steel columns with reinforced concrete uni or bidirectional slabs. Masonry walls are used as partitions and the façade is usually constructed partially supported, about two thirds of the brick width, over the end beams. There are no Spanish standards for this construction system. Usually the standards NBE_FL90 [1], NTE-FFL [2] and NTE EFL [3] are used. A considerable number of these buildings show cracking in different zones of the façade walls. As a result of the

lack of standards, every construction company uses its own experience to prescribe the necessary recommendations to minimize the width and extension of the cracks. In previous works, the authors developed a special finite element, based on the strong discontinuity approach and the cohesive crack theory, that is very effective in the numerical simulation of cracking in quasi brittle materials such as concrete and masonry. The authors applied such element to the analysis of the cracks appearing in the foregoing masonry walls in order to have a better understanding of the cracking phenomena. Detailed notices about this element can be found in [4, 5, 6]. In previous work [7, 8], the steps taken to incorporate this element in a finite element program and test its efficiency to detect cracked zones was explained. In another work [9], the real deflections under service loads are studied to gain a better understanding of the cracking phenomena and to devise a method that can be used in the design of this type of façades. In view of the experience gained, necessity was detected to realise more detailed study of the behaviour of the facades against the wind action that incorporated the deformability of the structure, which confined the façade. In this work, after the improvements done to the program COFE that aid to gain more control over the program, this problem is studied. Confined and freestanding façades of half foot width, with total or partial support over face beams are studied under pressure and suction conditions. The results were analyzed using the cohesive fracture mechanics theory and dimensionless expressions can be obtained that can help in the design fase.

2. FREESTANDING FAÇADES

2.1 Procedure of the work.

At the beginning of the investigation, a number of questions arose regarding the boundary conditions and properties of the wall material that can be used.

With respect to the boundary conditions, in 2D study, the façade will behave as a continuous beam under distributed load as shown in figure 1. Two studies were done, one for the top two panels and the other for the bottom or intermediate panels. In case of the top two panels, as the connection with the rest of the façade is not clear, two extreme cases were considered corresponding, respectively, to fixed and hinged connections (figure 2). The actual behaviour will lie between these two extreme cases. In case of the bottom or intermediate panels, a connection with the rest of façade that doesn't allow rotations while allowing vertical displacements (depending on the number of floors resting on the one under consideration) was supposed (figure 3a).

With respect to properties of the wall material, there are numerous papers that deal with the homogenising of the wall material in either analytical or experimental studies [10–14], so a homogenous material is supposed. Although there is much information about the modulus of elasticity and tensile strength values in the literature,

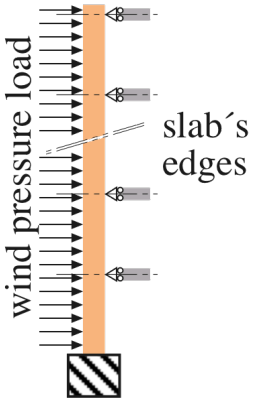


Figure 1. Freestanding façades

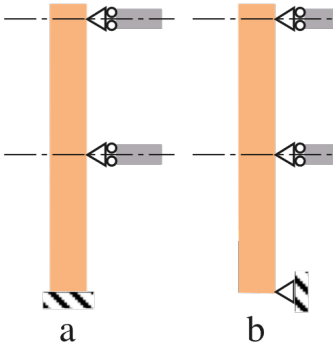


Figure 2. Used Boundary conditions for the last two floors of freestanding façade.

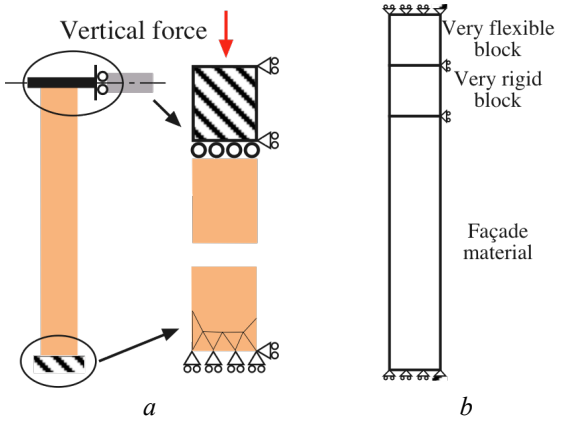


Figure 3. Used Boundary conditions for first or intermediate floors.

their values span a large range. On the other hand, there is a lack of information about the overall fracture properties. A parametric study for the last two floors is done covering a wide range for the façade's material properties. Three different values for the modulus of elasticity (3, 4 and 5 GPa) and fracture energy (50, 100 and 150 N/m) were used while the tensile strength was kept constant (1 MPa). For the first floor (or intermediate one) medium value for the modulus of elasticity and fracture energy (4 GPa and 100 N/m respectively) were used. The tensile strength was kept also equal to 1 MPa. Two values for the vertical load were used equivalent to 4 or 5 flats. To study this case, the wind load has to be progressively incremented starting from zero while the vertical load, which represents the weight of the panels above the one under consideration, has to be kept constant from the beginning. The program was designed to increment all the applied loads or displacement with the same factor. The factor for the load can be, however, different from that for the displacement. To apply a constant vertical load and an increasing wind load with the existing framework, the composite structure showed in figure 3b was used, which ends with two blocks; one very rigid in contact with the structure to prevent the rotation and the other very compliant to keep the vertical load nearly constant at fixed total vertical displacement. The moduli of elasticity of the rigid and flexible blocks were taken, respectively, equal to 10^6 and 10^{-6} times the one for the

masonry material. The constant vertical load can be changed by imposing a suitable vertical displacement to the top row of nodes at the beginning of the test. The result of these two cases shows that wind load that induces first cracking is larger for the panels at the bottom of the wall. So, the parametric study was done only for the top two floors as this case represents the critical one under wind load in pressure.

2.2 Numerical problems.

When starting the calculations, a various numerical problems appeared, which are outlined in this section.

2.2.1 Size and total number of elements.

The studied geometry corresponds to panels with 120 mm width and 3000 mm height (6000 mm for 2 panels). If a uniform reasonably fine mesh is used, a huge number of elements and degrees of freedom is obtained. Consequently, the calculations time is too large to allow a parametric study within reasonable time. To solve this problem, a background mesh was designed to obtain fine element size in the expected cracking zones and coarsest element size in other zones in which the material remains elastic.

2.2.2 Test control.

As in laboratory tests, the calculations can be run in load control or in CMOD (Crack Mouth Opening Displacement) control. However, the position of the main crack is not known a priori, and also the slope of the load-CMOD curve is almost vertical at the beginning of the computation, so it is simpler to carry out the computation in load control. But the disadvantage is that the calculation becomes unstable when the peak load is reached (because resistance decreases from that point on, whereas the CMOD continues increasing). Soon it was discovered that in the case of the studied panels, the load-CMOD curve has two maximums, as sketched in figure 4. The first maximum corresponds to the formation of cracks at the height of slabs and the second to cracking at panel's mid-height. The strength of the system corresponds to the major of the relative maximums. So, it is necessary to be able to continue the calculation beyond the first maximum. In order to be able to control all the cracking process, the computation is initially run in load control (dashed line zone) until the maximum stress calculated according to resistance of materials theory is reached, which is usually smaller than the first peak. Then, the control is transferred to CMOD and the program seeks the element that has the dominant crack among those in zones in the boundary defined by the user.

2.2.3 Passing points of local maximum or minimum load.

When the calculation reaches close to a local maximum or minimum load, the convergence of the calculation can be problematic. In order to pass these points, a control loop is designed that permits to the user, if the maximum number of iterations stipulated is reached without reaching the solution within the demanded tolerance, select a decision in-between the following; (a) to jump to the following step, (b) to accept the reached degree of convergence, (c) to continue more iteration, or (d) to stop the calculation. With the use of this loop, calculation can pass the conflict steps, usually by increasing the number of iterations or by skipping steps in which the convergence is problematic. A remark is in order here: the algorithm used is insensitive to the step size; more specifically, the converged solution at a given load or CMOD level is totally independent of the number and size of the previous steps.

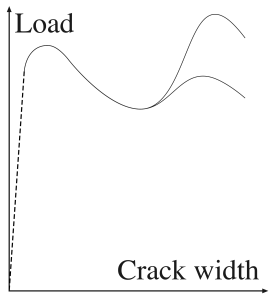


Figure 4. Scheme of the relation between the load and the crack opening width.

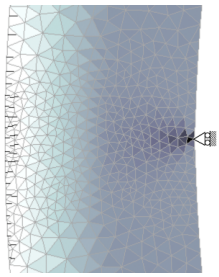


Figure 5: Multi cracks in tension zone at slab level.

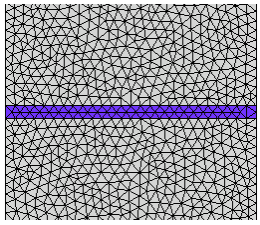


Figure 6: Element band that can has cracks.

2.2.4 Multi cracking.

As the zone in which stress exceeds the tensile strength of the material is large, cracks appear in many elements. A dominant crack cannot be distinguished until very close to the maximum load, (figure 5). In order to solve this problem it was decided to use two materials that have the same characteristics but one permits cracking and the other not. The first material is applied in a band of elements in the section of maximum bending moment (figure 6).

2.2.4 Local spurious overstress.

In the numerically uncrackable elements the tensile strength can be exceeded, which leads to local spurious overstress. To assure that this overstress does not affect the results, another material was used with identical modulus of elasticity and tensile strength but much more ductile (using high fracture energy). Various Numerical tests demonstrate that the influence of the local spurious overstress is negligible for any practical

purpose. Consequently, in the parametric studies, for efficiency reasons (rapidity) uncrackable material (elastic) was used outside the bands in which the dominant crack is located.
With all this modifications, calculations could be made stable beyond the first and second peaks, thus controlling the rupture till the end.

2.3 Test results.

As it was mentioned before, nine different combinations for the façade properties, changing the modulus of elasticity and the fracture energy, were studied for the cases in figure 2.

Figure 7a shows the results for the case of fixed connection between the two tested panels and the rest of the façade while Figure 7b is for the case of hinged connection. The pressure wind load is represented (in ordinates) divided by 800 N/m^2 which is the normal used service wind load in pressure action.

From figure 7, it can be seen that for all cases the first crack occurs with force factor greater than 3.3. This indicates that this type of façades is safe if they are exposed to wind load only. Figure 8 shows the deformed panel for the fixed-end case (with E = 5 GPa, G_F = 0.05 kN/m) just before the collapse in which the two principal cracks can be seen. The first crack forms at point A, at the level of the slab support, and the second at point B, at the centre of the top panel.

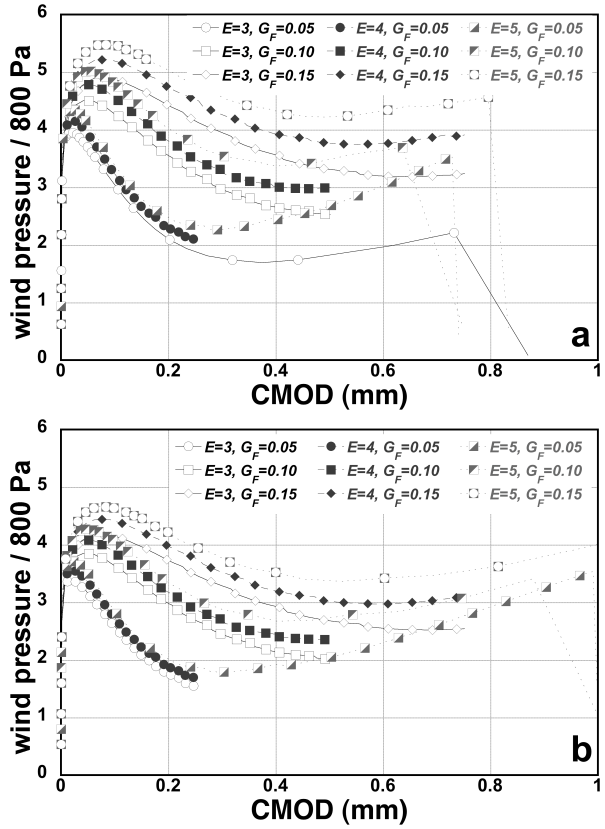


Figure 7: Force factor versus CMOD for fixed connection (a) and hinged one (b). (values of modulus of elasticity E in GPa and fracture energy G_F in kN/m).

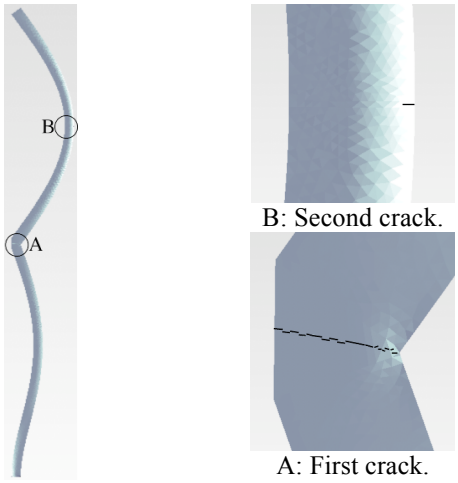


Figure 8: Deformed panel for the fixed case.

3. CONFINED FAÇADES

3.1 Procedure of the work.

For the confined facades with total support over façade's beams, a scheme similar to the one in figure 3b has been used in which the rigidity of the upper elastic block was modified to consider the degree of the confinement of the structure. A parametric study has been realised to see the influence of the stiffness of the confinement, for which, the modulus of elasticity E' of the deformable block was taken equal to 0, 0,0001, 0,001, 0,01, 0,03, 0,1, 1, 10, 100 and 1000 of the modulus of elasticity of the façade's material. Values of 4 GPa, 100 N/m and 0.1 MPa were used for modulus of elasticity, fracture energy and tensile strength respectively. The case of total confinement is also tested using only one very rigid block. Although this is an ideal case, it provides an upper bound for very high values of E'.

For partial support over façade's beams, two thirds of the façade's width was taken as the supported width. First, it was verified that, as expected a suction of 400 N/m^2 is more critical than a pressure of 800 N/m^2. Therefore, a parametric study similar to that realised for the case with total support was done using suction wind load of 400 N/m^2. The modulus of elasticity E' of the deformable block took equal to 0, 0,0001, 0,001, 0,01, 0,03, 0,1, 1, 10 of the modulus of elasticity of the façade's material.

3.3 Test results.

Figure 9 shows the relation between the pressure wind load and the CMOD for the case of total support. The result of the case of freestanding façades for the last two panels with the same material properties was also displayed to ensure that the vertical confinement load increases the stability of the panel. It can be seen also that the cases of E'/E equal or major than 10 are practically the same as the case of total confinement. Figure 10 presents the same relation as figure 9 but for the case of partial support. It can be noted that in this

case the rigidity of the confinement structure has no effect over the maximum wind load that causes the failure and there is only one dominant crack, which is in the slab level. These results will be analyzed with more details in section 4.

4. THEORETICAL ANALISIS AND DISCUTION

4.1 General equations for the rupture of quasibrittle materials.

The critical load of a structure constructed by a quasibrittle material such as concrete or masonry, depends on the geometry and the properties of the material as the following equation (1) [15] shows:

$$\sigma_{Nu} = f_t\, \phi\left(t/\ell_{ch}\right) \qquad (1), \quad \ell_{ch} = EG_F/f_t^2 \qquad (2)$$

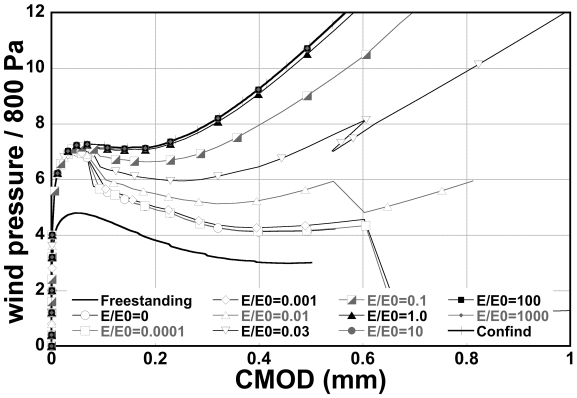


Figure 9: Force factor versus CMOD for totally supported confined panels.

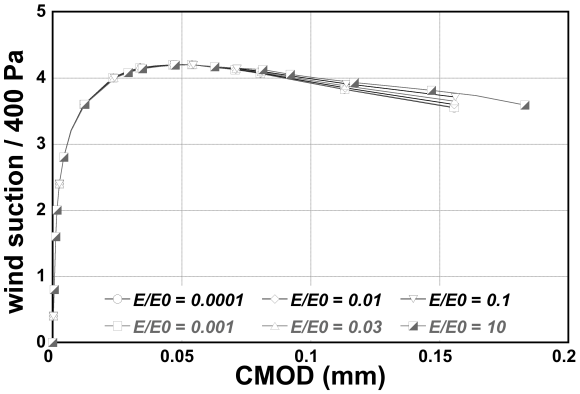


Figure 10: Force factor versus CMOD for 2/3 partially supported confined panels.

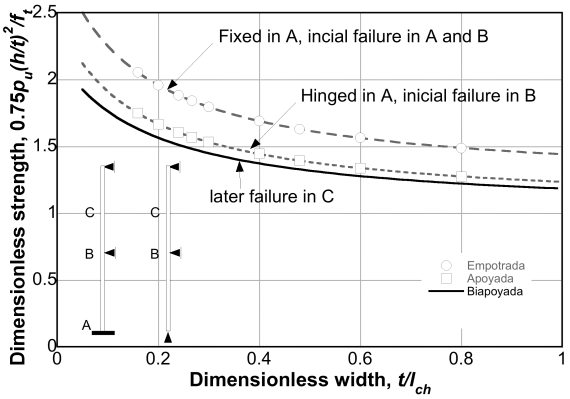


Figure 11: Dimensionless strength of freestanding masonry panels.

where σ_{Nu} is a nominal tensile stress that is taken, usually, equal to the maximum tensile stress calculated in agreement with the theory of the elasticity or the strength of materials, f_t the tensile strength of the material, t is a characteristic dimension of the structure (the thickness of the wall, in our case), ℓ_{ch} is the material characteristic length (defined in equation 2), E is the modulus of elasticity and G_F the fracture energy. The function φ is a dimensionless function that depends implicitly on the geometric relations of the structure. In the case of masonry walls, the nominal tensile stress was taken equal to the maximum stress of a simple beam or a beam with fixed support in the two ends exposed to distributed wind pressure. This leads to:

$$\sigma_{Nu} = 0.75\, p_u h^2/t^2 \qquad (3)$$

where h is the wall free height of the panel and p_u is the distributed wind pressure or suction that causes the failure.

4.2 Freestanding façades.

Figure 11 shows the strength curves for the cases studied in section 2.3 for both fixed and hinged supports. The curves can be approximated very well by equations (4) and (5) below, for fixed and hinged cases, respectively,

$$p_u = 1.333 f_t (t/h)^2 \left[1.208 + \frac{1}{0.586 + 3.727 t/\ell_{ch}}\right] \qquad (4)$$

$$p_u = 1.333 f_t (t/h)^2 \left[1.040 + \frac{1}{0.702 + 4.445 t/\ell_{ch}}\right] \qquad (5)$$

The curve corresponds to the failure of a simple beam according to [16] is also displayed, which provides a lower bound of the strength in all the rank of values, and that can be approximated very well by the equation:

$$p_u = 1.333 f_t (t/h)^2 \left[1 + \frac{1}{0.85 + 4.6 t/\ell_{ch}}\right] \qquad (6)$$

These equations can be used in design with the suitable values of the properties of material.

4.3 Totally and partially supported confined façades.

The behaviour of the confined façades is much more complex than that of the freestanding ones due to the development of the confinement force that depends on the stiffness of the confinement structure (and of the own stiffness of the wall). Figure 12 shows the evolution of the confinement force (in abscissas) and of the wind pressure (in ordinates) for total bearing and several stiffnesses of confinement. As it can be seen, for relations E'/E equal or greater than 1.0, a very smooth maximum is present, followed by a continuous increase that tends to the grey discontinuous line, which corresponds to the equilibrium of a confined strut once a full crack has formed at mid height of the panel (see scheme in figure 12). For relations E'/E less than 1.0, an abrupt fall of load occurs that corresponds to the formation of the second crack in the mid height of the panel. After this second cracking the load continues increasing asymptotically tending to the grey discontinuous line. This means that complete wall

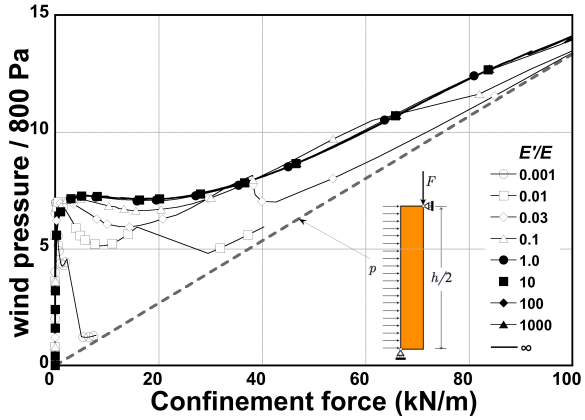


Figure 12: Evolution of the wind pressure and the confinement force for several relative confinement stiffnesses.

failure cannot be achieved in a first order analysis, and to determine the final collapse pressure, second order analysis is required.

5. CONCLUSIONS:

From the foregoing results, the following conclusions can be drawn:

a. The COFE program can detect cracked zones and the calculation can be controlled beyond the post peak using maximum CMOD control.
b. Both freestanding and confined façades are safe exposed to 800 N/m^2 wind pressure or 400 N/m^2 wind suction.
c. For freestanding façades, the top panel is the more critical to support wind load.
d. Confined, totally supported façades are more stable than freestanding façades under wind loads.
e. In situ determination of stiffness and fracture properties of masonry façades over a large sample to obtain realistic means and standard deviations is strongly required.
f. For the case of confined façade with total support, a second order study is needed to be able to reach the final collapse.
g. For the case of confined façade with two third of width partially supported, the critical case under wind is the suction action and the confinement has no effect over the maximum wind load.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors gratefully acknowledge partial financial support for this work form GOP Project Consulting (Spain) and from the Spanish Ministry of Education and Science under grant CIT-380000-2005-40. The present work was conducted within the framework provided by the project SEDUREC (CSD2006-60), integrated in the Spanish National Research Program CONSOLIDER-INGENIO 2010.

REFERENCES

[1] Spanish standards for bearing walls, *Muros resistentes de fábrica de ladrillo*. NBE FL-90, (1990).

[2] Spanish Tecnical standards for buildings*, Fachadas de Fabrica de: Ladrillo*, NTE-FFL (1978).

[3] Spanish Tecnical standards for buildings, *Estructuras de Fabrica de: Ladrillo,* NTE-EFL, (1977).

[4] Sancho, J.M., Planas, J., Fathy, A.M., Gálvez, J.C., and Cendón, D.A., *Three-dimensional simulation of concrete fracture using embedded crack elements without enforcing crack path continuity ,* Int. J. Numerical and Analytical Methods in Geomechanics, John Wiley, February, 2007, Vol. 31, pp. 173-187.

[5] Sancho, J.M., Planas, J., Cendón, D.A., Gálvez, J.C. and Reyes, E, "Ventajas De La Fisura Cohesiva Adaptable En La Simulación Numérica De La Fractura De Materiales Cuasi-fragiles.", *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 22, (2005), pp. 553-558.

[6] Sancho, J.M., Planas, J., Cendón, D.A. Reyes, E. and Gálvez, J.C., *An embedded cohesive crack model for finite element analysis of concrete fracture.* Engineering Fracture Mechanics, Vol. 74, (2007), pp. 75-86.

[7] Fathy, A.M., Planas, J. and Sancho, J.M., "A Nnmerical Study of Masonry Cracks.", *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 24, (2007), pp. 667-672.

[8] Fathy, A.M., Planas, J. and Sancho, J.M., "A finite element study of masonry cracks", *6th International Conference on Fracture Mechanics of Concrete Structures*, Catania, Italia, pag. 1595-1603, 2007.

[9] Fathy, A.M., Planas, J. and Sancho, J.M., "Nnmerical Study of Masonry Cracks, Part II.", *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 25, (2008), pp. 113-118.

[10] Zucchini, A. and Lourenco, P.B., *A coupled homogenisation–damage model for masonry cracking,* Computers and Structures, Great Britain, 82, (2004), pp. 917–929.

[11] Lee, J.S., Pande, G.N., MIddIeton, T.J. and KraIj, B., *Numerical Modelling of Brick Masonry Panels Subject to Lateral Loadings*, Computers and Structures, Great Britain, Vol. 61 (1996), pp. 735-745.

[12] Uva, G. and Salerno, P.B.G., *Towards a multiscale analysis of periodic masonry brickwork: A FEM algorithm with damage and friction,* Solids and Structures, in press, received 2 June (2005).

[13] Hussein, G., *Aplicación de la Mecánica de la Fractura a la Fisuración de Fábricas de Ladrillo*, Ph.D. Thesis, 240 pag., ETSI de Caminos, Canales y Puertos, UPM, Madrid, 1997.

[14] Galvez, J.G., Pozo, E.R. and Casati, M.J., *Comportamiento Mecánico de Estructuras de Fábrica de Ladrillo,* Hormigón y acero, num. 234, pp. 121-134, 2004.

[15] Bazant, Z.P., Planas, J., *Fracture and Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials*, CRC Press: Boca Raton, USA, 1998.

[16] Planas, J. and Guinea, G.V. and Elices, M., "Rapture modulus and fracture properties of concrete." *Fracture mechanics of concrete structures*, Vol. 1, F.H. Wittmann, ed., Aedificatio Publishers, Freiburg, Germany, 1995, pp. 95-110.

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

COMPORTAMIENTO MECANICO DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ TITANIO Y REFORZADO CON PARTÍCULAS DE TiB

E.Silveira, M. García de Cortázar, A. M. Irisarri

INASMET–Tecnalia Paseo Mikeletegi, 2.
20009 San Sebastian, España
Email: elena.silveira@inasmet.es

RESUMEN

Las aleaciones de titanio se presentan como materiales muy atractivos en aplicaciones avanzadas, aunque, la competencia con los aceros de elevada resistencia o las aleaciones base níquel, hacen que sea necesario mejorar las propiedades de las aleaciones convencionales de titanio. De esta necesidad surgen los materiales compuestos de matriz titanio (TMC's) que presentan como principal ventaja un incremento de propiedades como la resistencia, la rigidez, dureza, etc.
En el presente trabajo se hace una comparativa entre las propiedades mecánicas de la aleación de titanio Ti-6Al-4V y un material compuesto de matriz Ti6Al-4V reforzado con partículas de TiB así como un estudio fractográfico de ambos materiales para determinar los mecanismos operantes en la fractura de cada uno de ellos.

ABSTRACT

Titanium and its alloys are very attractive materials for advanced applications due to their intrinsic properties. However, further improvements are needed to make them competitive with high strength steels or Ni-based alloys in specialized applications that demand properties beyond the levels provided by the conventional titanium alloys. This demand for increased performance continues driving material development efforts to explore new concepts such as Titanium Matrix Composites (TMCs), which involves reinforcing titanium or its alloys. The main advantages of TMCs are the increased mechanical and physical properties, i.e. strength, stiffness, hardness etc
The aim o f this study is to compare the mechanical properties of the Ti6Al-4 tinaium alloy and the Ti64 matrix composite with TiB, in order to determinate the fracture mechanism of them and observe the differences in their fracture behaviour

PALABRAS CLAVE: Fractografía, Material compuesto de matriz titanio.

1. INTRODUCCIÓN

El titanio y sus aleaciones se presentan como materiales muy atractivos para aplicaciones avanzadas dadas sus propiedades intrínsecas. [1]. Sin embargo, a la hora de hacerlo competitivo frente a los aceros de elevada resistencia o las aleaciones base níquel en aplicaciones en las que son necesarias propiedades por encima de los niveles que las que otorgan las aleaciones convencionales de titanio se hace imprescindible ciertas mejoras. Esta demanda en el incremento de ciertas propiedades ha conducido al desarrollo de los denominados materiales compuestos de matriz titanio (TMCs), que conllevan el refuerzo de las aleaciones de titanio mediante partículas o fibras de materiales cerámicos.

La principal ventaja de los TMCs es el incremento de las propiedades mecánicas y físicas, como por ejemplo, la resistencia, módulo o la dureza. La dirección del refuerzo dicta las propiedades, pudiéndose obtener incluso propiedades especificas en direcciones concretas. La mejora de las propiedades se halla muy ligada al comportamiento que ofrece la intercara refuerzo/matriz. Esta intercara se plantea como una de los puntos débiles de este tipo de materiales y su debilidad puede llegar arruinar las mejoras esperadas.

Ligado a este punto se han desarrollado los denominados materiales con refuerzo generado in situ, este tipo de materiales se obtienen mediante la reacción de ciertos elementos de la matriz y adiciones para provocar la síntesis del refuerzo dentro de la matriz, con este tipo de técnicas desaparecen los grandes problemas asociados a las intercaras obteniéndose materiales sin contaminación de refuerzo, intercaras inestables o faltas de mojabilidad.

En el presente trabajo se fabrica un material compuesto de matriz titanio reforzado con partículas de TiB obtenidas in situ [2-9].. Dicho material se caracterizará para la valoración de la mejora de sus propiedades mecánicas y microestructurales. Se ha realizado un estudio fractográfico para determinar la influencia del refuerzo en el comportamiento mecánico del material y como se ve influenciada la formación y propagación de grietas.

2. TÉCNICA EXPERIMENTAL

El material compuesto fue fabricado a partir de una matriz de Ti 6Al-4V a la que se añadió el porcentaje adecuado un master compound de Ti/60wt%TiB obtenido mediante Self propagatin High temperature Synthesis (SHS).

El proceso de SHS consiste en una combustión que da como resultado la formación de ciertos productos a partir de polvos elementales comerciales. El proceso conlleva una reacción exotérmica y autógena que se propaga a través de la mezcla de polvos compactados dando como resultados compuestos de estos elementos [10].

Dicho master compound se ha obtenido en dos etapas. En el primer paso, se prepararon los reactivos, mezcla y compactado del titanio de polvos de titanio de pureza comercial y boro amorfo para obtener una pastilla en verde. En el segundo paso se lleva a cabo la síntesis en el reactor.

Posteriormente se adicionó el master compound a la colada de titanio mediante electrodo en la proporción correcta para obtener un TMC levemente reforzado Ti0,5%TiB [11].

Una vez obtenidas las probetas de colada se sometieron a un proceso de compresión isostática en caliente (HIP) con el objetivo de eliminar la porosidad Los parámetros usados para el HIP han sido los usados para la aleación convencional de titanio Ti6Al-4V 900ºC/1000MPa/120 minutos.

El material fabricado, como se ha comentado anteriormente, se ha caracterizado y comparado con la aleación Ti 6Al-4V. El ensayo de tracción a temperatura ambiente se ha realizado según EN 10002-1 [12] a una velocidad de desplazamiento de 2mm/minuto. Mediante este ensayo se han obtenido las propiedades de límite elástico, resistencia a tracción y alargamiento de ambos materiales. Una mitad de los probetas así ensayadas se destinó al estudio fractográfico en el microscopio electrónico de barrido. De esta forma se espera determinar no solo la morfología de la fractura sino conocer la influencia que ejercen el refuerzo y su intercara con la matriz sobre el inicio y propagación de la fractura.

De manera paralela, la otra mitad de las probetas ensayadas se destinó a una caracterización metalográfica que se completó con la realizada sobre los dos materiales. Se realizó una retención de borde de la superficie de fractura para evitar perder aquellas facetas responsables de la misma. Para revelar la microestructura en todos los casos se utilizó como reactivo metalográfico el Kroll

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Ensayo de Tracción

El material compuesto Ti64/0.5%TiB presenta una resistencia a rotura y límite elástico superior al del material sin refuerzo, como se puede observar en la tabla 1. El alargamiento también se ve incrementado notablemente, presentado por lo tanto unas mayores propiedades mecánicas que el material sin refuerzo.

Referencia	$\sigma e_{0,2\%}$ (MPa)	σu (MPa)	A (%)
Ti64_0.5TiB	899	984	11,4
Ti64_B2	852	908	8,5
Mejora (%)	5,5	8,3	35

Tabla1. Características mecánicas del material compuesto y la aleación sin refuerzo.

3.2 Caracterización microestructural

La microestructura de la aleación Ti6Al-4V, corresponde a una microestructura típica de colada, con una orientación preferente de paquetes de fase alfa con morfología de láminas, dentro de granos de fase beta primaria. Esta estructura se parece al patrón de una cesta y normalmente se hace referencia a ella como estructura de cesta. Se aprecian también las laminas de mayor longitud de fase alfa situadas en las antiguas juntas de grano beta. Esta microestructura presenta una alta resistencia pero dado su carácter acicular su ductilidad resulta inferior a la que ofrece el material con una microestructura equiáxica en estado de recocido.

La adición de TiB tiene una fuerte influencia en la microestructura, como se aprecia por comparación en las figuras 1 y 2. Se puede observar como ha tenido lugar un afino de la microestructura y tamaño de grano. En este caso la matriz consiste de nuevo en colonias de fase alfa en forma de lajas, más gruesas que las agujas del material base, dentro de granos de beta primaria. Las partículas de TiB se disponen en los bordes de grano de la beta primaria.

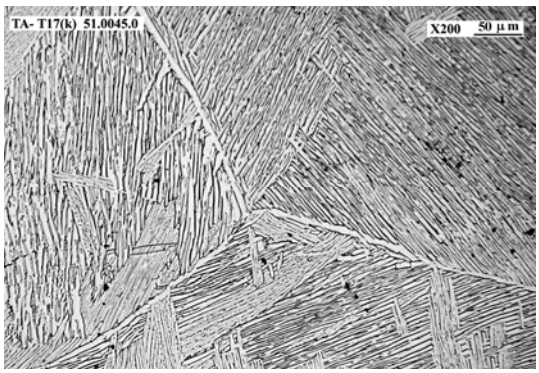


Figura 1: Micrografía óptica de aleación Ti6-4. 200x

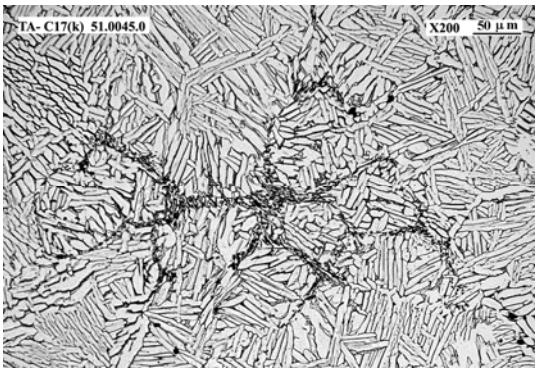


Figura 2: Micrografía óptica de material compuesto Ti/TiB. 200x

La medida de tamaño de grano que se ha realizado según la norma ASTM E-112, en la tabla 2 se muestra los resultados, siendo evidente el fuerte afino de grano que ha provocado la adición de TiB y por lo tanto sus mejores propiedades mecánicas según la Ley de Hally Petch, como se ha presentado anteriormente.

TAMAÑO DE GRANO		
Referencia	**Nº**	**µ**
Ti6Al4V	00	508
Ti6Al4V/0.5TiB	4-5	90-63

Tabla 2: Medida de tamaño de grano.

La figura 3 corresponde a una micrografía de microscopía electrónica de barrido de electrones retrodispersados en la que se puede observar con claridad la distribución y morfología de las partículas de TiB de tonalidad clara destacando sobre el fondo oscuro de la matriz. Dichas partículas tienen forma de agujas cortas con una longitud de entre 5 y 30 µm. Su distribución se encuentra en forma de colonias situándose preferentemente en los bordes de grano de la fase beta primaria.

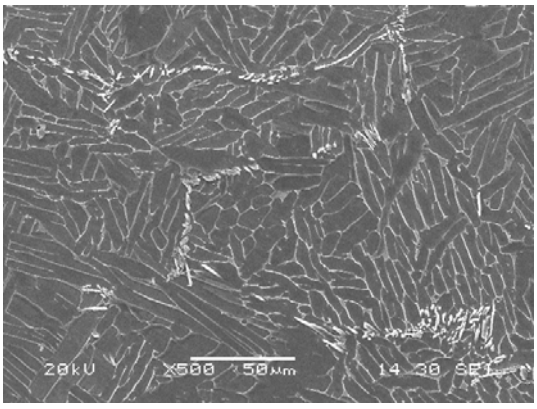


Figura 3: Micrografía electrónica de material compuesto Ti/TiB. 500x

3.3 Estudio Fractográfico

El estudio fractográfico se inicia con la observación de una de las mitades de las probetas de tracción ensayadas en el microscopio electrónico de barrido.
Las figuras 4 y 5 muestran en primer lugar la morfología que presenta la superficie de fractura de la aleación 6Al-4V sin refuerzo.

Como se puede observar tiene una morfología marcadamente dúctil como atestigua la presencia de cúpulas en toda su superficie e intergranular con una superficie irregular. En consecuencia el mecanismo responsable de fallo es el de coalescencia de microcavidades.

La figura 5 revela que las cúpulas dúctiles se hallan alineadas sobre la fase alfa en forma de agujas.

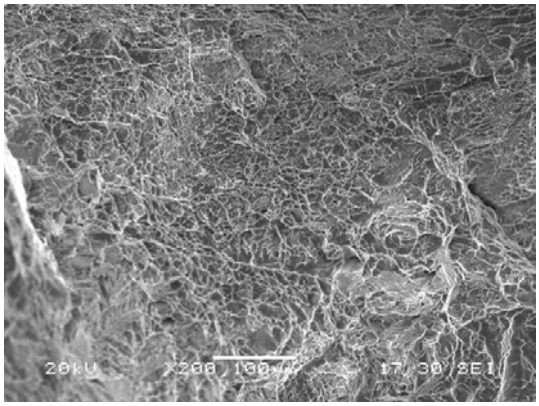


Figura 4: Micrografía electrónica de superficie de fractura Ti64. 200x

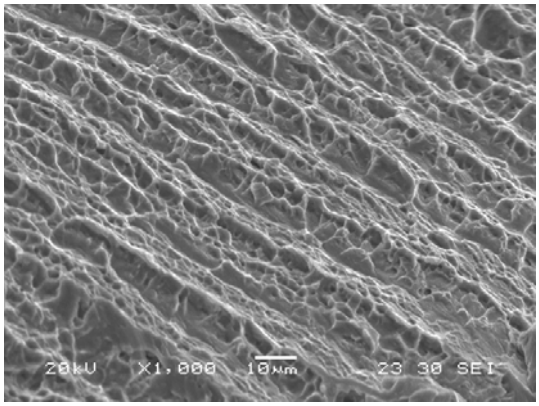


Figura 5: Micrografía electrónica de superficie de fractura Ti64. 1000x

La morfología de la superficie de fractura de las probetas correspondientes al material con refuerzo, figura 6, difieren notablemente de la aleación sin refuerzo. Se puede observar un carácter transgranular de la fractura, debido a la distribución preferente en borde de grano de las partículas de TiB. Aunque se pueden observar facetas frágiles, las zonas de morfología dúctil con cúpulas son claramente mayoritarias marcando el

carácter dúctil del material hallándose de acuerdo con los resultados de tracción obtenidos.

La micrografía de la figura 7 permite observar facetas de clivaje alrededor de las partículas de TiB que aparecen como placas alargadas en la dirección diagonal de al figura, y cúpulas dúctiles entre ambas partículas.

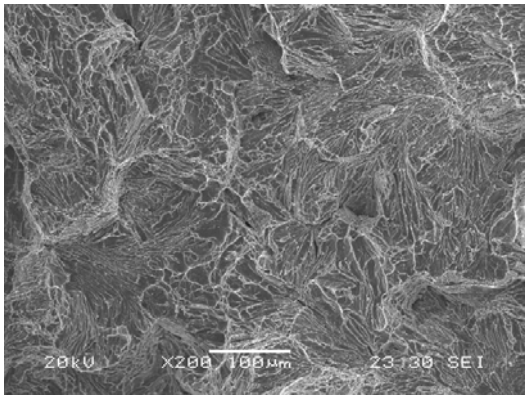


Figura 6: Micrografía electrónica de superficie de fractura Ti/TiB. 200x

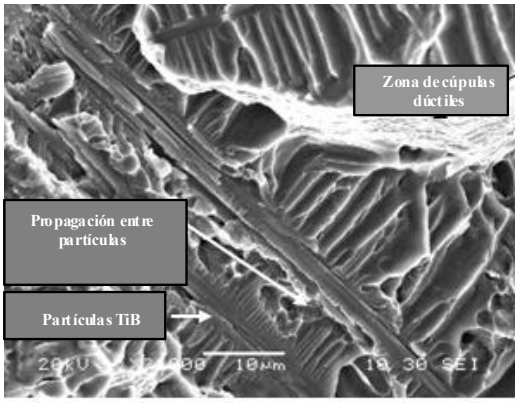


Figura 7: Micrografía electrónica de superficie de fractura Ti/TiB. 2000x

Una vez observadas las probetas en el microscopio electrónico de barrido se procedió a estudiar las probetas metalográficas extraídas de la otra mitad de las mismas para poder observar con más detalle las superficies de fractura y mecanismos operantes.

En las figuras 8 y 9 se puede observar de nuevo la tendencia de las partículas de TiB a situarse en los bordes de grano de la fase beta primaria y como se han producido microgrietas en la intercara partícula/matriz, debido a la diferencia en el comportamiento a tracción de éstas. Se puede observar las partículas de TiB de tonalidad clara situada en las juntas y como se han fractura algunas de ellas bajo los esfuerzos aplicados. Estas microgrietas se propagan fácilmente en la dirección de la interfase matriz/TiB. Es posible observar la decohesión.

La morfología y distribución de las partículas de TiB juegan un papel importante en el origen de las gritas, aunque principalmente en su propagación, ya que están encuentran un lugar preferente en la interfase de la matriz y el TiB.

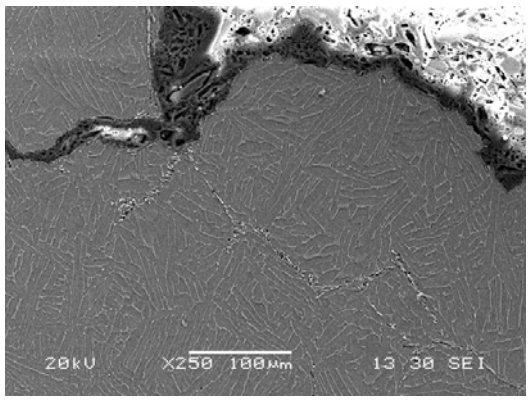


Figura 8: Micrografía electrónica de probeta de tacción Ti/TiB. 250x

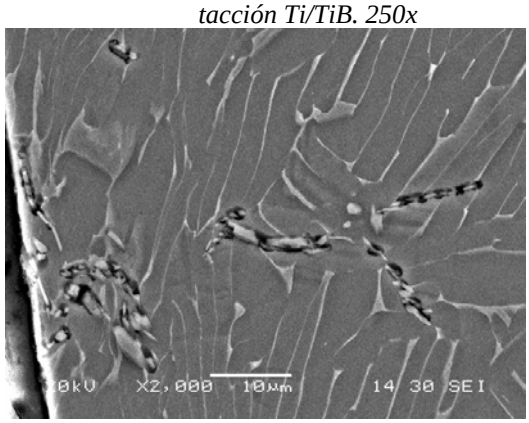


Figura 9: Micrografía electrónica detalle recohesión partículas.Ti/TiB. 2000x

4. CONCLUSIONES

1. Se ha obtenido un material compuesto de matriz titanio levemente reforzado con partículas de TiB obtenidas in situ.

2. La caracterización mecánica muestra una mejora en las propiedades mecánicas del material compuesto frente al material sin reforzar.

3. La mejora en las propiedades mecánicas obtenidas viene directamente relacionada con la mejora en la microestructura obtenida al añadir las partículas de TiB

4. La adición de partículas de TiB a la matriz de Ti6Al-4V ha dado como resultado un afino considerable del tamaño de grano.

5. Los mecanismos de fractura varían entre los dos materiales estudiados, pasando de un comportamiento dúctil del material sin refuerzo, a la presencia de apreciables

porcentajes de fractura por clivaje en el material reforzado.

6. La fractura en el material sin reforzar tiene un carácter transgranular frente al carácter intergranular observado en el material reforzado, dada la tendencia de las partículas a situarse en los bordes de grano de la fase beta primaria.

7. La intercara matriz/refuerzo es el lugar preferente para la iniciación y posterior propagación de la fractura.

5. REFERENCIAS

[1] Materials Properties Handbook, Titanium Alloys. ISBN 0-87170-481-1.

[2] W.O. Soboyejo, R. J. Lederich, T.S. Srivatsan and K. Reede. "Mechanical Properties of damage tolerant TiB whisker-reinforced in situ titanium matrix composites". Intrinsic and extrinsic Fracture Mechanisms in Inorganic Composite Systems. The Minerals Metlas & Materials Society, 1995. 167-182.

[3] Xiaonong Zhang, Weijie LÜ, Di Zhang and Renjie Wu. "In situ technique for synthesis (TiB + TiC)/Ti composites". Scripta Materialia (1999), Vol. 41, Nº1, pp.39-46.

[4] T.M. T. Godfrey, A. Wisbey, P.S. Goodwing, K. Bagnall, C. M. Ward Close. "Microstructure and tensile properties of mechanically alloyed Ti6Al4V with boron additions". Materials Science and Engineering A282 (2000), pp. 240-250.

[5] Weijie Lu, Di Zhang, Xiaonong Zhang and Renjie Wu. "Creep rupture life of in-situ synthesized (TiB+TiC)/Ti matrix composite". Scripta Materialia. 44 (2001) pp.2449-2455.

[6] C. F. Yolton. "The Pre-Alloyed Powder Metallurgy of Titanium with Boron and Carbon additions". JOM, May 2004, pp. 56-59.

[7] S. Abkowitz, H. Fisher, P.J. Schwartz. „CermeTi® discontinuously reinforced Ti-matrix composites: Manufacturing, Properties and applications". JOM, May 2004, pp.37-41.

[8] T. Saito. "The Automotive Application of Discontinuously Reinforced TiB-Ti Composites". JOM, May 2004, pp. 33-36.

[9] Kim Myoung-Gyun, Sung-Si-Young, Kim Young Jig Kim. "Synthesis of in-situ Titanium Carbide Particle Reinforced Titanium Composites". Materials Science Forum (2005) Vols. 475-479 pp. 963-966.

[10] M. García de Cortazar, I.Agote, J.Coleto, M.Gutiérrez, S.L. Kharatyan, A.R. Sargsyan "Production of Ti/TiB master alloy by SHS process for the obtention Ti/TiB composites for the automotive industry". Proceedings Euro PM2005, Prague October 2-5, 2005.

[11]M. García de Cortazar, I. Agote, E. Silveira, P. Egizabal, J. Coleto, and Y. Le Petitcorps. "Titanium Composite Materials for Transportation Applications". JOM (2008), pp.40-46

[12] EN 10002-1:2001, Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at ambient temperature.

TENACIDAD DE FRACTURA DE ACEROS 9CR CANDIDATOS PARA REACTORES DE FUSION Y DE FISION DE IV GENERACION

M. Serrano[1], P. Fernandez[1], J. Lapeña[1]

[1]División de Materiales Estructurales
CIEMAT
Avda de la Complutense 22. 28040 Madrid
E-mail: marta.serrano@ciemat.es

RESUMEN

Los nuevos diseños de reactores de fisión de IV generación y el futuro reactor de fusión prevén unas condiciones de operación y emergencia por encima de las de los sistemas nucleares actuales. Además estos nuevos reactores combinan una alta temperatura de operación, una alta fluencia neutrónica y un medio refrigerante agresivo lo que implica nuevos retos desde el punto de vista de los materiales estructurales. Los aceros de alto cromo (9-12% Cr), desarrollados hace años en los programas de reactores rápidos, se presentan como los candidatos mas firmes para cumplir los estrictos requisitos de estos nuevos sistemas nucleares.

En este artículo se presenta una visión general del uso de los aceros de alto cromo en el campo nuclear y se pretende profundizar en la aplicación de la "Master Curve", desarrollada para los aceros de vasija de reactores convencionales, aplicándola a estos aceros 9Cr. Para ello se presentan resultados de tenacidad de fractura en la zona de transición de varios aceros de este tipo con distintos tamaños de probetas.

ABSTRACT

New fusion and fission reactors for generation IV are envisaged to operate at conditions well above the actual ones for commercial fission reactor. This type of reactor combined a high operation temperature with a high neutron dose and an aggressive coolant, which imply new challenges for structural materials. High Cr steels (9-12% Cr) developed for past fast reactor programs are now aging candidates to fulfill the operational requirements of these new nuclear designs.

In this paper, fracture toughness data of 9Cr steels are presented and a discussion on the applicability of the "Master Curve" to describe the scatter and the dependence of the fracture toughness with the temperature is included.

PALABRAS CLAVE: .Aceros 9Cr, "Master Curve", tenacidad de fractura

1. INTRODUCCIÓN

Los reactores de fusión, de fisión avanzados y las fuentes de espalación para transmutación de residuos radioactivos estarán sometidos a unas condiciones de operación tanto de presión y temperatura como de espectro neutrónico y protónico muy por encima de los reactores comerciales actuales. Estas nuevas exigencias suponen la aplicación de materiales estructurales avanzados capaces de soportar estas condiciones extremas de operación para tiempos largos de operación.

Dentro de la iniciativa GIF lanzada por los EEUU en el año 2000, se plantean reactores de nueva generación (generación IV) que ofrezcan las máximas ventajas en las áreas de sostenibilidad, economía, seguridad y fiabilidad, y de resistencia a la proliferación y protección física, y que permitan su comercialización para el año 2030. Los diseños considerados son: Reactor rápido refrigerado por gas (GCR), Reactor rápido refrigerado por plomo (LFR), Reactor refrigerado por sales fundidas (MSR), Reactor rápido refrigerado por sodio (SFR), Reactor refrigerado por agua supercrítica (SCWR), Reactor de muy alta temperatura (VHTR) [1]. Para estos diseño de IV generación se contemplan los aceros ferrítico/martensíticos (F/M) como material de internos de reactor así como material de vasija a presión, tuberías, etc. Los principales materiales candidatos son los de contenido en cromo entre 9 y 12%, por sus buenas propiedades a altas temperaturas (hasta 650ºC).

Cabe decir que en las instalaciones convencionales, los aceros de alto cromo son habituales en tuberías, como es el T91. Este tipo de aleaciones se consideraron en los años 70 en los programas de los reactores rápidos por su mayor conductividad térmica y menor coeficiente de expansión en comparación con los aceros inoxidables austeníticos. También son consideradas en los programas de fusión como candidatos a primera pared y "blanket" [2]. En el caso de las aplicaciones en los reactores de fusión, se aplica el concepto de baja activación o más correctamente de activación reducida, en la que se sustituyen los elementos químicos que tienen mayor tiempo de decaimiento como son el Mo, Nb, Ni, Cu y N. Así se desarrollaron aleaciones del alto cromo partiendo de las convencionales pero sustituyendo el Mo por W y/o V y el Nb por Ta.

En este artículo se presentan los resultados de tenacidad de fractura de dos materiales 9C%Cr, uno de activación reducida como es el Eurofer'97 y otro convencional denominado EM-10. La tenacidad de fractura se ha obtenido mediante los ensayos de probetas de diferentes tamaños y la técnica de la "Master Curve" (MC) se ha aplicado para realizar la corrección de tamaño y describir la dispersión de los datos**.**

2. EXPERIMENTAL

2.1. Materiales y probetas

Los materiales ensayados son los denominados Eurofer'97 y EM10. El Eurofer'97 es un acero ferrítico/martensítico fabricado en Europa siguiendo las especificaciones de los aceros de baja activación 9CrWTaV, con la siguiente composición química: 0.11C, 8.7Cr, 1W, 0.10Ta, 0.19V, 0.44Mn [3]

El EM10 es un acero 9Cr convencional desarrollado en Francia hace algunas décadas en los programas de reactores rápidos para reducir el hinchamiento producido por la irradiación y mejorar las propiedades de creep y candidato actual a las fuentes de espalación [4]. La composición química es 0.10C, 9Cr, 1Mo, 0.07Ni, 0.49Mn.

Las probetas ensayadas son del tipo compacto de ½" de espesor para ambos materiales. Además, para el Eurofer'97 también se han ensayados probetas de flexión de dimensiones 55 x 10 x 10 mm (PCCV) y 27 x 3 x 4 mm (PKLST)

2.2. La "Master Curve"

La "Master Curve" fue propuesta por Kim Wallin [5] para representar la dispersión de la tenacidad de fractura en la zona de transición de aceros de baja aleación utilizados en las vasijas a presión del reactor. Las claves de esta metodología son las siguientes:

(1) La dispersión de los resultados de tenacidad de fractura en la zona de transición se atribuye a la distribución aleatoria en la microestructura del material de las partículas promotoras de clivaje. Para ajustar esta dispersión se utiliza una distribución de Weibull de tres parámetros.

$$P_f = 1 - exp\left(-\frac{B}{B_0}\left(\frac{K_{JC} - K_{min}}{K_0 - K_{min}} \right)^b \right) \qquad (1)$$

Donde: P_f es la probabilidad acumulada de fractura para un valor de K_{JC}; K_{JC} es la tenacidad de fractura; K_{min} es un valor umbral mínimo de tenacidad; K_0 es el valor correspondiente al 63,2 % de probabilidad; b es la pendiente de la distribución B_0 es un espesor de referencia y B es el espesor de la probeta

(2) El efecto del espesor en la tenacidad de fractura se puede analizar siguiendo la teoría del eslabón más débil. Los modelos basados en esta teoría suponen que probabilidad de fractura es igual a la probabilidad de encontrar una partícula delante de la grieta capaz de iniciar el clivaje. La aplicación de estos modelos permite convertir los valores de la tenacidad de fractura obtenidos mediante el ensayo de probetas de un espesor dado a valores correspondientes a otro espesor diferente.

Para solventar el efecto del espesor en la tenacidad de fractura basta con igualar la probabilidad de fallo para dos probetas, una de espesor B_1 y otra con el espesor de referencia B_0 con lo que la corrección de tamaño viene dada por:

$$K_{JC0} = K_{min} + (K_{JC1} - K_{min})\left(\frac{B_1}{B_0} \right)^{1/4} \qquad (2)$$

Donde K_{JC0} sería la tenacidad de fractura correspondiente al espesor de referencia B_0, obtenida a partir de la tenacidad de fractura K_{JC1} determinada ensayando una probeta de espesor B_1, distinto al de referencia

(3) Es posible observar que la mayoría de los aceros ferríticos tienden a conformar una curva universal de tenacidad de fractura respecto a la temperatura para probetas de 1 pulgada de espesor. Esta curva es de la forma:

$$K_{JC(med)} = 30 + 70exp(0{,}019(T - T_0)) \qquad (3)$$

Donde T_0 se define como la temperatura para la cual la mediana de la tenacidad de fractura para una probeta de espesor 1" es igual a 100 MPa$\sqrt{m}$. Se trata de una temperatura de referencia y es una característica del material..

2.3. Ensayos

La determinación de la MC se encuentra recogida en la norma ASTM E1921 [6], en donde se explica el cálculo de la temperatura de referencia T_0.

Todos los ensayos se han realizado con probetas pre-agrietadas nominalmente a un valor de a_0 de 0.5W ± 0.05 W. Las temperaturas de ensayo se encuentran dentro de la zona de transición. La velocidad ha sido para todos los ensayos de 0.15 mm/min medida como la variación del LVDT con el tiempo. Las probetas se han ensayado en una máquina universal de ensayos MTS de 100 kN.

El valor de la tenacidad de fractura se obtiene a partir de la integral J de la forma:

$$K_{JC} = \sqrt{J_C \frac{E}{1 - \mu^2}} \qquad (4)$$

Donde E es el módulo de elasticidad del material y μ el coeficiente de Poisson.

Un ensayo se considera válido cuando se cumplen las siguientes condiciones: si el valor de K_{JC} es menor que el límite determinado en la norma que es:

$$K_{JC(limite)} = \sqrt{\frac{Eb_0\sigma_{YS}}{30(1-\mu^2)}} \qquad (5)$$

Donde σ_{YS} es el límite elástico del material para la temperatura de ensayo y b_0 es el ligamento resistente de la probeta.

Antes de calcular el valor de T_0, es necesario realizar una corrección de tamaño cuando se realizan ensayos con probetas de espesor diferente al de referencia (25.4 mm) aplicando la expresión:

$$K_{JC(1T)} = 20 + (K_{JC1} - 20)\left(\frac{B_1}{25.4}\right)^{1/4} \qquad (6)$$

Donde K_{JC1T} es la tenacidad de fractura obtenida ensayando una probeta de espesor 1" (25,4 mm).

La determinación de T_0 por el método de multi-temperatura se realiza seleccionando los resultados de tenacidad, una vez realizada la corrección de tamaño, en el rango de temperatura de $T_0 \pm 50$ºC, resolviendo la siguiente ecuación:

$$\sum_{i=1}^{N}\delta_i \frac{exp(0.019(T_i - T_0))}{11+77\,exp(0.019(T_i - T_0))} - \sum_{i=1}^{N}\frac{(K_{JC(i)} - 20)^4\, exp(0.019(T_i - T_0))}{[11+77\,exp(0.019(T_i - T_0))]^5} = 0 \qquad (7)$$

3. RESULTADOS

Los resultados de los ensayos del material Eurofer'97 obtenidos con diferentes probetas se muestran en la siguiente figura. También se puede ver la MC y las bandas de confianza.

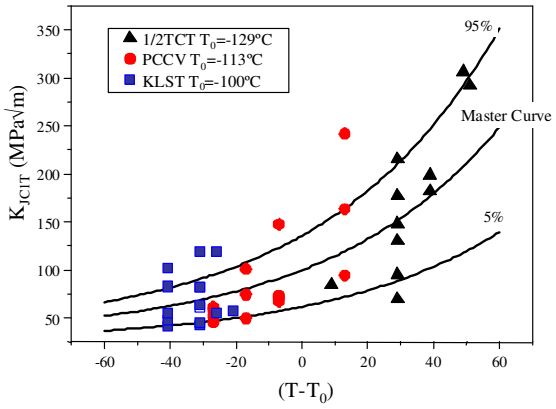


Figura 1.- Resultados de tenacidad de fractura del material Eurofer'97 con diferentes geometrías de probetas

Para el material EM10, el valor de T_0 es de -148 ºC. En la siguiente figura se muestran los resultados de los ensayos con la "Master Curve" y bandas de tolerancia del 95% y 5%

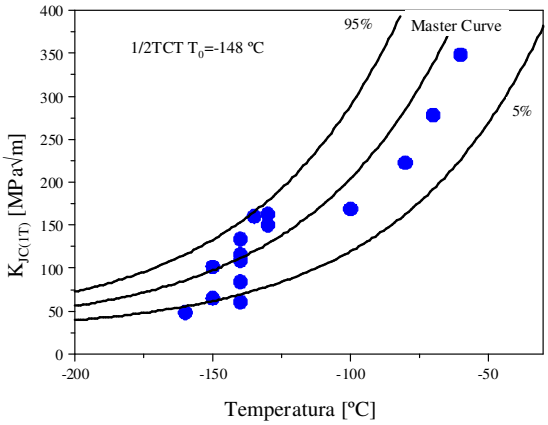


Figura 2.- Resultado de los ensayos de tenacidad del material EM10 con probetas 1/2TCT

4. DISCUSION

La aplicación de la MC para el análisis de los resultados de tenacidad de fractura de los aceros de alto Cr está actualmente en debate. El fundamento físico de la MC sugiere que puede ser aplicable a una gran variedad de aceros ferríticos incluyendo los F/M siempre y cuando la fractura sea por clivaje. Numerosos autores han aplicado esta técnica con conclusiones diferentes.

Una de las primeras aplicaciones de la MC en aceros F/M corresponde al material F82H mod. Este acero se empezó a investigar en los programas de fusión conjuntos entre el DOE norteamericano y el JAEA japonés. Es un acero de activación reducida de composición 8Cr-2W-V-Ta y fue ampliamente caracterizado en un ejercicio de intercomparación de la IEA (International Energy Agency). Los resultados publicados por Odette en 2004 [7] pueden verse en la Figura 3 junto con la "Master Curve" y las bandas de confianza del 5% y 95%.

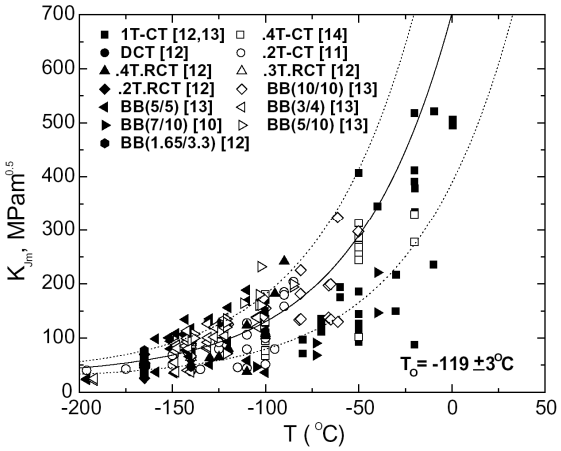


Figura 3.- tenacidad de fractura del F82H. resultados del IEA [7]

Como puede verse en esta figura, existen numerosos resultados de baja tenacidad, lo que implica que la banda de confianza del 5% en realidad no es un límite inferior.

Sokolov [8] también ha realizado ensayos de tenacidad de fractura de este material en la zona de transición con diferentes tamaños de probetas compactas. El valor de T_0 calculado es de -105ºC ± 6.8ºC aunque los datos presentan una gran dispersión, estando un 30% de los datos fuera de las bandas de confianza del 5% y 95%. Este autor atribuye esta gran dispersión a una falta de homogeneidad del material. Todas las probetas fueron examinadas fractográficamene y no se encontraron evidencias de fractura intergranular. Claramente la dispersión de la tenacidad de fractura del material F82H mod. es mayor que la predicha por la MC pero esto no invalida su uso para materiales F/M puesto que se pueden aplicar variaciones de la "Master Curve" para el tratamiento de poblaciones in-homogéneas [9]

Algunos autores apuntan a que la forma de la MC no es correcta para aceros F/M. Así Bonadé [10] propone una modificación de la MC cambiando la pendiente de 0,019 a 0,04. Lucón [11] también apoya esta teoría de una pendiente más pronunciada para la variación de la tenacidad de fractura con la temperatura que la predicha por la MC. Estos dos autores se apoyan para esta conclusión en el análisis de datos de tenacidad de fractura obtenidos con probetas de pequeño tamaño, para las cuales se produce un pequeño crecimiento de grieta dúctil antes de la fractura por clivaje. Chaouadi [12] apunta que este pequeño crecimiento de grieta que precede a la fractura por clivaje es lo que provoca que la pendiente de la curva patrón varíe, así sugiere que la curva patrón es válida para caracterizar la tenacidad de fractura de los aceros F/M siempre y cuando la fractura sea de clivaje puro. Spatig [13] también apoya esta idea de la validez de la curva patrón para aceros F/M.

Chaouadi [14] ha realizado también ensayos de tenacidad de fractura de los materiales presentados en este artículo. Los valores de T_0 son del orden de los aquí presentados, como puede verse en la Figura 4

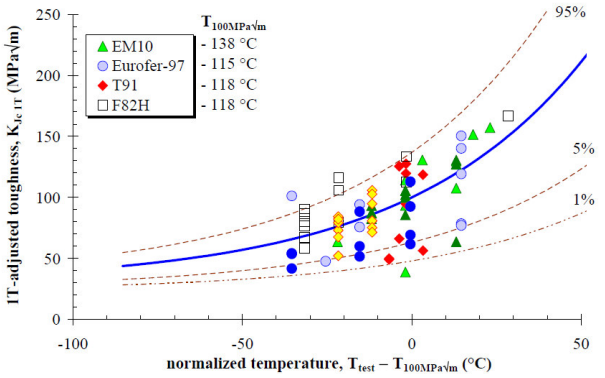


Figura 4.- Ensayos de tenacidad de fractura y MC de aceros F/M del SCK CEN [14]

En cuanto a la forma de la MC, los ensayos del CIEMAT con el material EM10, ver Figura 2, puede decirse que es adecuada, hecho confirmado con los ensayos a mayor temperatura. Si se calcula la pendiente de la curva ajustada por mínimos cuadrados a los datos resulta un valor de 0.017, muy cercano a la de la MC que es de 0.019.

Los resultados del CIEMAT para el material Eurofer´97 están de acuerdo con los publicados en la literatura, en cuanto a los valores de T_0 obtenidos, siendo la dispersión mayor que la predicha por la MC. Las causas de esta alta dispersión pueden atribuirse a: (a) una no-homogeneidad del material, tal y como ya se ha discutido anteriormente, (b) a que la pendiente de la distribución de Weibull es menor que 4, cosa que es lógica cuando el número de probetas ensayadas es pequeño [15]; ó (c) a un efecto del tamaño de la probeta. Esta última causa es la más probable en el caso del material Eurofer´97.

Para el material Eurofer 97 el valor de T_0 obtenido mediante las probetas de menor tamaño (KLST) es mayor que el obtenido con probetas mayores. Esto significa que las probetas KLST dan una tenacidad menor, contrariamente al conocido efecto del tamaño de las probetas en la tenacidad de fractura. Sin embargo si se toman los valores de T_0 con su incertidumbre asociada, el valor de T_0 obtenido con probetas KLST y PCCV no puede ser considerado estadísticamente diferente.

Esta misma tendencia ha sido observada por Wallin [16]. A partir de un amplio estudio de la aplicabilidad de probetas de pequeño tamaño para aceros de vasija y F/M, como el F82H, Wallin concluye que las probetas KLST suministran valores mayores de T_0 que las probetas PCCV y lo atribuye al hecho de que la tenacidad de fractura obtenida con estas probetas está localizada en la zona inferior de la zona de transición, puesto que de no ser así el número de valores inválidos sería inaceptable, y por lo tanto representan al material más frágil. Kasada [17] también observa la misma tendencia de menor tenacidad con menor tamaño para aceros F/M de activación reducida. En este caso el valor de T_0 obtenido con probetas de tipo compacto de 1/4" de espesor es más de 15ºC mayor que el obtenido con probetas compactas de ½" de espesor. Nanstad [18] también reporta un valor de T_0 hasta 18ºC mayor obtenido con probetas compactas de 5 mm de espesor comparado con probetas mayores para un acero 9Cr-1MoV.

La determinación de T_0 mediante probetas de muy pequeño tamaño presenta ciertas dificultades técnicas. Siguiendo los requisitos de la norma ASTM E1921, el requisito de tamaño, reflejado en la ecuación 3, más el criterio de rango de temperatura forman una ventana de validez que se presenta esquemáticamente en la Figura 5, fuera de la cual se encuentran los datos inválidos que se tratan como censurados.

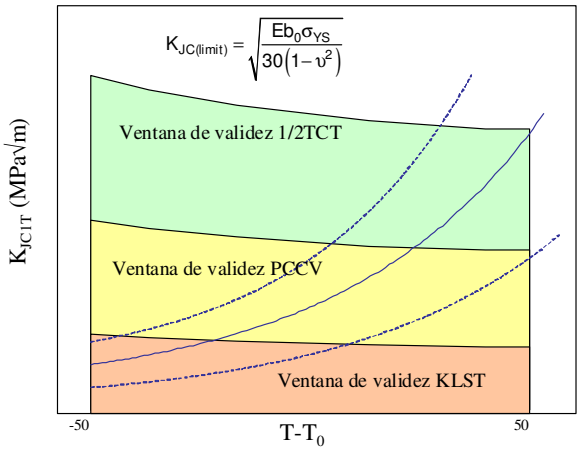


Figura 5.- Ventana de validez para la "Master Curve"

El tamaño y geometría de la probeta influye en la ventana de validez bajando el límite superior para probetas con menor valor de ligamento resistente b_0. Esto significa que los valores de tenacidad mayores tienen que ser censurados y para obtener un mayor número de datos válidos la temperatura de ensayo se tiene que bajar. De esta forma los ensayos se realizan en la parte baja de la zona de transición en donde la MC es una estimación conservativa de la tenacidad. Por otra parte, la dispersión de los datos de probetas más pequeñas es mayor, puesto que las probetas menores son más sensibles a las no-homogeneidades macroscópicas.

Por lo tanto es recomendable aumentar el número de ensayos cuando se va a determinar la MC con probetas KLST para aumentar el número de ensayos válidos.

Otras disquisiciones acerca del efecto de la geometría (probeta de flexión. vs. probeta compacta) en el valor de T_0 no son objeto de discusión en este artículo puesto que los resultados experimentales son contradictorios con las teorías de pérdida de constricción y se necesita profundizar más en este aspecto en los aceros F/M.

5. CONCLUSIONES

Analizando los resultados de tenacidad de fractura de aceros de alto cromo obtenidos en este trabajo, y teniendo en cuenta los datos de la literatura, se puede concluir que:

- La "Master Curve" parece adecuada para describir la dependencia de la tenacidad de fractura con la temperatura de aceros de alto Cr.

- En algunos casos, la dispersión de los resultados es mayor que la predicha por la "Master Curve", pero se pueden aplicar las modificaciones de esta técnica para materiales no homogéneos. Este es el caso del material del IEA F82H.

- Cuando se obtenga el valor de T_0 mediante el uso de probetas de pequeño tamaño, es recomendable aumentar el número de ensayos.

6. REFERENCIAS

[1] A Technology Roadmap for the Generation IV Nuclear Energy Systems" GIF-002-00, US DOE Nuclear Energy Research Advisory Committee and the Generation IV International Forum, December 2002

[2] Klueh R.L., Harries D.R. "High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear application", ASM Monograph 2001

[3] P. Fernandez, A.M. Lancha, J. Lapena, and M. Hernandez-Mayoral, "Metallurgical characterization of the reduced activation ferritic/martensitic steel Eurofer-97 on as-received condition", Fusion Engineering and Design, 58-59, 2001, pp. 787-792.

[4] G. Diego, M. Serrano, F.J. Perosanz, and A.M. Lancha, "Mechanical properties of conventional 9Cr steels before irradiation", CIEMAT Report, SPIRE Project, DFN/ME-28/IE-01, December, 2001.

[5] Wallin, K., "The scatter in K_{IC} results", Engineering Fracture Mechanics 19(6), 1984

[6] ASTM Standard E1921-05, "Test method for determination of reference temperature, To, for ferritic steels in the transition range," Annual Book of ASTM Standards, Vol. 03.01, American Society for Testing and Materials, West Conshohoken.

[7] Odette, G. R., et al. "A master curve analysis of F82H using statistical and constraint loss size adjustments of small specimen data." Journal of Nuclear Materials 329-33 (2004): 1243-47.

[8] Sokolov, M.A., Tanigawa, H., "Application of the master curve to inhomogeneous ferritic/martensitic steel", Journal of Nuclear Materials 367-370 (2007) 587-592

[9] Viehrig, H-W., Scibetta, M., Wallin, K., "Application of advanced master curve approaches on WWER-440 reactor pressure vessel steels" International Journal of Pressure Vessels and Piping 83 (2006) pp 584-592

[10] Bonade R., Spätig P. and Baluc N., "Fracture toughness properties in the transition region of the Eurofer97 tempered martensitic steel" Journal of Nuclear Materials, 367, 581-586 (2007)

[11] Lucon, E., "A closer look at the fracture toughness of ferritic/martensitic steels", Journal of Nuclear Materials 367-370 (2007) pp 575-580

[12] Chaouadi R., "On the (in)adequacy of the Charpy impact test to monitor irradiation effects of ferritic/martensitic steels", Journal of Nuclear Materials, 360 (2007), p. 75-91

[13] Spatig P.. "Status of European R&D in the field of SSTT". International Symposium on Fusion

Reactors Materials Development, Julio 10-12, 2006. Tokyo. Japón.

[14] Chaouadi, R., “Flow and Fracture Behavior of 9%Cr-Ferritic/Martensitic Steels”, SCK CEN Report SCK•CEN-R-4122 (2005)

[15] "Validation of Master Curve Fracture Toughness Methodology for RPV Integrity Assessment," EPRI Technical Report, PWRMRP-26, December 2000.

[16] Wallin, K., Planman, T., Valo, M., and Rintamaa, R., "Applicability of miniature size bend specimens to determine the master curve reference temperature T0", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 68(11), pp. 1265-1296, (2001).

[17] Kasada, R., Ono, H., and Kimura, A., "Small specimen test technique for evaluating fracture toughness of blanket structural materials", Fusion Engineering and Design, Vol. 81(8-14), pp. 981-986, (2006).

[18] Nanstad, R. K., and Sokolov, M.A., “Fracture Toughness Vis-à-vis the Master Curve for Some Advanced Reactor Pressure Vessel and Structural Steels”, European Congress on Advanced Materials and Processes Prague, Czech Republic, EUROMAT 2005.

An analysis of void growth using discrete dislocation dynamics

J. LLorca, **J. Segurado**,

Departmento de Ciencia de Materiales, Universidad Politecnica de Madrid & Instituto Madrileno de Estudios Avanzados en Materiales (IMDEA-Materiales) ETS de Ingenieros de Caminos, 28040 Madrid, Spain
E-mail: jllorca@mater.upm.es

RESUMEN

El crecimiento de huecos en un metal controla la ductilidad del material. El crecimiento se produce por la deformación plástica de la matriz metálica que rodea el hueco y, debido al tamaño micrométrico de éste, esta deformación plástica presenta un efecto del tamaño que debe tenerse en cuenta en la simulación del fenómeno.

En este artículo, el crecimiento de un hueco en un monocristal aislado se ha estudiado mediante dinámica de dislocaciones discretas en dos dimensiones. Las simulaciones están basadas en el modelo de Van der Giessen and Needleman [1], extendido por los autores para el caso de dominios no convexos mediante la introducción de elementos finitos con discontinuidades fuertes embebidas [2]. Monocristales de forma cuadrada y tamaños entre 0.5 μm y 2.5μm con un poro cilíndrico en su centro ocupando un 10% del área fueron deformados de forma biaxial bajo condiciones de deformación plana para estudiar el efecto del tamaño. Además, se aplicó tracción uniaxial en diferentes direcciones cristalográficas para estudiar el efecto de la orientación del cristal. Se han encontrado dos efectos del tamaño, uno en el límite elástico y endurecimiento, del tipo "más pequeño más resistente" y otro en la velocidad de crecimiento del hueco, del tipo' "más pequeño más lento". Además se ha encontrado un importante efecto de la orientación del cristal respecto a la dirección de la carga aplicada en caso de tracción uniaxial, tanto en el comportamiento mecánico como en la velocidad de crecimiento del hueco.

ABSTRACT

Void growth in metals controls the overall ductility of the material. The growth is produced by the plastic deformation of the matrix sourrounding the void, and because of the micron size of the void, this plastic defomation presents a size effect that has to be taken into account in the simulations.

In this paper, the growth of a void in isolated single crystal was studied using two-dimensional discrete dislocation dynamics. The simulations were based on the methodology developed by Van der Giessen and Needleman [1], which was extended by the authors to non-convex domains through the use of finite elements with embedded discontinuities [2]. Square single crystals (in the range 0.5 μm to 2.5 μm) with an initial void volume fraction of 10% were deformed under plane strain conditions and applying biaxial deformation in order to account size effect. In adittion, uniaxial load was applied in different crystalographic directions in order to check the effect of lattice orientation. Two size effects were found, one on the initial flow stress and strain hardening rate of the voided crystal ("smaller is stronger") and another on the void growth rate ("smaller is slower"). A big effect of lattice orientation with respect to the applied load in uniaxial traction was also found in both mechanical behavior and void growth rate.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Métodos numéricos.

PALABRAS CLAVE: Plasticidad, dinámica de dislocaciones,elementos finitos.

1 INTRODUCTION

Ductile failure in metals normally takes place by the nucleation, growth and coalescence of micron-sized voids. Once the void has been nucleated by debonding or cracking of a second-phase particle or inclusion, the stress concentration at the stress-free void surface enhances plastic flow around the void, which undergoes volumetric growth and shape change. Overall ductility is mainly controlled by the evolution of the void growth from the nucleation stage up to the point at which fracture is triggered by the sudden coalescence of neighboring voids into a crack. The first model of void growth was due to Rice and Tracey [3], who computed the shape changes during deformation of a spherical void embedded in an infinite matrix of a rigid-plastic non-hardening material. Many analytical models and numerical simulations have been developed afterwards to account for the effect of different factors on void growth, including strain hardening capacity and sensitivity of the ductile matrix, stress triaxiality, void shape and spatial distribution, plastic anisotropy of single crystals, etc. [4, 5, 6, 7, 8]. These analyses were carried out in the framework of classical continuum plasticity, and cannot predict any intrinsic effect of the void

size on growth rate.

Nevertheless, there is compelling experimental evidence of a size effect on the resistance to plastic flow when the characteristic dimension of the problem (i.e. void diameter) or of the zone subjected to plastic deformation is in the range of a few μm [9, 10, 11]. This size effect can be taken into account through non-local plasticity theories, which are mainly based on strain gradient plasticity (SGP) formulations, and these have been used to analyze the influence of void diameter on void growth rate [12, 13, 14, 15]. These models consistently predict a reduction in void growth rate for smaller voids but quantitative estimations depend on the magnitude of intrinsic length scale included in the strain gradient plasticity formulation which has to be obtained by fitting to experimental results. Nevertheless, to the authors' knowledge, reliable experimental data on growth rates for micro-sized voids are not available. As a result, the accuracy of these quantitative predictions remains unknown.

Another solution for this limitation can be obtained from "virtual tests", in which the mechanical response of a voided crystal is simulated using discrete dislocation dynamics (DDD). Hussein *et al.* [16] provided estimations of the intrinsic length scale in the strain gradient plasticity model for a periodic array of rectangular voids subjected to biaxial tension and pure shear by fitting the predictions for the flow stress with those obtained through DDD. Excellent agreement between SGP and DDD was obtained in terms of the plastic deformation patterns for different slip system orientations and void volume fractions with an intrinsic length scale of 0.325 μm but no predictions of void growth were reported, and this is the focus of this paper. Using the DDD framework developed by the authors [2], a bi-dimensional study of the void growth is made using a cylindrical void embedded in a square single crystal for different void and crystal sizes. The effect of lattice orientation respect to the applied load has also been studied.

2 Numerical simulation strategy

The numerical simulation of the growth of a cylindrical void within a single crystal is carried out within the framework of DDD developed by Van der Giessen and Needleman [1]. This strategy was extended by the authors to non-convex domains through the use of finite elements with embedded discontinuities [2] and it is briefly recalled here. The model considers an elastic, isotropic crystal of dimensions $L \times L$ with a void of radius R at the center (Figure 1). Plane strain conditions are assumed in the x_1- x_2 plane (corresponding to crystalogrphic plane $(\bar{1}10)$ and the crystal contains several slip systems made up of families of parallel slip planes with different orientations.

Dislocations are represented by linear singularities perpendicular to the crystal plane with Burgers vector $\mathbf{b}$ whose modulus is given by b. Dislocation dipoles can be nucleated at discrete points randomly distributed on the slip planes, which mimic the behavior of Frank-Read sources in 2D, the Burgers vectors $\pm\mathbf{b}$ being parallel to the slip plane direction. Nucleation occurs when the magnitude of the resolved shear stress at the source τ exceeds a critical value τ_{nuc} over a period of time t_{nuc}. The distance between the two new dislocations, L_{nuc}, is given by

$$L_{nuc} = \frac{E}{4\pi(1-\nu^2)}\frac{b}{\tau_{nuc}} \tag{1}$$

so that the resolved shear stress balances the attractive forces between them.

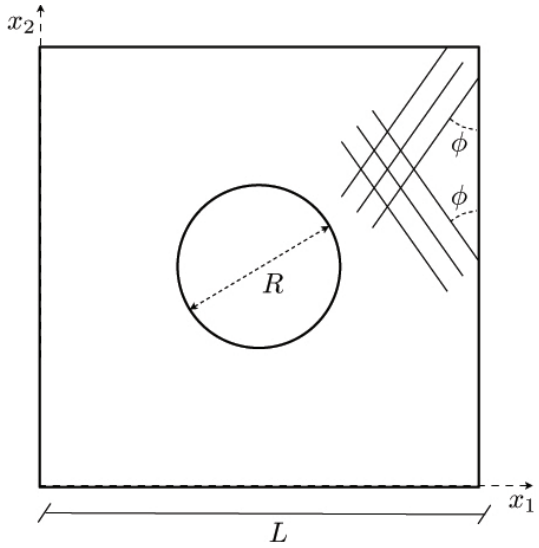


Figure 1: Schematic of the boundary value problem for the analysis of void growth in a single crystal. See text for details

Once generated, dislocations slip in their respective glide planes, and the speed v_i of dislocation i is given by

$$v_i = \frac{\tau_i\, b}{B} \tag{2}$$

where τ_i stands for the projection of the Peach-Koehler force acting on the dislocation i in the sliding direction and B is the drag coefficient. Moreover, two dislocations of different sign gliding on the same slip plane are annihilated when they cross each other or if they fall within a distance L_{anh} = 6b. Finally, if a dislocation exits the crystal, the dislocation is deleted from the simulation and a displacement jump of b/2 is introduced along the slip plane.

The shear stress component of the Peach-Koehler force acting on the ith dislocation, located on a glide plane with unit normal $\mathbf{n}$ and unit tangent vector $\mathbf{m}$, can be obtained by projecting the stress at the location of the dislocation according to

$$\tau_i = \mathbf{m} \cdot \left(\hat{\boldsymbol{\sigma}} + \sum_{j \neq i} \tilde{\boldsymbol{\sigma}}_j^j \right) \cdot \mathbf{n} \,. \qquad (3)$$

where $\tilde{\boldsymbol{\sigma}}_j^j$ stands for the stress due to the jth dislocation and it is computed analytically from the expressions for the stress field induced by an edge dislocation on an infinite, elastic and isotropic continuum. It is necessary to add the field $\hat{\boldsymbol{\sigma}}$ which includes the effect of the image forces induced by the crystal boundaries on the dislocations, to this contribution. At a given stage of loading, the stress and strain fields in the crystal are obtained by the superposition of the two fields, the first one given by the sum of those induced by the individual dislocations in the current configuration and the second one that corrects for the actual boundary conditions. This term is computed by solving a linear elastic boundary value problem using the finite element method with the appropriate boundary conditions, as detailed in [1, 17].

The deformation process of the crystal is solved in an explicit incremental manner, using an Euler forward time-integration algorithm for the equations of motion. Once the new positions of all dislocations at time t have been computed, new dislocations are generated at the sources according to (1) and dislocation pairs of opposite sign in the same slip plane are annihilated when they are within L_{anh}. The boundary conditions for the linear elastic boundary value problem are computed from the new dislocation structure and the applied displacements for time $t + \delta t$. The resolved shear stresses on the dislocations are computed according to (3) from the fields induced by the dislocations and the solution of the boundary value problem. Then, the velocities of the dislocations are obtained from the corresponding resolved shear stress, as given by (2). The new positions are computed from these velocities and the dislocations that meet an obstacle are pinned if the resolved shear stress is below τ_{obs}. More details about the numerical implementation of the model can be found in [17, 2]. It should be noticed that the current version of the program has been parallelized to improve performance in multiprocessor shared-memory computers.

3 RESULTS

The model described in the foregoing section was applied to simulate the mechanical response of an isolated square single crystals with different sizes, (side length of the single crystal, L, ranging from 0.5 μm to 2.5 μm) with a cylindrical void at the center, covering 10% of the crystal area (Figure 1). The crystal was made up of a linear elastic, isotropic solid, characterized by its shear modulus μ = 26.32 GPa and Poisson's ratio ν = 0.33. The modulus of the burgers vector was 0.25 nm, the source densisty 150 μm^{-2} and activation mean stress of the sources was 50 MPa. The rest of the numerical parameters are taken from previous studies [17, 18].

3.1 *Study of the size effects*

For this section, two slip systems are considered oriented at angles $\phi = \pm 35.25°$ with respect to the main loading axis x_2 (see Fig. 2). This orientation corresponds to a planar model of a FCC crystal in which the x_2 corresponds to the [001] direction and ϕ stands for the angle between the x_2 axis and the $[1\bar{1}2]$ orientation [19].

In this study and for the sake of brevity, only biaxial deformation is considered, being this the case where voids grow faster with the applied deformation and size effects are maximal [3]. The averaged σ_{22} - ϵ_{22} curves obtained under biaxial deformation are plotted in Fig. 2 for each crystal size.

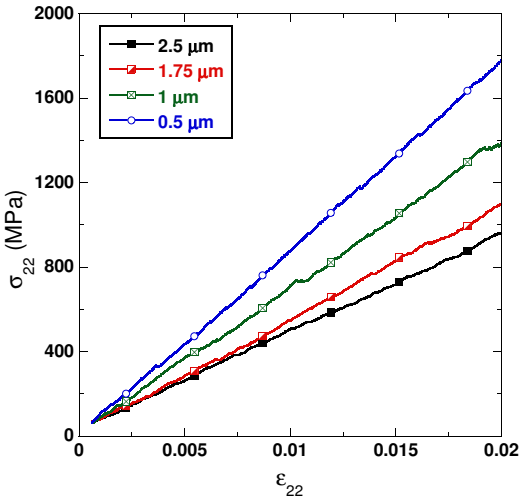


Figure 2: Effect of the crystal size on the mechanical response of voided crystals. Biaxial deformation (ϵ_{11} = ϵ_{22}).

The crystals were initially free of dislocations and the initial response was linear elastic and independent of size, as the domains were geometrically homotetic. Non-linear deformation was triggered by the nucleation of dislocation dipoles at the sources, which moved along their corresponding slip planes. The point where the crystals start their inelastic deformation for each crystal was slightly dependent on crystal size following a size-effect of the type *smaller is stronger*. This first size effect comes about because the number of sources available to generate dislocations decreases with size as the source density is constant, and it is amplified by the inhomogeneous stress state within the voided crystal because the maximum resolved shear stresses on the slip planes are localized in a small region sourrounding the voids. The onset of plasticity is controlled by the source with the lowest critical resolved shear stress for nucleation located in the high stress region, and this magnitude increases by statistical reasons as the number of sources decreases in smaller specimens.

Once dipoles have been nucleated at the sources, dislo-

cation slip takes place until the dislocations reach the central void or the crystal boundary. The former exit the domain and lead to a step on the surface. The latter are stopped at the boundary and form dislocation pile-ups. These pile-ups reduce the mobility of dislocations and generate a back stress which also reduces the activity of the sources, and both factors were responsible for the strain hardening of the voided crystals after yielding. The resulting dislocation structure at a far-field applied strain of 2% for the largest 2.5 μm crystal is plotted in Fig. 3. The figure shows that the dislocation activity is concentrated in a discrete number of slip planes containing sources that can generate dislocations, leading to the localization of the plastic deformation in these planes.

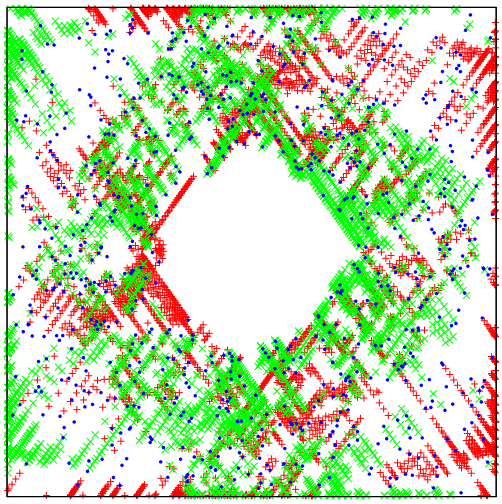


Figure 3: Dislocation patterns at a far-field strain of 2% in the voided crystals subjected to biaxial deformation, L = 2.5 μm. Green and red crosses stand for dislocations of different sign while dots represent the position of the sources.

Although the deformation micromechanisms are equivalent in large and small crystals, the strain hardening rate increased as the size decreased, leading to a marked size effect (Fig 2). This behavior is related to the evolution of the dislocation density ρ with the applied strain which increased more rapidly in smaller crystals indicating a higher number of dislocations within the pile-ups that lead to a increase in the crystal flow stress.

The global deformation of the different crystals have an elastic and plastic contribution, and the higher strain hardening of the smaller samples suggests a higher contribution of the elastic deformation in theses crystals. This fact has been proved by unloading the crystals and observing than the recovered strain (elastic) was bigger in the smaller samples.

The effect of the crystal size on the void growth rate was studied computing the area of the void from the displacements of the nodes at the void surface at different stages of the simulation. The increase in the actual area divided by the initial void area, ϵ_v, was plotted as a function of the applied strain for the crystals with different size subjected to biaxial deformation (Fig. 4).

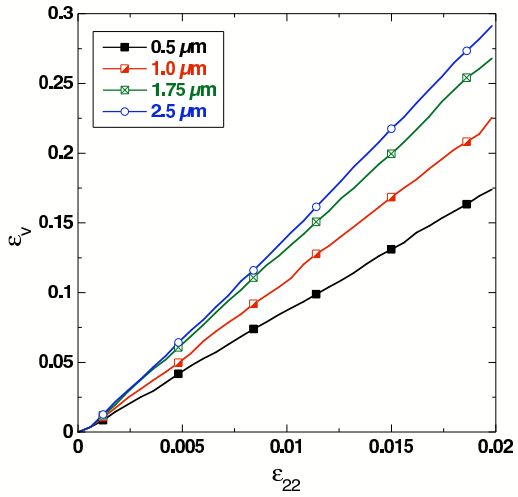


Figure 4: Evolution of the void area (divided by the initial void area), ϵ_v as a function of the applied strain, ϵ_{22} for crystals of different size. Biaxial deformation (ϵ_{11} = ϵ_{22})

The void growth curves under biaxial deformation did show a clear size effect of the type "larger is faster". The origin of this size effect can be explained by taking into account that the total volumetric strain (given by ϵ_{11} + ϵ_{22}) is the addition of the volumetric elastic strain and the growth of the void, because the plastic deformation only induces shear strains. As explained in the previous section, the smaller the crystal the higher the elastic stresses and thus the contribution of the volumetric elastic strains to ϵ_{11} + ϵ_{22} is also smaller. As a result, the contribution of void growth to the total volumetric strain increased with size leading to the size effect on void growth depicted in Fig 4.

3.2 Effect of lattice orientation

The square single crystal with L=2.5μm used in previous section is loaded here along different directions in order to check the effect of lattice orientation. Three slip systems are considered, forming angles $\phi = \pm 35.25°$ and $90°$ with respect to the direction $[001]$. As in the previous section, the $x_1 - x_2$ plane represents the crystalographic plane $(\bar{1}\ 1\ 0)$, but in this section, the crystal orientation is rotated and the loading direction, x_2, is oriented parallel to different directions included in the plane $(\bar{1}10)$: $[001]$, $[\bar{1}12]$, $[\bar{1}11]$ and $[\bar{1}10]$. The simulations were carried out under uniaxial tension (σ_{11}=0), because it has been observed and corroborated in the literature [7] that under higher triaxiliaties, the effect of lattice orientation on void growth and mechanical behavior is much smaller.

The stress-strain curves (σ_{22} - ϵ_{22}) of the voided crystals deformed under uniaxial tension are plotted in Fig. 5.

Each curve corresponds to one of the four lattice orientations and is the average of three simulations obtained with different distributions of the sources within the crystal.

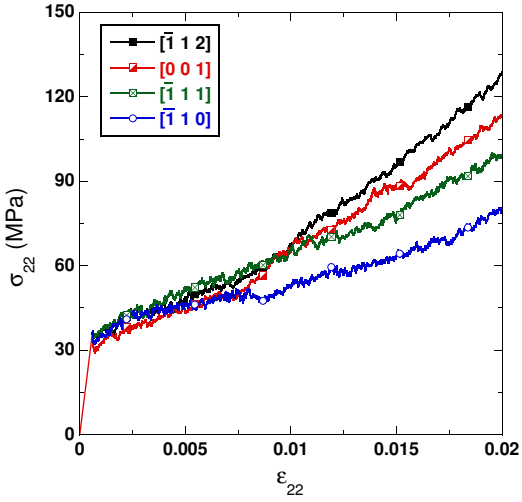


Figure 5: Averaged $\sigma_{22} - \epsilon_{22}$ curves of the voided crystal under uniaxial traction for the different orientations.

The differences found in the hardening rate can be explained in terms of a number of factors. Low hardening was found in orientations in which the most active slip planes (high Schmidt factor) were in regions where the elastic stresses levels were high and had free surfaces (that attract dislocations) at both ends of the slip planes. However, higher stresses have to be applied if the most active slip planes have to pass above and below the void (precisely the region where the applied stresses are minimum) and ended at the upper or lower crystal surfaces, where the image forces due to the imposed displacement repel the dislocations.

The lattice orientation have also an effect in the void growth rate, and in order to investigate this effect, the area of the void was computed at different instants of the simulation and plotted on Fig. 6.

The physical mechanisms of plastic deformation in uniaxial tension changed with the crystal orientation and this led to the changes observed in growth rates. In general, the hardest orientations ($[\bar{1}12]$ and $[001]$) presented the highest growth rates while the voids grew slower in the softest orientations ($[\bar{1}11]$ and $[\bar{1}10]$). The differences in growth rates between both groups were of the order of 2, although the overall growth rate under uniaxial tension was small. This behavior (stronger crystals led to higher growth rates) was opposite to the one found in previous section where the smaller crystals presented the highest flow stress and the lowest void growth rate. The reason is that in the former case, the behavior was related to the build-up of elastic stress as the crystal size decreased because the total number of dislocations available in the smallest crystals was limited by crystal size and source density.

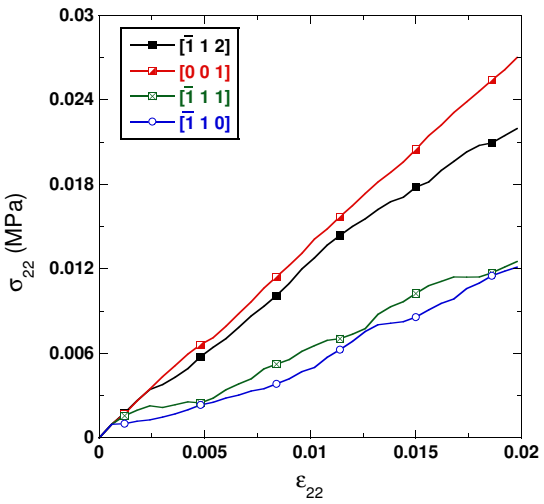


Figure 6: Evolution of the void area (divided by the initial void area), ϵ_v, as a function of the applied strain, ϵ_{22} for crystals with different lattice orientations under uniaxial tension ($\sigma_{11} = 0$).

On the contrary, when the crystal size is maintained and only the orientation changes, the level of elastic stresses found was very similar. The plastic deformation was localized in different slip systems for each orientation and they contributed differently to the changes in the crystal and void shape. While the void elongation in the x_2 direction was similar for all lattice orientations (it was mainly imposed by the imposed deformation along this axis), the deformation of the equator of the void depended on the orientation of active slips systems and their interaction with the lateral free surfaces. Overall, the $[\bar{1}12]$ and $[001]$ crystal orientations which induced higher dislocation densities (and thus stronger crystals) also led to higher void growth rates.

4 CONCLUSIONS

The effect of the crystal size and lattice orientation on the mechanical behavior of a single crystal with a central cylindrical void (with initial size corresponding to 10% of the crystal area) was studied using a two-dimensional discrete dislocation dynamics framework. Four different crystal sizes (in the range 2.5 μm to 0.5 μm) were analyzed to account for the size effects, and four different orientations with respect to the applied load were used to investigate the effect of lattice orientation.

Biaxial deformation was applied to the cells of different sizes and it was found that the initial yield stress and strain hardening rate increased as the size decreased, although for different reasons. The initial yield stress was controlled by critical resolved shear stress for nucleation of the sources sourrounding the void and this magnitude increases by statistical reasons as the number of sources decreases in smaller specimens. The size effect on strain hardening was due to the combination of two different mechanisms. Firstly, the dislocation density increased

more rapidly as the crystal size decreased which resulted in a higher strain hardening rate. Secondly, the total number of dislocations available in the smallest crystals was limited by crystal size and source density, and the applied strain has to be partially absorbed through elastic deformation, leading to another contribution in the hardening rate. The effect of void size on void growth rate was also examined and a clear size effect of the type "smaller is slower" was found. This behavior was expected and predicted by strain gradient plasticity models but it was confirmed for the first time in these dislocation dynamics simulations.

Respect to the effect of lattice orientation, crystals loaded in uniaxial tension along the $[001]$ and $[\bar{1}12]$ directions were stronger and presented higher growth rates than those deformed in $[\bar{1}10]$ and $[\bar{1}11]$. Low hardening and void growth rates were found in orientations in which the most active slip planes (high Schmidt factor) were in regions where the applied stresses were high and had free surfaces (that attract dislocations) at both ends of the slip planes. However, higher stresses has to be applied if the most active slip planes have to pass above and below the void (precisely the region where the applied stresses are minimum) and ended at the upper or lower crystal surfaces, where the image forces due to the imposed displacement repel the dislocations.

REFERENCES

[1] Van der Giessen E, Needleman A, Discrete dislocation plasticity: A simple planar model, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 3, 689 (1995)

[2] I. Romero, J. Segurado, J. LLorca, Dislocation dynamics in non-convex domains using finite elements with embedded discontinuities, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 16 (2008) 035008.

[3] J. R. Rice, D. M. Tracey, On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 17 (1969) 201–217.

[4] A. L. Gurson, Continuum theory of ductile rupture by continuum void nucleation and growth. part I: yield criteria and flow rules for porous ductile media, Journal of Engineering Materials and Technology 99 (1977) 2–15.

[5] M. J. Worswick, R. J. Pick, Void growth and constitutive softening in a periodically voided solid, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 38 (1990) 601–625.

[6] M. Gologanu, J. Leblond, G. Perrin, J. Devaux, Recent extensions of gurson's model for porous ductile metals, in: Continuum Micromechanics. CISM Courses and Lectures no. 377., Springer, 1997, pp. 61–130.

[7] G. P. Potirniche, J. L. Hearndon, M. F. Horstemeyer, X. W. Ling, Lattice orientation effects on void growth and coalescence in single crystals, International Journal of Plasticity 22 (2006) 921–942.

[8] L. Briottet, H. Klocker, F. Montheillet, Damage in a viscoplastic material Part I: cavity growth, International Journal of Plasticity 12 (1996) 481–505.

[9] N. A. Fleck, G. M. Muller, M. F. Ashby, J. W. Hutchinson, Strain gradient plasticity: Theory and experiment, Acta Metallurgica et Materialia 42 (1994) 475–487.

[10] M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando, W. D. Nix, Sample dimensions influence strength and crystal plasticity, Science 305 (2004) 986–989.

[11] C. Motz. C, T. Schöberl, T, R. Pippan, Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique, Acta Materialia 53 (2005) 4269–4279.

[12] J. Y. Shu, Scale-dependent deformation of porous single crystals, International Journal of Plasticity 14 (1998) 1085–1107.

[13] B. Liu, Y. Huang, M. Li, K. C. Hwang, C. Liu, A study of the void size effect based on the taylor dislocation model, International Journal of Plasticity 21 (2005) 2107–2122.

[14] Z. Li, P. Steinmann, Rve-based studies on the coupled effects of void size and void shape on yield behavior and void growth at micron scales, International Journal of Plasticity 22 (2006) 1195–1216.

[15] U. Borg, C. F. Niordson, J. W. Kysar, Size effects on void growth in single crystals with distributes voids, International Journal of Plasticity 24 (2008) 688–701.

[16] M. Hussein, U. Borg, C. F. Niordson, V. S. Deshpande, Plasticity size effects in voided crystals, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 56 (2008) 114–131.

[17] J. Segurado, J. LLorca, I. Romero, Computational issues in the simulation of two-dimensional discrete dislocation dynamics, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 15 (2007) S361–S375.

[18] V. S. Deshpande, A. Needleman, E. V. der Giessen E, Plasticity size effects in tension and compression of single crystals, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 53 (2005) 2661–2691.

[19] A. A. Benzerga, Y. Bréchet, A. Needleman, E. V. der Giessen, Incorporating three-dimensional mechanisms into two-dimensional discrete dislocation dynamics, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 12 (2004) 159.

INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN Y MICROESTRUCTURA SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIONES DE WOLFRAMIO

M.V. Aguirre[1], A. Martín[2], J.Y. Pastor[2], J. LLorca[2, 3], M.A. Monge[4], y R. Pareja[4]

[1]Dpto. de Tecnologías Especiales Aplicadas a la Aeronáutica, Universidad Politécnica de Madrid
EUIT de Aeronáutica 28040-Madrid
E-mail: mariavega.aguirre@upm.es

[2]Departamento de Ciencia de Materiales, Universidad Politécnica de Madrid. [3]IMDEA-Materiales
ETSI de Caminos, Canales y Puertos C/ Profesor Aranguren s/n, 28040-Madrid
E-mail: amartin@mater.upm.es

[4]Departamento de Física, Universidad Carlos III de Madrid
Avenida de la Universidad 30, 28911-Leganés (Madrid)

RESUMEN

En esta investigación se estudia la influencia de la microestructura en el comportamiento mecánico del wolframio puro y aleaciones con contenidos de 0.5% de Y_2O_3 y 4% de Ti, todos ellos obtenidos mediante HIP. Con el fin de correlacionar el comportamiento macroscópico con los parámetros microestructurales, se ha analizado mediante microscopía óptica y electrónica de barrido, la microestructura y las superficies de fractura muestras ensayadas en flexión en tres puntos a diferentes temperaturas (entre 25 y 1000 °C). La medida del tamaño de grano de las muestras se ha realizado, de acuerdo con la norma ASTM E112, mediante un programa de análisis de imagen. Los resultados muestran que la adición de titanio al wolframio mejora las propiedades del material al obtenerse éste exento de porosidad. La formación de una solución sólida, y la estructura de tamaño de grano más fina, aumentan la resistencia mecánica del material hasta temperaturas superiores a 600 °C. Por otra parte la adición de itria comportamiento mecánico del wolframio puro a altas temperaturas, evitando la oxidación, pero no modifica sustancialmente el tamaño de grano obtenido bajo las condiciones de fabricación, debido a la formación de fases eutécticas.

ABSTRACT

In this research the influence of the microstructure in the mechanical behaviour of pure tungsten and its alloys with 0.5% of yttrium oxide and 4% titanium contents, all of them manufactured by HIP, is considered. The microstructure and fracture surfaces of the samples tested in three points bending at different temperatures (between 25 and 1000 ºC) are studied by optical microscopy and SEM, in order to relation the macroscopic behaviour with the microstructural analyzed parameters. The size grain has been measured according to ASTM E112 code, using a image analysis software. The results show that the addition of titanium to the pure tungsten lets manufacture a material without pores improving its mechanical properties. The solid solution, and refined grain structure obtained in these materials, raised the mechanical behaviour up to 600 ºC. The yttrium oxide addition improved the mechanical properties at high temperatures respect to pure tungsten, and avoids oxidation. Nevertheless, this does not modify substantially the grain size obtained in the manufacturing conditions due to the eutectic constituent formation.

PALABRAS CLAVE: W, aleaciones de W, propiedades mecánicas, microestructura, alta temperatura.

1. INTRODUCCIÓN

La actual crisis energética ha llevado a impulsar proyectos para fuentes alternativas de energía, bien renovables o prácticamente inagotables. Dentro de este último ámbito tenemos uno de los sueños de la ciencia y de la tecnología durante los último cincuenta años, los reactores de fusión termonuclear para la producción de energía de forma masiva y a precios asequibles.

Para el desarrollo de esta tecnología es necesario encontrar materiales que deben soportar condiciones de servicio extremas, para que formen parte de los componentes que estarán en contacto con el plasma (Plasma Facing Components, abreviadamente PFCs). El wolframio es uno de los pocos materiales candidatos para la fabricación de estos componentes debido a sus características: alto punto de fusión, baja presión de vapor, baja erosión por impacto de partículas, bajo daño

por radicación y baja retención de tritio [1, 2]. No obstante, estos materiales requieren a su vez buenas propiedades mecánicas a alta temperatura y baja oxidación en atmósfera ambiente. Además, el wolframio puede mejorar notablemente su comportamiento mecánico mediante la formación de soluciones sólidas o por dispersión de partículas.

El alto punto de fusión de este material hace que el sinterizado sea el método de fabricación más adecuado, permitiendo la formación de soluciones sólidas y la dispersión de partículas de refuerzo.

El principal objetivo de este trabajo es estudiar la influencia del contenido de titanio e itria en la estructura del material y, en consecuencia, sobre sus propiedades mecánicas. Para ello se han utilizado probetas de wolframio puro y de aleaciones con contenidos del 4% en peso de titanio y, 0.5% en peso de Y_2O_3 ensayadas a flexión en tres puntos en las que se determinaron propiedades mecánicas tales como el límite elástico, tenacidad a fractura y módulo de elasticidad a diferentes temperaturas (entre 25 y 1000 °C).

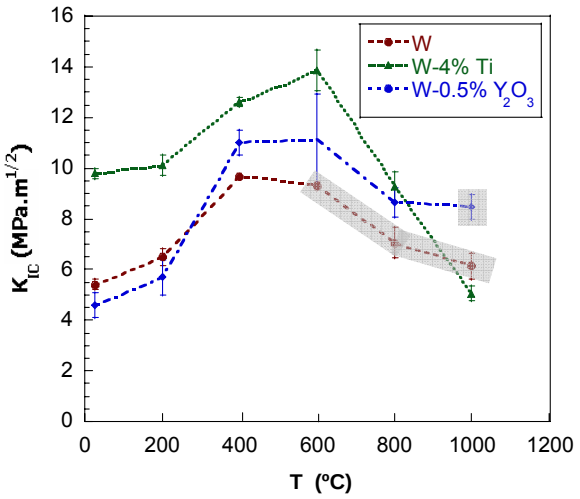


Figura 1. *Evolución de la tenacidad a fractura, K_{IC}, con la temperatura. Sombreados aparecen los resultados que de tenacidad aparente, medida con apreciable deformación plástica a carga máxima, y que por tanto se deben tomar simplemente como un valor referencial y no como tenacidad intrínseca del material.*

2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1. Materiales

En este trabajo se han utilizado tres materiales: W puro (material de referencia a optimizar), una aleación de W con 4 % en peso de titanio y otra aleación de W con 0.5% en peso de Y_2O_3. Todos los materiales fueron obtenidos por pulvimetalurgia según describen Monge *et al*. [3].

Estos materiales fueron ensayados en flexión en tres puntos para determinar sus propiedades mecánicas [4]. En este trabajo se encontró que la adición de titanio mejora muy apreciablemente la tenacidad a fractura, como se observa en la Figura 1, y el límite elástico del material (Figura 2) pero aumenta drásticamente la DBTT. Por otra parte, la adición de itria limita enormemente la oxidación, presentando esta aleación el mejor comportamiento mecánico a 1000 °C.

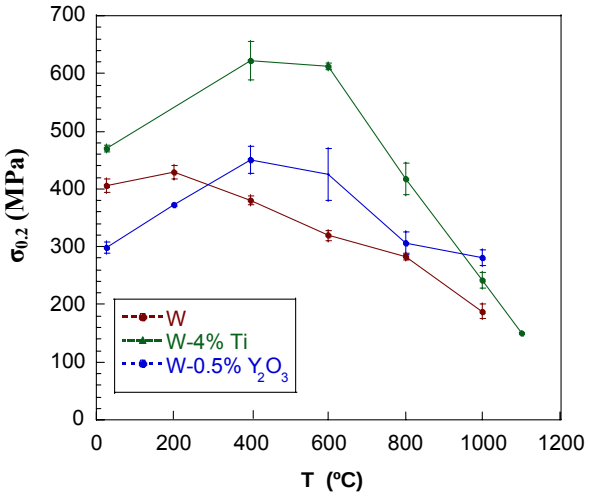


Figura 2. *Evolución del límite elástico al 0,2% , $\sigma_{0.2}$, con la temperatura para los materiales analizados. En los materiales con comportamiento frágil se ha utilizado la resistencia a rotura en flexión.*

2.2. Técnicas experimentales

Las muestras del W y de las aleaciones ensayadas a flexión son utilizadas para su estudio microestructural y fractográfico. Estas muestras, de 2x2 mm^2 de sección, se montaron en resina epoxi para su estudio micrográfico.

La preparación de las muestras se realizó en una pulidora STRUERS ABRAMIN con discos de lija de granulometría hasta 500 y paños de pulido para apresto de diamante de 3 y 1 µm, por este orden. El proceso de pulido se terminó utilizando una solución SPM de sílice.

La microestructura de los materiales se reveló mediante ataque químico utilizando los reactivos de Murakami y Kroll. Las muestras así obtenidas se estudiaron con un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 6300 equipado con electrones secundarios (SE), detectores de electrones retrodispersados (BSE) y análisis de dispersión de rayos X (EDX).

Para la determinación del tamaño de grano también se utilizó un microscopio óptico con muestras atacadas con agua oxigenada al 3 % en ebullición. El tamaño de grano y su distribución se midió utilizando el sistema de

análisis de imagen Omnimet Enterprise, de acuerdo con la norma ASTM E112 [5].

3. ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

3.1. Microestructura de los materiales

En el análisis microestructural se observó que las muestras de wolframio puro y de wolframio con un 0.5% de itria presentan una microestructura parecida. Están formadas por granos de wolframio y contienen poros con distribución no homogénea. El tamaño de los granos de wolframio en ambos materiales es similar.

En la aleación con itria se observaron pequeños granos de una fase muy rica en itrio con aspecto de huesecillos. Esto es característico del sinterizado en fase líquida (Figura 3a, zona (2)), lo cual contrasta con el hecho de que la itria tiene una temperatura de fusión por encima de las temperaturas de procesado del material. La afinidad del wolframio por el oxígeno y su solubilidad en el itrio permiten la formación de fases eutécticas de bajo contenido de wolframio. En el análisis fractográfico también se observaron estas fases de aspecto fundido.

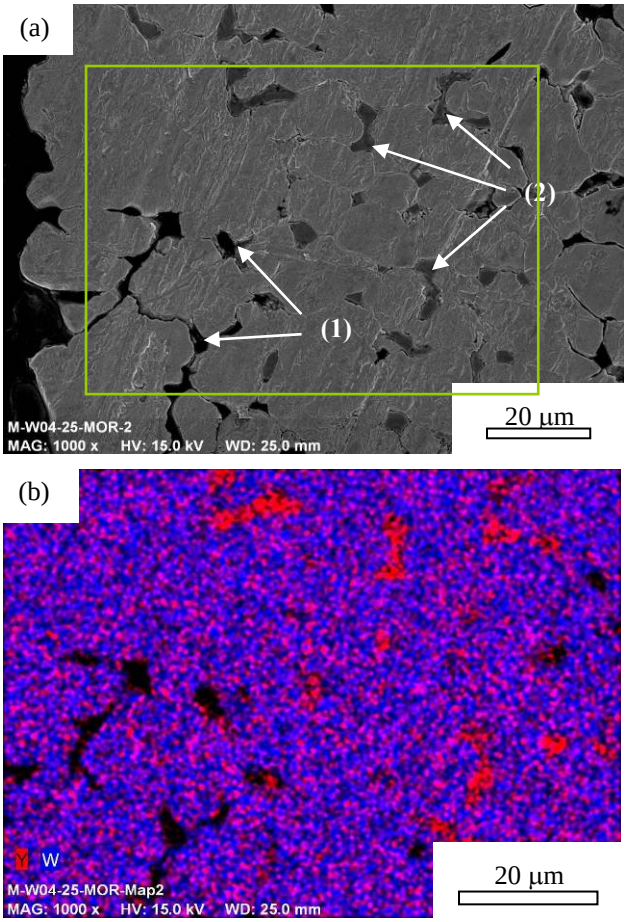


Figura 3. *(a) Micrografía de la sección transversal a la superficie de fractura (W-0.5 % itria) indicando poros (1) y granos de la fase rica en Y (2) y (b) mapping de detección de Y y W.*

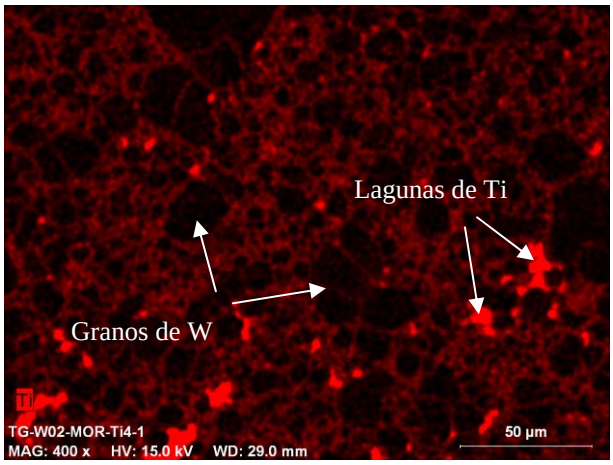


Figura 4. *Mapping de detección de Ti (W-4 % Ti) indicando lagunas de Ti y granos de W.*

En la aleación de W con 4 % de titanio se observó una ausencia de poros en todas las superficies estudiadas. El análisis por *mapping* de composición de las superficies mostró una distribución no homogénea del titanio (Figura 4), pudiéndose observar una microestructura compuesta por lagunas de titanio y granos de wolframio en cuyo borde aparece una alta concentración en el elemento de aleación (solución sólida W-Ti).

3.2. Sección transversal a la superficie de fractura

En el caso del wolframio puro y wolframio con itria, la sección transversal de las superficies de fractura presentan deslizamiento de borde de grano y deformación de éstos a partir de 400 °C. Efectos más pronunciados aparecen en los ensayos a mayores temperaturas (Figura 5).

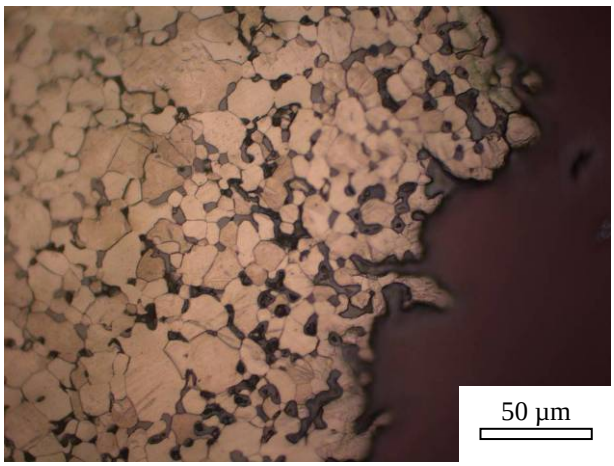


Figura 5. *Micrografía óptica de la sección transversal de la superficie de fractura de la aleación W-0.5 % itria, ensayada a 600 °C, en la que se observan granos deformados.*

Se observa también que la grieta tiende a propagarse por las zonas con mayor presencia de poros. En

particular, en la aleación con itria las zonas de la estructura en las que se observa la fase rica en itrio no presentan ni porosidad ni descohesión por borde de grano.

La superficie de fractura de la aleación W-4 % Ti es plana y no presenta prácticamente descohesión entre bordes de grano bajo ella, no observándose grietas secundarias. Las lagunas de titanio tampoco influyen en la trayectoria de la superficie de fractura (Figura 6). Los grandes granos de wolframio sobre la superficie de fractura aparecen rotos en su mayoría con clivaje. Este comportamiento se repite en las muestras ensayadas a alta temperatura.

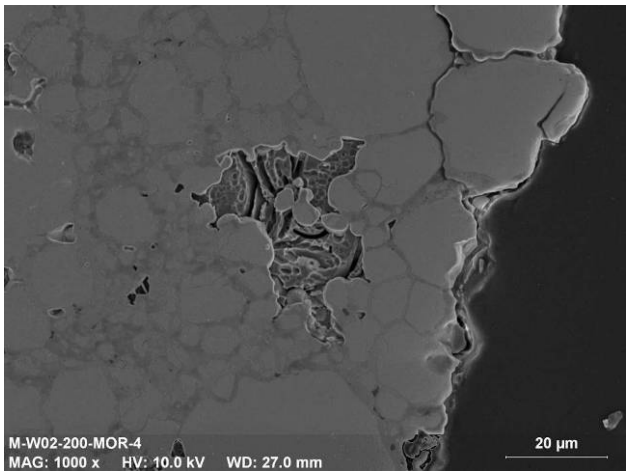


Figura 6. *Sección transversal a la superficie de fractura de W-4 % Ti en la que se aprecia una gran laguna de titanio.*

3.3. Tamaño y orientación de la estructura

Para la medida del tamaño de grano se realizaron micrografías de diferentes zonas de las muestras de forma que la medida fuera representativa de la estructura de éstas.

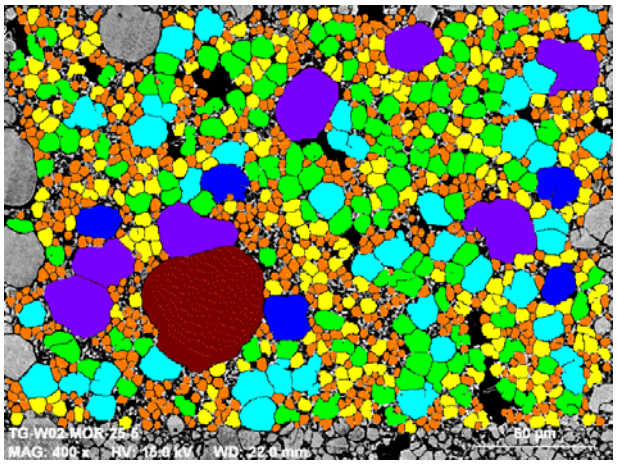


Figura 7. *Medida y distribución de tamaño de grano para la aleación W-4 % Ti.*

El tamaño de grano y su distribución se obtuvo mediante el tratamiento de las micrografías, ópticas y electrónicas, utilizando el programa de análisis de imagen anteriormente indicado.

En la Figura 7 se muestra en distintos colores la distribución de tamaño de grano en la aleación de W-4% Ti. Comparando estos resultados con los obtenidos para muestras de W puro y W con itria (Figura 8), se observa que estos materiales presentan tamaños de grano significativamente mayores a los de la aleación de wolframio con titanio.

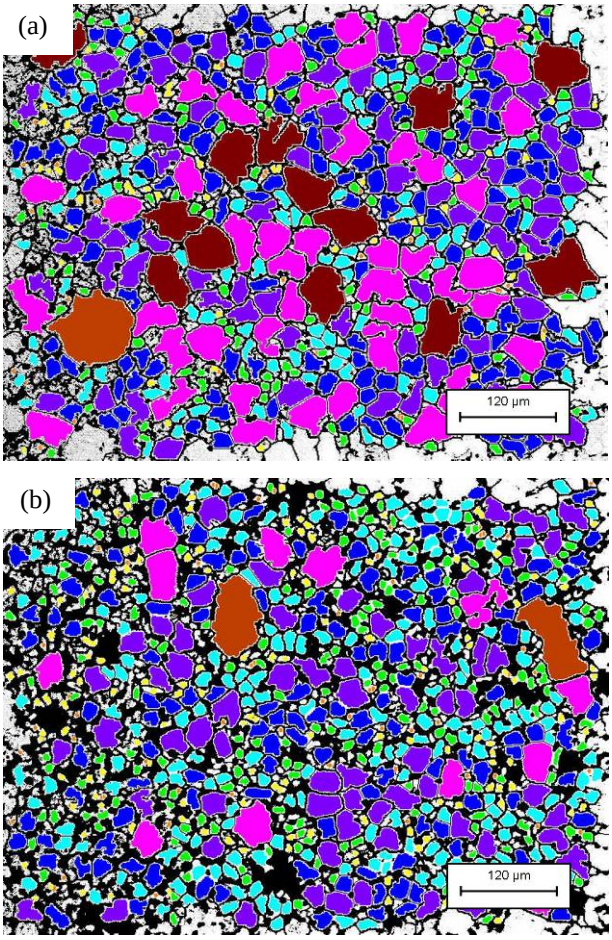


Figura 8. *Medida y distribución de tamaño de grano para el W puro (a) y la aleación W-0.5% itria (b).*

El diámetro calculado (Tabla 1) de los diferentes granos identificados en la estructura corresponde al diámetro equivalente a un círculo de igual área. Estudiando la distribución de los tamaños de grano en la estructura se confirmó que el tamaño de grano medio en el W puro y la aleación con itria, presentan un tamaño superior a la aleación con titanio.

Analizando los resultados de la Tabla 1 también se observa que el W-4% Ti tiene una distribución de tamaños más homogénea (desviación estándar de 3.99 µm, frente a 10,68 µm en el W y 8,03 µm en el W-0,5

Y_2O_3). Además, si se analizan los valores máximos y mínimos obtenidos vemos un efecto similar, la presencia de Ti en la aleación está inhibiendo el crecimiento del tamaño de grano durante el sinterizado y disminuyendo la dispersión en los valores del mismo.

Tabla 1. *Estadística del diámetro calculado para los tres materiales.*

Tamaño de grano (µm)	W puro	W+ 4% Ti	W + 0.5% Y_2O_3
Media	16.80	6.07	13.76
Desviaci. estándar	10.68	3.99	8.03
Valor mínimo	1.60	1.11	2.52
Valor máximo	91.07	59.92	73.55
Granos medidos	**3085**	**3182**	**2286**

Por otra parte la aleación de W con itria presenta un tamaño del mismo orden que el W puro, aunque algo inferior, 13,76 µm frente a los 16.80 µm del W puro, pero con una desviación estándar y valores máximo y mínimo de tamaño de grano significativamente inferior, lo que indica una distribución de tamaño de grano más homogénea.

Todo lo anterior está de acuerdo con lo que muestran las Figuras 9 y 10, la adición de Ti reduce significativamente el tamaño medio de grano y la dispersión de los mismos, mientras que la presencia de itria no cambia dicho tamaño medio pero disminuye la anchura de la curva de dispersión por la parte superior.

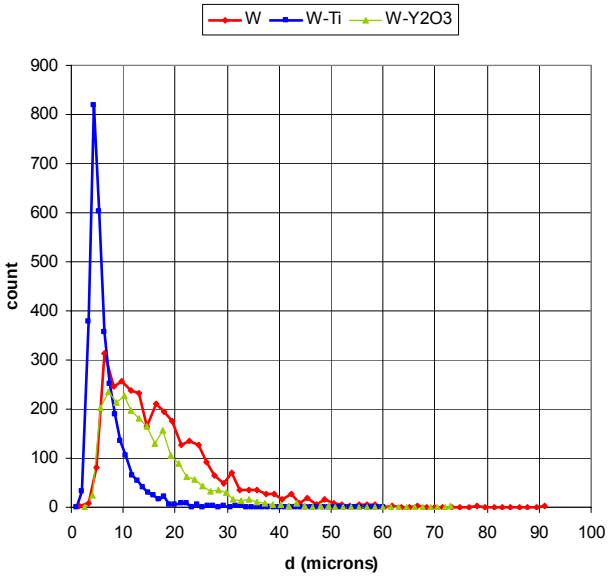


Figura 9. *Medida y distribución de tamaño de grano para el W puro, W-4% Ti y W-0,5% Y_2O_3.*

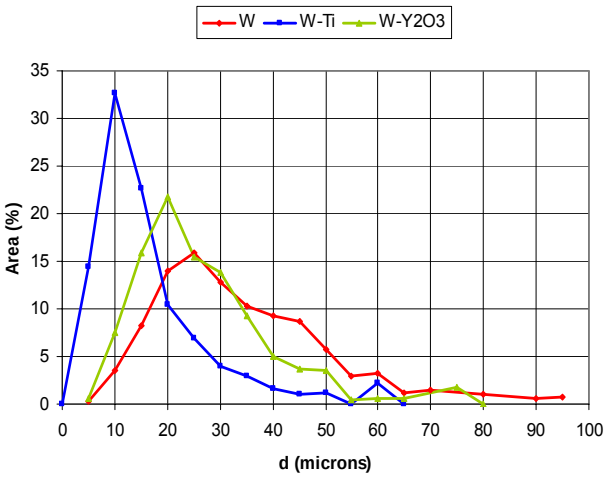


Figura 10. *Medida y área que ocupan los granos de diferente tamaño para el W puro y sus aleaciones.*

La orientación de los granos en la estructura se midió mediante la esfericidad, definida como:

$$Esfericidad = \frac{4 \cdot \pi \cdot Area^2}{Perímetro^2}$$

El área corresponde al área, en µm^2, ocupada por los pixels que conforman cada partícula. De la misma forma, el perímetro de la partícula es la longitud, en µm, que dibujan los pixels del contorno de cada grano.

Los resultados que se obtuvieron para los tres materiales estudiados se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. *Esfericidad de los granos para los tres materiales*

Material	*Esfericidad*
W puro	0.65
W-4% Ti	0.70
W-0.5% Y_2O_3	0.68

Este factor puede asumirse como un factor de equiaxialidad [6] que varía entre 0 y 1, correspondiendo el valor 1 al de una esfera. Estos resultados indican que en ninguno de los tres casos la estructura presenta tendencia a la formación de granos irregulares, y que la adición de titanio e itria no cambia de forma significativa este parámetro.

4. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

A partir de los resultados mostrados anteriormente y de la caracterización mecánica realizada con anterioridad [4] se aprecia que existe una clara relación entre la composición, microestructura y propiedades de los materiales analizados. Las principales conclusiones se detallan a continuación:

1. La presencia de nanopartículas de itria de gran relación superficie/masa favorece la formación de una fase secundaria eutéctica que funde durante el proceso de fabricación El bajo contenido en itria no inhibe la formación de poros, pero sí reduce la tendencia al crecimiento de grano.

2. La adición de itria al wolframio puro mejora su resistencia a la oxidación, reduciendo la degradación con la temperatura y manteniendo las propiedades a alta temperatura.

3. Con las temperaturas y tiempos de sinterizado empleados el titanio no difunde totalmente de forma que aparecen lagunas de titanio puro intergranulares, que sin embargo no parecen reducir las propiedades mecánicas de la aleación.

4. La disolución del titanio en el wolframio es la causa de la formación de una solución sólida por sustitución incrementando la resistencia mecánica respecto del wolframio puro.

5. La ausencia total de porosidad en la aleación W-4% Ti demuestra la eficacia del titanio como responsable del sinterizado en fase líquida, y su efecto como inhibidor y homogeneizador en el crecimiento del tamaño de grano de la aleación.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación en virtud de los proyectos MAT2006-13005-C03-02, MAT2007-29278-E, y CSD00C-06-14102, por la Comunidad de Madrid a través del programa ESTRUMAT-CM (S-0505/MAT/0077) y por la Asociación EURATOM/CIEMAT/EFDA a través del contrato TW6-TTMA-002-EFDA.

REFERENCIAS

[1] P. Norajitra, L. V. Boccaccini, E. Diegele, V. Filatov, A. Gervash, R. Giniyatulin, S. Gordeev, V. Heinzel, G. Janeschitz, J. Konys, W. Graus, R. Kruessmann, S. Madang, I. Mazul, A. Moeslang, C. Petersen, G. Reimann, M Rieth, G. Rizzi, M. Rumyantsev, R. Ruprecht and V. Slobodtchouk, J. Nucl. Mat. 329-333 (2004) 1594-1598.

[2] G. A. Cottrell Mat Sci, Tech. 22 (2006) 869-880.

[3] M. A. Monge, M. A. Augel, T. Leguey, Y. Ortega, L. Bolzoni, E. Gordo and R. Pareja, J. Nucl. Mat., under submission.

[4] M.V. Aguirre, A. Martín, J.Y. Pastor, J. LLorca, M.A. Monge y R. Pareja. Anales de Mec de la Frac. V I (2008) 145-150.

[5] ASTM E-112-96: “Standard Test Methods for Determining Average Grain Size”, Annual Book of ASTM Standards V 03.01, ASTM (1996).

[6] H. H. Hausner, Characterization of the Poder Particle Shape Pnaseeber Pulvermetall vol 14 (1966) en G.F. Vander Voort, Metallography: Principles and practice, Mc Graw Hill (1984).

PROPIEDADES MECÁNICAS, MICROESTRUCTURAS Y FRACTURAS DE BANDAS Y HOJAS FINAS DE ALUMINIO 1050 A, PROCEDENTES DE ESBOZOS DE COLADA CONTINUA Y DE LAMINACIÓN EN CALIENTE

J. Pérez-Ilzarbe[1], J. Fernández Carrasquilla[1], C. Berlanga[1] y A. Albístur[1]

[1] Departamento de Ingeniería Mecánica, Energética y de Materiales, E.T.S. de Ingenieros Industriales y de Telecomunicaciones,
Universidad Pública de Navarra, Campus de Arrosadía s/n,
31006 Pamplona, España.
E-mail: janvier@teleline.es

RESUMEN

En este trabajo se estudian dos tipos de materiales de partida para la obtención de hoja fina: esbozo de colada continua (BCC) de 7,5 mm de espesor y esbozo de laminación en caliente (BLC) de 3,0 mm de espesor, ambos de aluminio 1050 A. Se determinan primeramente las características de los dos tipos de esbozos por metalografía y ensayos mecánicos tales como ensayos de tracción, ensayo de flexión por choque y se califican las roturas resultantes en estos ensayos. Con estos dos materiales se preparan por laminación en frío, en laminador de laboratorio, hojas finas de 0,20 mm de espesor de las que se obtienen sus propiedades mecánicas en estado duro (Estado H19). Posteriormente se estudia su recristalización y se revela el grano obtenido y se obtienen las propiedades mecánicas después del recocido (Estado "0"). Se califican las fracturas de los ensayos de tracción en las hojas finas en estados H19 y "0". Las diferentes características de los dos tipos de esbozos se reflejan en las importantes diferencias en las hojas finas obtenidas, tanto en estado duro como en recocido. Se recurre a la observación de probetas metalográficas para la explicación de resultados.

ABSTRACT

Two types of reroll of aluminium 1050 A are studied in this paper. One is continuous cast strip (7,5 mm thickness) and hot rolled strip (3,0 mm thickness) the other one. The two types of strips are subjected to different mechanical tests namely tensile and Charpy impact resistance tests. Furthermore, fractures are examined. Both types of reroll are rolled in laboratory to foil 0,20 mm thickness and subsequently their mechanical properties in hard state (H19) are evaluated. An annealing treatment is given to the foils. Then, tensile properties are obtained and fracture surfaces are evaluated of annealed foils ("0" state). Metallography of reroll sheets and final foils is applied for explaining results.

PALABRAS CLAVE: Aluminio 1050 A. Ensayos mecánicos. Fractografía.

1. INTRODUCCIÓN

La colada continua de banda es un proceso muy empleado en la industria del aluminio para la fabricación de esbozos (banda para laminación en frío) destinados a la obtención de bandas y hojas finas en una amplia gama de aleaciones de gran uso [1].

El método alternativo a la colada continua es la laminación en caliente, proceso de más coste de fabricación y que se reserva para aleaciones que no pueden ser fabricadas por colada continua debido a su rango de temperaturas de solidificación elevado o cuando se requieren características especiales.

Los dos procesos de obtención de esbozos son muy diferentes. Mientras en la colada continua se pasa de metal líquido a banda sólida en cortísimo espacio de tiempo, en la laminación en caliente primero se obtiene una placa de laminación con una velocidad de colada más lenta a un espesor mucho mayor que la banda de colada, sigue después un precalentamiento y homogeneizado de la placa y finalmente la laminación en caliente a temperatura por encima de la de recristalización [2,3]

Como consecuencia de los diferentes procesos, los esbozos de colada continua y de laminación en caliente tienen propiedades muy diferentes, bien en propiedades mecánicas o en aspectos de su metalurgia física [1-4].

El esbozo de colada continua de pureza comercial como la 1050 A, debido a la alta velocidad de solidificación, presenta una fuerte sobresaturación del hierro existente en su composición. Esta sobresaturación origina un comportamiento en el recocido de recristalización de

las bandas u hojas finas muy diferente al que tiene una banda u hoja fina de la misma composición que ha sido fabricada con banda de laminación en caliente[1,2].

Hemos querido comparar las propiedades de un esbozo de colada continua y otro de laminación en caliente fijándonos de forma especial en aquellas propiedades que implican la rotura del material y tratar de ver si estas propiedades permiten deducir las posibles diferencias en los productos acabados fabricados con ella.

2. EXPERIMENTAL

La parte experimental de este artículo ha consistido en el trabajo por laminación en frío de esbozo de colada continua (BCC) y esbozo de laminación en caliente (BLC) para obtener hoja fina de 0,20 mm de espesor y encontrar y explicar las diferencias de comportamiento en características mecánicas y fracturas y respuesta a la recristalización de ambos tipos de banda y de las hojas finas con ellas obtenidas.

Los materiales objeto de estudio en este trabajo tenían una composición cuyos elementos principales eran 0,31%Fe y 0,02%Si, el esbozo de colada continua y 0,30 % Fe y 0,10% Si, el de laminación en caliente.

De los dos tipos de esbozo BCC y BLC, se extraen muestras y se preparan probetas para la realización de los siguientes ensayos: estudio metalográfico por microscopía óptica, ensayo de tracción según norma UNE EN 10002, en sentido longitudinal y transversal y ensayo de flexión por choque con probeta Charpy según norma UNE-EN ISO 14556.

Ambos tipos de esbozo se laminan en laboratorio para obtener hojas finas de 0,20 mm de espesor y estado "H19". Posteriormente estas hojas finas se someten a un tratamiento final de recristalización para conseguir el estado de entrega "0".

Las hojas finas tanto en estado duro (H19) como recocido ("0") se someten a los siguientes ensayos: ensayo de tracción según norma UNE 7-474-92 en sentido longitudinal y evaluación de las fracturas del ensayo de tracción. Asimismo, se lleva a cabo un estudio metalográfico del grano de las hojas finas en estado "0".

3. RESULTADOS

4.1. Esbozos

Probetas de los dos tipos de esbozo fueron preparadas para observación metalográfica al microscopio óptico.

Se realiza el ataque Barker (anodizado en solución de ácido fluobórico) para revelado del grano y observación posterior con luz polarizada.

Las micrografías que se muestran en la figura 1 corresponden al esbozo de BCC en sentido longitudinal y transversal. En el sentido longitudinal se ven los granos alargados por la laminación en estado pastoso o recién solidificado de la banda.

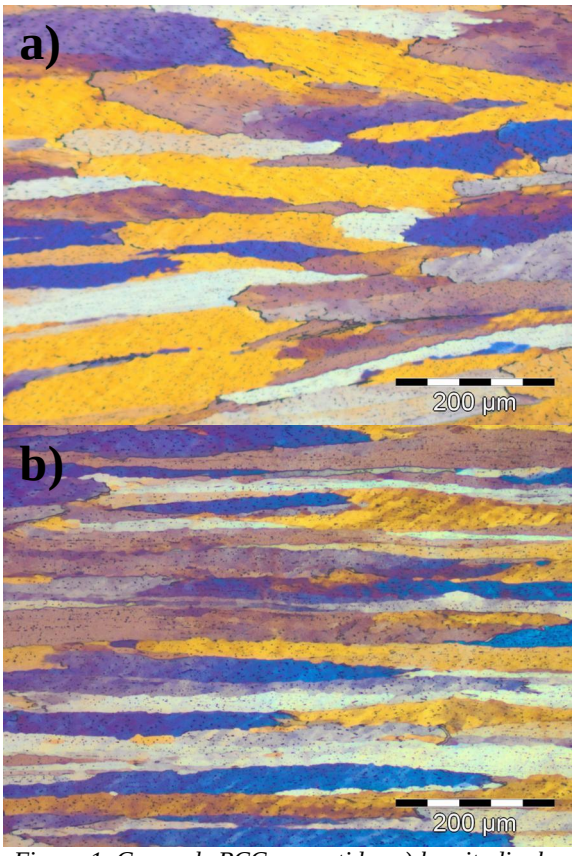


Figura 1. Grano de BCC en sentido: a) longitudinal y b) transversal.

La figura 2 correspondiente a la BLC, nos presenta el grano alargado por la laminación en caliente. Dado el bajo espesor de salida de la banda (3,0 mm) los granos obtenidos en la solidificación de la colada semicontinua de la placa de laminación, se alargan por la deformación dando granos alargados y simulando un grano continuo.

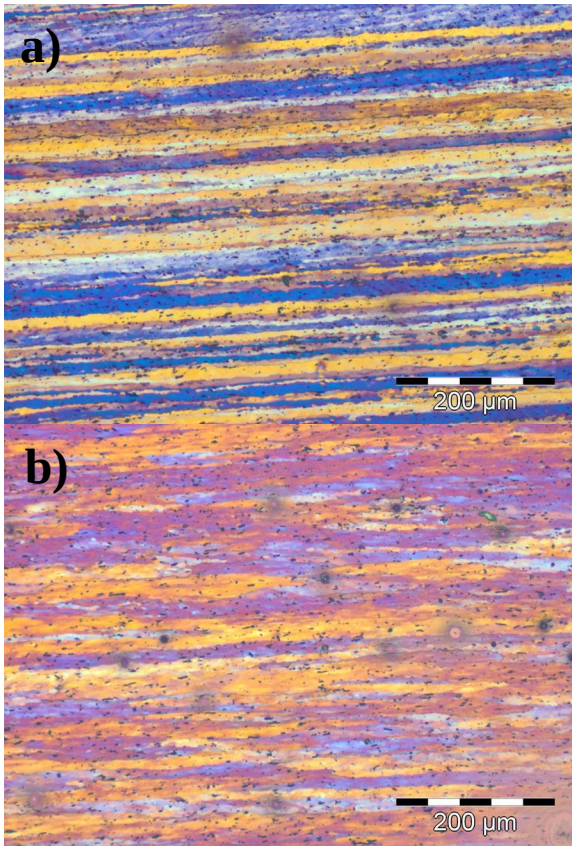


Figura 2. Grano de BLC en sentido: a) longitudinal y b) transversal.

4.1.1. Ensayos de tracción

Las probetas de BCC se prepararon rebajando su espesor desde 7,5 hasta 3,0 mm por mecanizado (fresado) por las dos caras. Las probetas de BLC se ensayaron en el espesor de la banda recibida de 3,0 mm.
Tanto de uno como de otro esbozo, se extrajeron probetas en el sentido longitudinal o transversal de la dirección de colada o laminación en caliente. Los resultados se ofrecen en la Tabla 1.

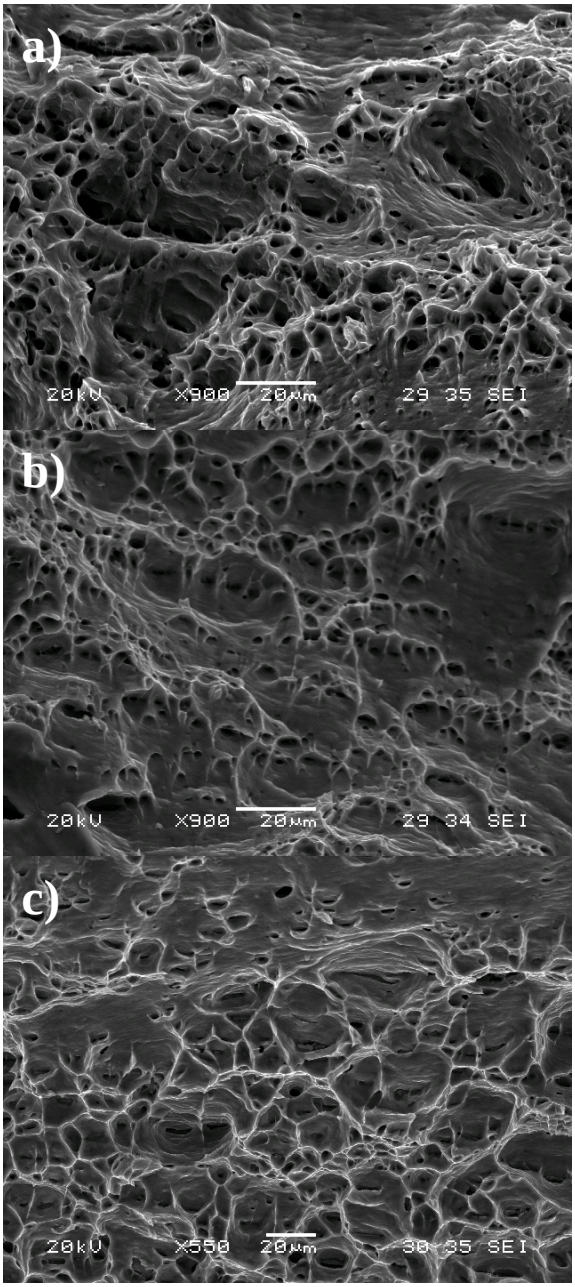
Tabla 1. Resultados de los ensayos de tracción de las materias primas BCC y BLC en sentido longitudinal y transversal.

Tipo de banda	Espesor (mm)	Sentido	Rm * (MPa)	A%* Lo= 50 (mm)
BCC	3,0	Long.	91,2	15,5
BCC	3,0	Trans.	85,4	38,0
BLC	3,0	Long.	95,4	34,5
BLC	3,0	Trans.	89,5	36,5

**Media de tres valores.*

Puede verse más direccionalidad de resultados en los esbozos BCC que en los de BLC. Así el alargamiento a la rotura de la BCC en sentido transversal es muy superior al que tiene en sentido longitudinal. La banda de BLC es más isotropa en propiedades mecánicas que la BCC.

Las fractografías de las figuras 3.a y 3.b corresponden a las fracturas en los ensayos de tracción de las probetas de BCC. Las figuras 3.c y 3.d corresponden a las fracturas producidas en el ensayo de tracción de las probetas BLC. Tanto en la banda de BCC como de BLC se aprecian microhuecos equiaxiales de diferente tamaño y profundidad y de forma localizada desgarro dúctil, tanto en sentido longitudinal como transversal. Se pude afirmar por lo tanto, que el tipo de fractura ha sido por coalescencia de microhuecos. Sin embargo, el tamaño de éstos es más uniforme en el caso de esbozo de BLC que en el esbozo de BCC.



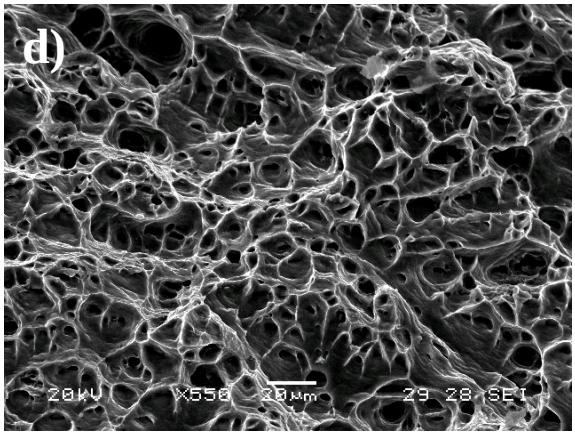


Figura 3. Fractografías de las superficies de fractura de las muestras de los ensayos de tracción de los esbozos: a) BCC en sentido longitudinal, b) BCC en sentido transversal, c) BLC en sentido longitudinal y d) BLC en sentido transversal.

4.1.2. Ensayos de flexión por choque sobre probeta Charpy

Se preparan probetas para el ensayo de flexión por choque con probeta Charpy según la norma UNE 7475 (Norma Europea EN 10045). Los resultados se presentan en la tabla 2. La resiliencia para cada una de las muestras tanto en sentido longitudinal como transversal es aproximadamente igual y asciende a 4,2 J. Al término del ensayo ninguna de las muestras se ha fracturado completamente. El examen visual de las muestras permite observar gran deformación plástica durante el ensayo.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de flexión por choque, probeta Charpy, sobre los esbozos de BCC y BLC.

Tipo de banda	Espesor (mm)	Sentido	Energía * Absorbida (J)
BCC	3,0	Long.	4,2
BCC	3,0	Trans.	4,2
BLC	3,0	Long.	4,2
BLC	3,0	Trans.	4,2

**Media de tres valores.*

4.2. Hoja fina
4.2.1. Estudio y obtención de hojas finas de BLC y BCC

Se preparan por laminación en laboratorio hojas finas de 0,20 mm de espesor de BCC y BLC Las hojas finas obtenidas están en estado duro H19. Se determinan sus propiedades mecánicas por ensayos de tracción en sentido longitudinal.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de tracción de las hojas finas en estado H19.

Tipo y estado de hoja fina	Espesor (mm)	Rm * (MPa)	A%* Lo= 50 mm
BCC-H19	0,20	179,2	1,4
BLC-H19	0,20	169,6	2,7

**Media de tres valores.*

La hoja fina de BCC muestra en estado duro un poco más de resistencia que la hoja fina de BLC mientras que el alargamiento es superior en esta última.

Las fractografías de la figura 4 indican una superficie de fractura completamente dúctil (coalescencia de microhuecos) ya que únicamente se observan microhuecos equiaxiales de tamaño y profundidad variable. Si comparamos estas fractografías con las correspondientes a los esbozos, se observa que el tamaño de los huecos es aproximadamente la mitad para la hoja fina que para los esbozos. La nucleación de huecos, por lo tanto, es mayor en el caso de la hoja fina. El ángulo de fractura (ángulo que forman la línea de fractura con el eje de tracción) de las probetas de hoja fina en estado duro (H19) es aproximadamente 60º.

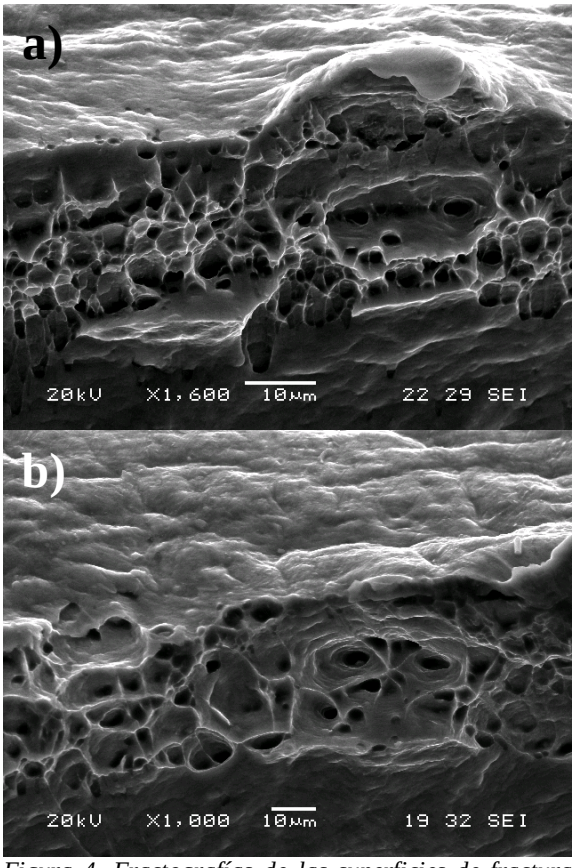


Figura 4. Fractografías de las superficies de fractura de las muestras de los ensayos de tracción de la hoja fina en estado H19 de: a) BCC y b) BLC.

4.2.2. Estudio de la recristalización de hojas finas

Se pretende estudiar la recristalización de las hojas finas de BCC y BLC para posterior análisis del grano recristalizado y de las fracturas de los ensayos de tracción de las hojas finas con el mejor tratamiento de recocido de recristalización. Se escoge una duración de dos horas como tiempo de tratamiento a temperatura.

Para encontrar la temperatura más adecuada para ese tiempo de recocido se recurre a la obtención de las curvas de ablandamiento de las hojas finas por tratamientos en estufa a temperaturas entre 160 y 420 ºC e intervalos de 20º C con rampa de calentamiento de 4ºC/min y tiempo de duración de 2h.

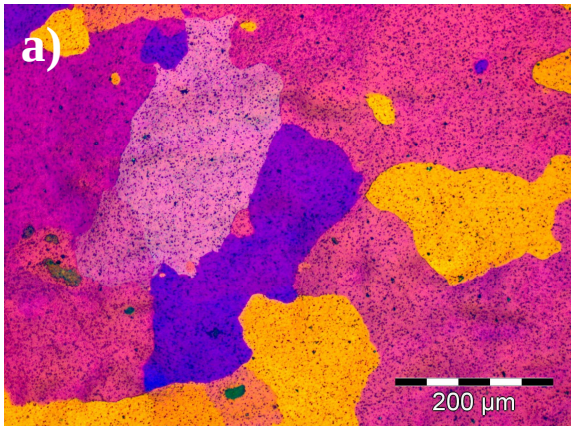
Analizadas las curvas de ablandamiento, los resultados de Rm nos dan una temperatura óptima de recocido mientras los de alargamiento a la rotura darían otra. De un compromiso entre ambas variables podemos elegir como temperaturas más adecuadas de tratamiento:
un tratamiento a 380 ºC para la hoja fina de BCC y 320 ºC para la de BLC.

Tabla 4. Resultados de los ensayos de tracción de las hojas finas de BCC y de BLC en estado "0".

Tipo y estado de hoja fina	**Espesor (mm)**	**Temperatura de Recocido ºC**	**Rm * (MPa)**	**A%* Lo= 50 (mm)**
BCC "0"	0,20	380	70,1	12,3
BLC "0"	0,20	320	93,9	21,6

**Media de tres valores.*

La resistencia mecánica de la hoja fina de BCC es inferior al de la BLC mientras el alargamiento de esta última es claramente superior. Esta aparente incongruencia se debe al grano anormal de la hoja fina de BCC.



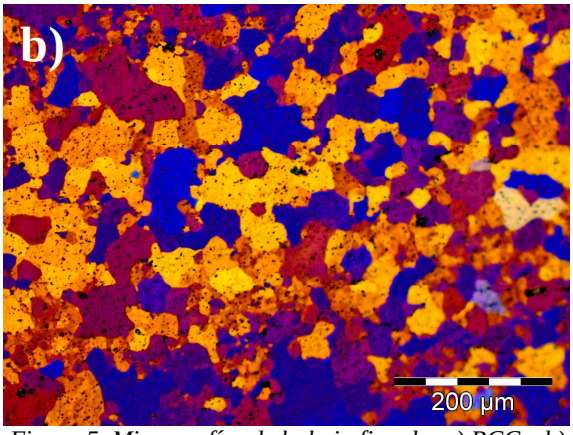


Figura 5. Micrografías de la hoja fina de: a) BCC y b) BLC, ambos en estado "0".

Las micrografías donde se aprecia la diferencia del grano recristalizado entre la hoja fina de BCC y BLC se presentan en la figura 5 a) y b). En dichas figuras pueden verse los tamaños de grano de las hojas finas de BCC y BLC en estado "0" (recocido).

Mientras la hoja fina de BLC tiene una recristalización normal, la BCC presenta la morfología de la recristalización anormal o secundaria.

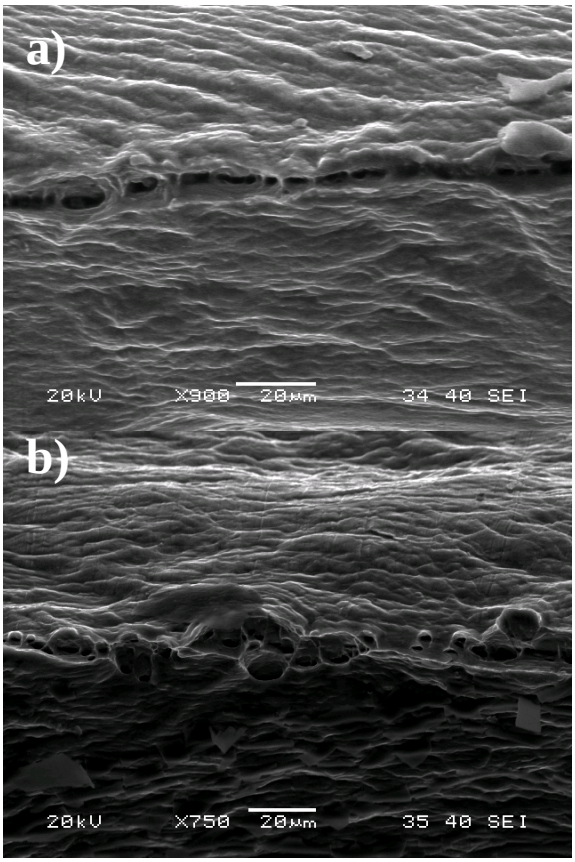


Figura 6. Fractografías de las superficies de fractura de las muestras de los ensayos de tracción de la hoja fina en estado "0" de: a) BCC y b) BLC.

En la figura 6 pueden verse las roturas en el ensayo de tracción de las hojas finas de BCC y de BLC en estado de recocido.

Ambas roturas son de tipo dúctil (coalescencia de microhuecos) ya que únicamente se observan microhuecos equiaxiales. En ambos casos la estricción es muy alta en comparación con la fractura que presentan las hojas finas en estado duro H19. La morfología del microhueco es más alargada cuando se trata de la hoja fina en estado "0" de BCC en comparación con la fractografía correspondiente a la BLC.

4. DISCUSIÓN

La macroestructura del esbozo de BCC es una estructura de colada producida en una solidificación rápida, con una leve laminación en estado pastoso y caliente mientras que el esbozo de BLC ofrece la estructura de una deformación por laminación en caliente por encima de la temperatura de recristalización.

La microestructura es sin embargo muy diferente. La colada continua hace pasar al metal del estado líquido al sólido en un breve espacio de tiempo (segundos) mientras la banda de laminación en caliente conlleva un largo proceso. Primero una solidificación de la placa de laminación con una velocidad de solidificación unas 100 veces menor. Luego la placa es precalentada a temperaturas superiores a 500ºC y a continuación es laminada en caliente para obtener el esbozo del espesor deseado entre 3 y 7 mm, según destino final de la banda u hoja fina laminada en frío.

Esta importante diferencia en historia térmica da lugar a una diferente microestructura y en consecuencia una muy diferente respuesta al tratamiento de recocido.

El esbozo de BCC de aluminio comercialmente puro, por su rápida solidificación y ausencia de tratamiento posterior, mantiene en solución sobresaturada una parte importante de su contenido en hierro. Este Fe en solución metaestable, precipita previa y simultáneamente a la recristalización que se persigue en el tratamiento de recocido, dificultando de forma importante el proceso.

La hoja fina de BCC recocida presenta un grano grueso e irregular (cristalización anormal o secundaria) con distribución bimodal difícil de medir, mientras el grano de BLC es fino y regular (ASTM 6).

El grano grande e irregular da lugar en los ensayos de tracción a un comportamiento diferente en comparación con el grano fino correspondiente a la hoja fina de BLC. La hoja fina de BLC presenta mejores propiedades mecánicas de resistencia Rm, alargamiento y estricción (en estado "0") y la morfología de fracturas es más uniforme en comparación con la observada en la hoja fina de BCC.

5. CONCLUSIONES

Las superficies de fractura obtenidas en el ensayo de tracción de los esbozos de BCC y BLC no son muy diferentes. Puede decirse que ambos procesos terminan con una deformación en caliente.

La laminación en frío de ambos tipos de banda da lugar a unas hojas finas que en estado H19 y en el ensayo de tracción generan superficies de fractura cuyas morfologías se asemeja entre sí, por el alto grado de deformación en frío al que han sido sometidas.

Las hojas finas tratadas mediante recocido de recristalización presentan una estructura interna con un grano muy diferente, grande e irregular en el caso de la hoja fina de BCC y fino y regular en el caso de la de BLC. Las superficies de fractura en el ensayo de tracción difieren en lo que respecta a la nucleación de microhuecos.

REFERENCIAS

[1] J. Pérez-Ilzarbe, J. Faustman and A. Suárez. *Recristalización de bandas de aluminio procedentes de colada continua*. Rev. Metal. Madrid p. 435-451. (2000)

[2] S.X. Zou, Jue Zhong, Daheng Mao, Paul Funke. *Experimental study on material properties of hot rolled and continuously cast aluminium strips in cold rolling.* Journal of Material Processing Technology 134 p.363-373. (2003)

[3] P. Furrer. *Casting wrought aluminium alloys. Their Physical and Mechanical Properties*, Eds. E.A. Starke Jr. and T.H Sanders Jr., EMAS, Warley.(Chalottesville), 1986, 1303-1320

[4] X.Yang, J.D. Hunt and D.V. Edmonds. *A quantitative study of grain structures in twin-roll cast aluminium alloys. Part I: AA 1070.* Aluminium. 69(1993) 1 & 2, p.65-71.

EFECTO DE LA EXTRUSION ANGULAR EN LAS PROPIEDADES MECANICAS DEL Ti REFORZADO CON PARTICULAS DE ITRIA

G. Salmi, A. Muñoz, M. M. Monge, T. Leguey y R. Pareja

Departamento de Física. Universidad Carlos III de Madrid
Avda. de la Universidad 30. 28911 Leganés, España
E-mail: gsalmi@fis.uc3m.es

RESUMEN

Se ha investigado la mejora de las propiedades mecánicas del Ti reforzado con una dispersión de partículas de Y_2O_3. Se han preparado muestras de Ti y Ti-0,6wt%Y_2O_3 mediante sinterizado seguido de HIP. Los materiales se han sometido a extrusión angular con sección constante (ECAP) con el fin de refinar su microestructura y mejorar sus propiedades mecánicas. Se han estudiado la microestructura mediante microscopía óptica y electrónica y el comportamiento mecánico a partir de ensayos de tracción entre 295 y 773 K. La extrusión angular induce una mejora cualitativa de las propiedades mecánicas del Ti-0,6Y_2O_3. Este material, que es completamente frágil a $T \leq 473$ K, adquiere una buena ductilidad a esta temperatura después de la 1ª pasada de ECAP. Cuando el material se somete a 4 pasadas, puede adquirir a 373 K resistencias mecánicas de 986 MPa y alcanzar deformaciones de fractura del orden del 23 %.

ABSTRACT

Ti and Ti-0.6wt%Y_2O_3 were produced by sintering and subsequent hot isostatic pressing (HIP). Samples of these materials were processed by equal channel angular pressing (ECAP) to induce their microstructural refinement and improvement of their mechanical properties. The microstructural characteristics and the mechanical behavior of these materials have been investigated using techniques of microscopy, and tensile tests in the temperature range 295 – 773 K. The ECAP treatment induces a qualitative improvement of the mechanical properties of P/M Ti-0.6wt%Y_2O_3. This material in as-HIP condition is completely brittle at $T \leq 473$ K but becomes ductile at this temperature after a single ECAP pass. After being processed by 4 passes via route B_A the material can attain a tensile strength as high as 986 MPa with a fracture strain of 23 %.

PALABRAS CLAVE: Titanio reforzado, pulvimetalurgia, ECAP

1. INTRODUCCIÓN

El titanio y sus aleaciones de tipo α se comportan muy bien a bajas temperaturas en virtud del endurecimiento inducido por impurezas en solución. Sin embargo, por encima de 300 K, al ser el mecanismo de endurecimiento de naturaleza microestructural y al tener una microestructura poco estable, su resistencia mecánica no es buena. La vía más prometedora para el desarrollo de una aleación tipo α operativa a altas temperaturas es su endurecimiento o refuerzo mediante precipitados y partículas dispersas que además contribuyen a estabilizar la microestructura [1, 2]. Se ha demostrado, en el caso de material producido por fusión en horno de arco, que una dispersión de partículas finas de Y_2O_3 puede mejorar la resistencia mecánica del Ti manteniendo su ductilidad [2]. Sin embargo, esta técnica no parece que sea aplicable a escala comercial. Existen aleaciones comerciales de Ti reforzadas con TiC y TiB producidas por técnicas de pulvimetalurgia (P/M) que se comportan aceptablemente a altas temperaturas pero, sin embargo, son poco dúctiles. La baja ductilidad y resistencia mecánica de estos materiales, inherentes a la técnica de preparación, podrían mejorarse procesando el material mediante extrusión angular de sección constante denominada ECAP (*Equal Channel Angular Pressing)*.

El presente trabajo tiene como objetivo investigar las posibilidades de mejorar las propiedades mecánicas del Ti P/M reforzado con una dispersión de partículas de Y_2O_3 mediante su tratamiento por ECAP. El interés que tiene el desarrollo de este material no es sólo por la posible mejora de las propiedades mecánicas del Ti P/M, sino también porque se ha constatado que la dispersión de 0,6 wt % Y_2O_3 mejora notablemente la resistencia del Ti a la oxidación [3].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Muestras de Ti con 0,6 wt% de Y_2O_3 en forma de partículas dispersas se han preparado por pulvimetalurgia, partiendo de polvo de Ti no esférico de 98,7 % de pureza con tamaño de partícula inferior a 45 μm, y de polvo nanométrico de Y_2O_3, 99,5 % puro, con tamaños de partícula inferiores a 30 nm. La dispersión

se ha llevado a cabo en una mezcladora Turbular®, con un tiempo de mezclado 5h.

El polvo procesado, se introdujo en moldes de silicona, que se compactaron isostáticamente en frío (CIP) aplicando una presión de 250 MPa durante 2 min. Tras el CIP, las muestras se sinterizaron en vacío (~ 10^{-3} Pa), utilizándose diferentes condiciones de sinterizado. Se encontró que la sinterización a 1598 K durante 16 h proporcionaba muestras con porosidad cerrada adecuadas para un tratamiento adicional de HIP (*hot isostatic pressing*). Este se realizó a 1648 K en una atmósfera de Ar a una presión 193 MPa de presión durante 2 h. También se consolidaron muestras de Ti sin Y_2O_3 en las mismas condiciones, como referencia.

Para los experimentos de ECAP se prepararon, a partir de las muestras del HIP, probetas cilíndricas de dimensiones 8,0 mm Ø X ~70 mm. Previamente a los tratamientos ECAP, las probetas se sometieron a un tratamiento de relajación de tensiones de 2 h a 773 K en vacío. El procesado ECAP se realizó pasando las muestras a 847 K a través de dos canales de 8 mm Ø con un ángulo de intersección de 105º. La deformación efectiva teórica producida por este canal sobre la probeta en cada pasada es de $\varepsilon \approx 0{,}89$. La velocidad de extrusión fue de 5 o 90 mm/min. Se aplicaron a las probetas entre 1 y 4 pasadas, girándolas entre dos pasadas consecutivas respecto su eje longitudinal: 0º (ruta A), 180º (ruta C), +90º y -90º, alternativamente (ruta B_A) y +90º (ruta B_C).

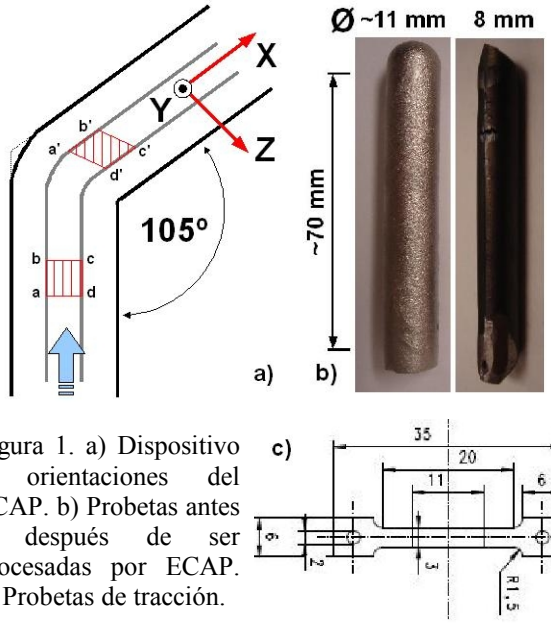


Figura 1. a) Dispositivo y orientaciones del ECAP. b) Probetas antes y después de ser procesadas por ECAP. c) Probetas de tracción.

Tras cada tratamiento se realizaron medidas de densidad y módulo elástico, y se analizaron las correspondientes microestructuras de las muestras mediante microscopia óptica y electrónica (SEM y TEM). El efecto del ECAP en las propiedades mecánicas se investigó mediante ensayos de tracción hasta fractura en el intervalo de temperatura de 295 a 773 K. Para estos experimentos se usaron muestras planas con 20 mm de longitud calibrada y ~1 mm de espesor, que fueron cortadas de las probetas por electroerosión en plano XZ definido en la fig. 1.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Microestructura

El material sinterizado a 1598 K durante 16 h no presenta porosidad abierta, y su estructura es equiaxial con un tamaño medio de 50 µm (fig. 2a). Tras el HIP, el material se densifica aún más y la morfología de los granos se transforma en acicular con una relación longitud/anchura de 5:1, siendo la longitud típica de ~150 µm (fig. 2b). En la tabla 1 se recogen los resultados de las medidas de densidad, módulo elástico y tamaño de grano.

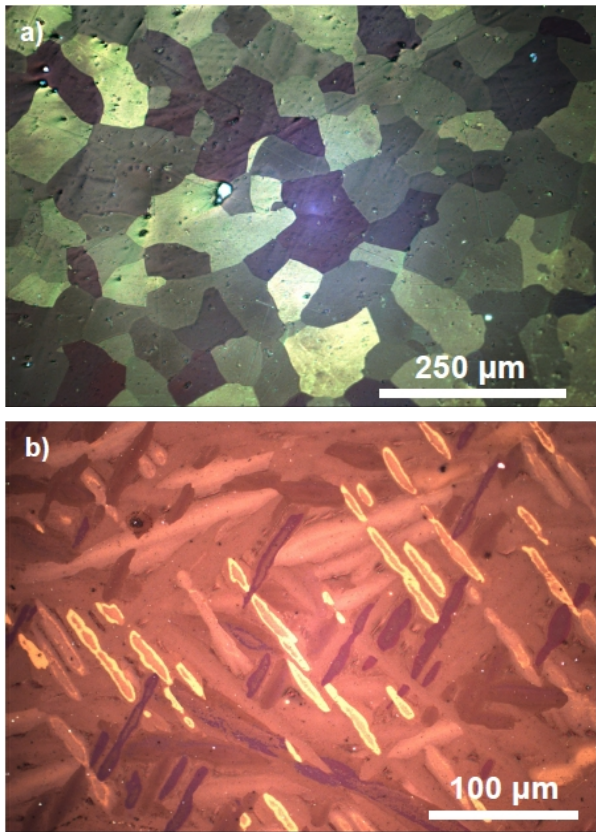


Figura 2. Micrografías de Ti-0,6%Y_2O_3, a) después del sinterizado a 1548 K durante 16 h, b) después del HIP a 1648 K y 193 MPa.

Tabla 1: Densidades y tamaño de grano antes y después del procesado por ECAP

Muestra	Modulo de Young (GPa)	Densidad ($g.cm^{-3}$)	Tamaño de grano
Ti as HIP	119	4,47 (99 %)	
Ti-$O{,}6Y_2O_3$ as HIP	128	4,41 (98 %)	148 µm / 30µm
1 Pasada	135	4,46 (99 %)	*
2 pasadas	131	4,49 (99,6 %)	95 % < 1 µm
4 pasadas	128	4,51 (100%)	98 % < 1 µm

Las micrografías revelan que el tratamiento ECAP causa, desdes la primera pasada, una elongación de los granos en la dirección de la cizalladura, y su fragmentación, como se aprecia en las figuras 3a y b. Después de 4 pasadas la microestructura observada en plano XZ presenta áreas con colonias de granos equiaxiales recristalizados de tamaño inferiores a 1 µm, separadas por largas bandas que aparentemente contienen una subestructura de subgranos según se muestra en la fig. 4a. Estas bandas compuestas de subgranos no son evidentes cuando se observa la microestrucrura en el plano normal a la dirección de extrusión, plano YZ, y en el plano XY (fig. 4b y c).

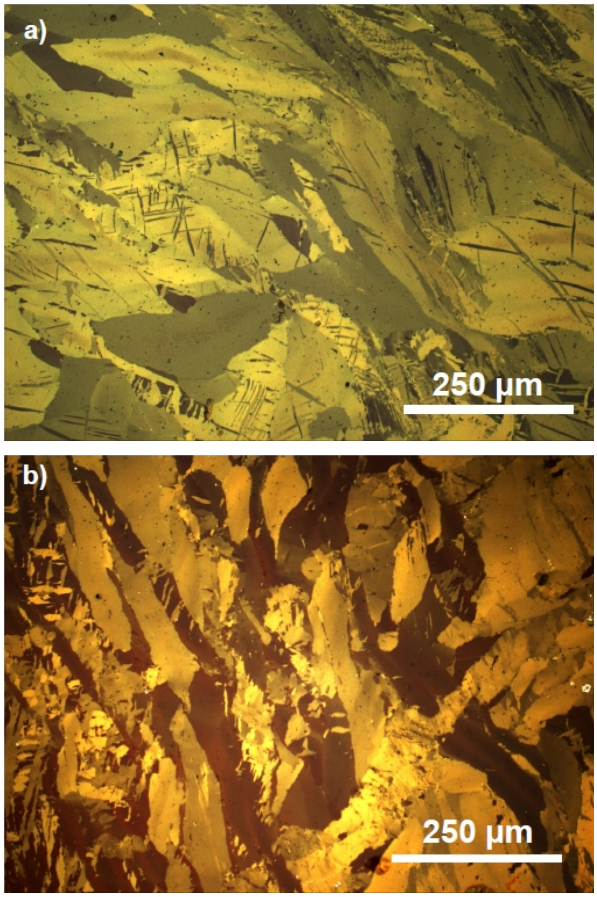


Figura 3. Microestructura del Ti-0,6%Y_2O_3 tras 1 pasada por ECAP en los planos a) XY y b) YZ

Las figuras 5a y b muestran las microestructuras de muestras con 2 y 4 pasadas de ECAP mediante la ruta B_C observadas por TEM. La 2ª pasada causa un refinamiento de grano que hace que 95 % de los granos observados en las micrografías tengan tamaños inferiores a 1 µm. Después de la 4ª pasada, el 98 % de los granos observados tienen tamaños inferiores a 1 µm, siendo el tamaño medio del orden de 0,5 µm. Las observaciones de TEM no revelan una distribución homogénea de partículas de Y_2O_3 en las muestras , sino una distribución bastante heterogénea de aglomerados de partículas de tamaños de inferiores a 1 µm, y de partículas muy finas que sólo se observan ocasionalmente en algunas áreas de las muestras analizadas. La presencia de una alta densidad de dislocaciones en estas áreas impide la adecuada observación de estas partículas nanométricas.

3.2. Propiedades mecánicas

El efecto de 1 pasada de ECAP en las curvas σ-ε de las muestras de Ti sin Y_2O_3 se pone manifiesto en la fig. 6. El material es frágil a $T \leq 473$ K pero tras la 1ª pasada de ECAP adquiere ductilidad a 473 K. A esta temperatura las muestras se rompen con una deformación total de $\varepsilon \approx 25$ % sin mostrar entalla. En ambos casos las muestras a temperatura ambiente son frágiles.

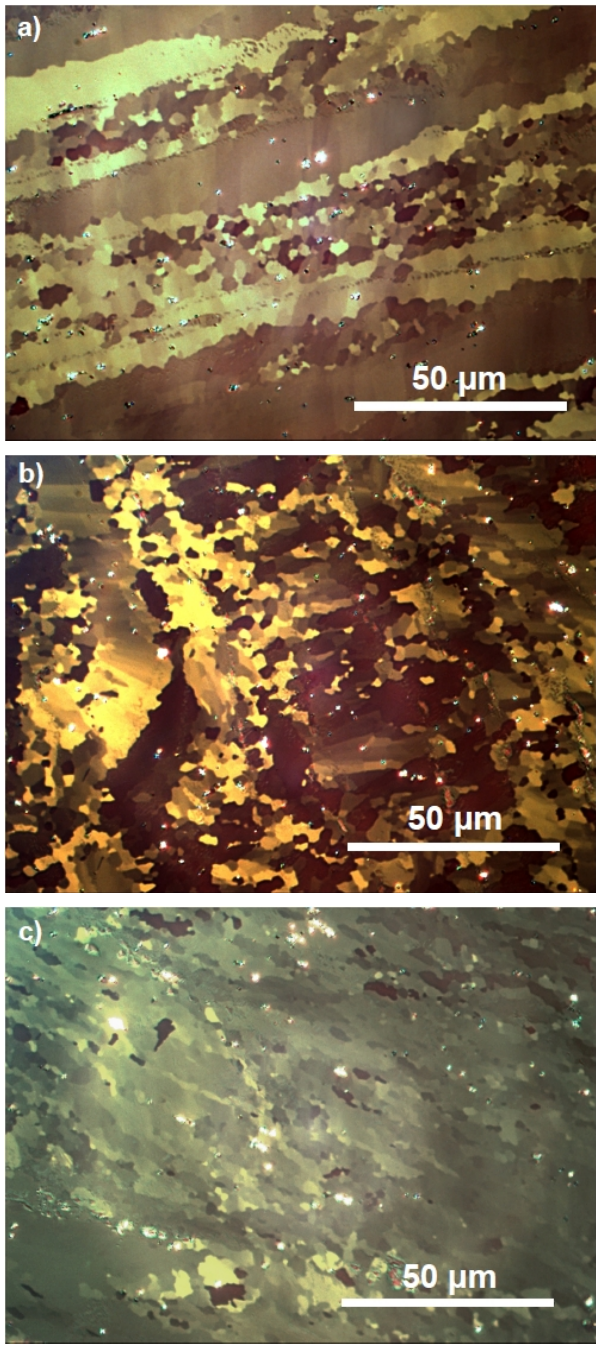


Figura 4. Microestructura del Ti-0,6%Y_2O_3 tras 4 pasadas por ECAP en los planos a) XZ, b) YZ y c) XY

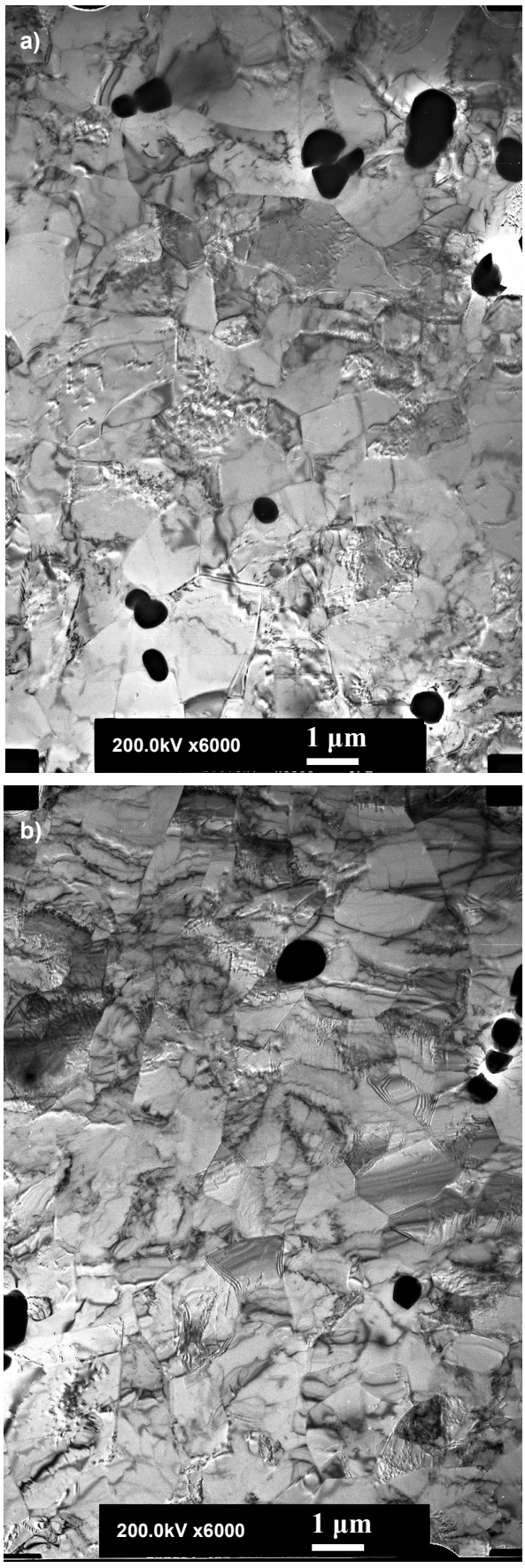


Figura 5. Micrografías de TEM del Ti-0,6%Y_2O_3 después del procesado por ECAP (ruta B_C). a) 2 pasadas, b) 4 pasadas

El Ti-0,6Y_2O_3 antes de ser procesado por ECAP muestra unas características σ-ε similares a la del material sin Y_2O_3. Después de la 1ª pasada de ECAP las propiedades mecánicas son similares a las del Ti sin Y_2O_3, salvo a T=773 K donde la resistencia mecánica (UTS) es 270 MPa frente a 160 MPa para Ti sin Y_2O_3.

En la fig. 7a se muestra el efecto de 4 pasadas de ECAP en las curvas σ-ε del Ti-0,6Y_2O_3 para las distintas rutas. Para una temperatura de ensayo dada inferior a 473K la resistencia mecánica es prácticamente la misma para las rutas A, B_A y B_C. La correspondiente resistencia mecánica en el caso de la ruta C es algo menor, salvo a 773 K en que es la misma para las cuatro rutas. La ruta parece tener efecto sobre la ductilidad para temperaturas inferiores a 573 K, siendo las muestras deformadas mediante la ruta B_A las que muestran mejor ductilidad a bajas temperaturas. Es importante destacar que a temperaturas de ensayo inferiores a 773 K las probetas se rompen prácticamente sin entalla. A 773 K la fractura aparece tras alcanzar elongaciones de al menos ~ 50%, siendo la tensión ultima de ~150 MPa independientemente de la ruta (fig. 7b).

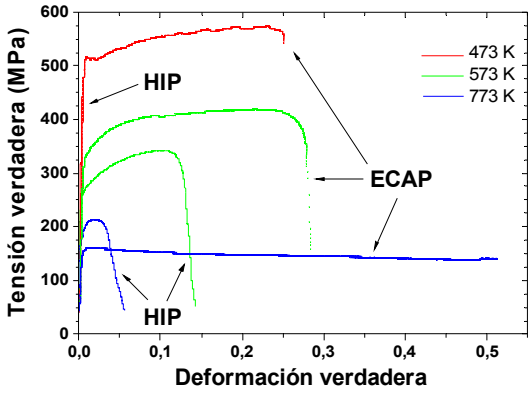


Figura 6. Efecto de la temperatura de ensayo sobre las curvas σ-ε del Ti sin Y_2O_3, as HIP y tras una pasada por ECAP

3.3 Fractografía

El comportamiento frágil del Ti-0,6Y_2O_3 P/M a temperatura ambiente es debido a *cleavage* transgranular en los granos grandes que aún quedan después del procesado por ECAP. La fig. 8a muestra este modo de fractura en las largas bandas de subgranos formadas después de la 1ª pasada de ECAP. Hay que observar que en las fronteras entre estas bandas de subgranos, indicadas en la figura, se han formado *dimples* muy pequeños asociados a partículas de Y_2O_3. En el caso de de las muestras pasadas 4 veces por ECAP, la fractura también está controlada por *cleavage*, a pesar de tener una mayor formación de *dimples* en muchas zonas de la superficie de fractura, según puede apreciarse en la fig. 9a.

A 373 K y cuando las muestras son sometidas al menos a 3 pasadas de ECAP siguiendo las rutas B_A y B_C, la

fractura empieza a ser dúctil, controlada por el mecanismo de coalescencia de *microvoids*, es decir por ruptura de *dimples*, ver fig. 10. A 773 K la superficie de fractura en todas las muestras, independiente del número de pasadas, muestra grandes *dimples* irregulares conteniendo otros más pequeños en el interior, tal y como se muestra en las figuras 8b y 9b.

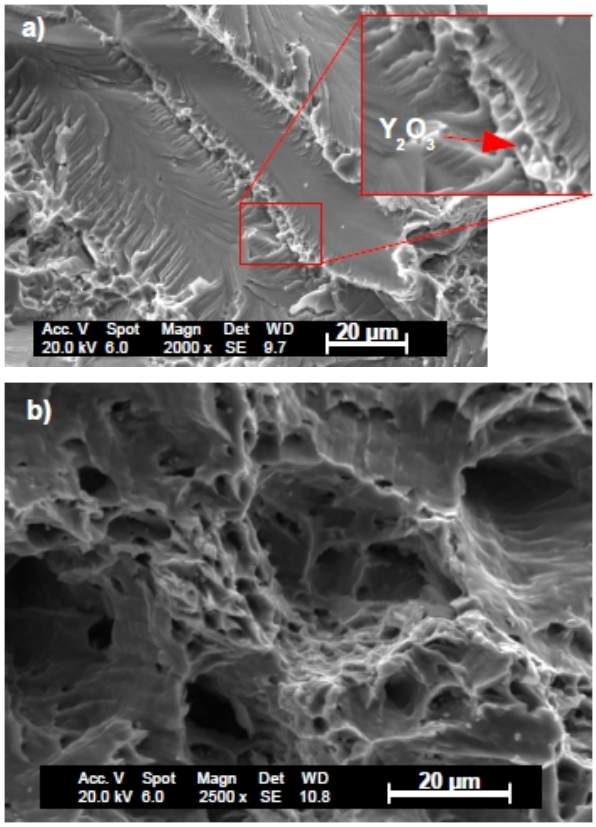


Figura 8. Fractografía por SEM del Ti-0,6%Y_2O_3 después de 1 pasada por ECAP, a) a 293 K y b) 773 K

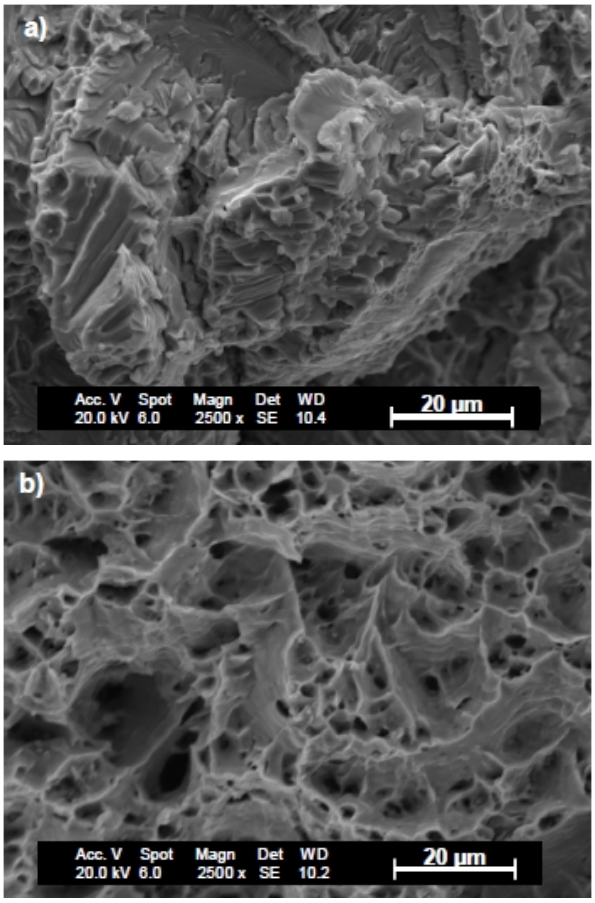
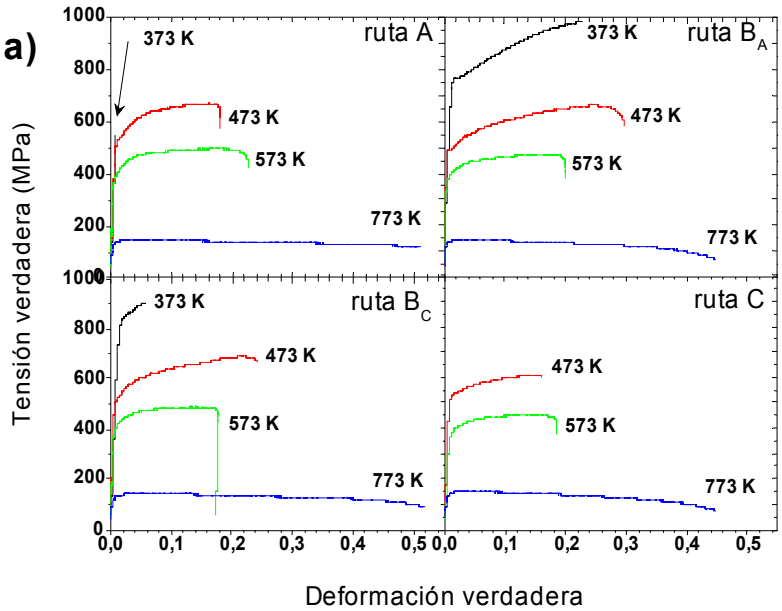


Figura 9. Fractografía por SEM del Ti-0,6%Y_2O_3 después de 4 pasadas por ECAP, a) a 293 K y b) 773 K



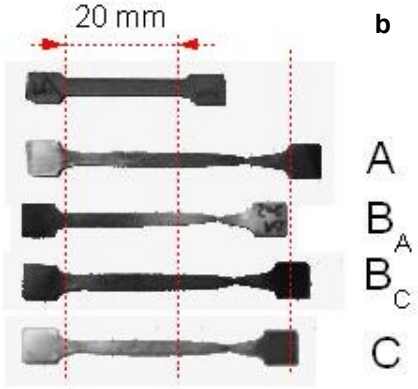


Figura 7. a) Efecto de 4 pasadas de ECAP en las curvas σ-ε del Ti-0,6Y_2O_3 para las distintas rutas A, B_A, B_C y C. b) Probetas deformadas a 773 K, tras 4 pasadas por las distintas rutas.

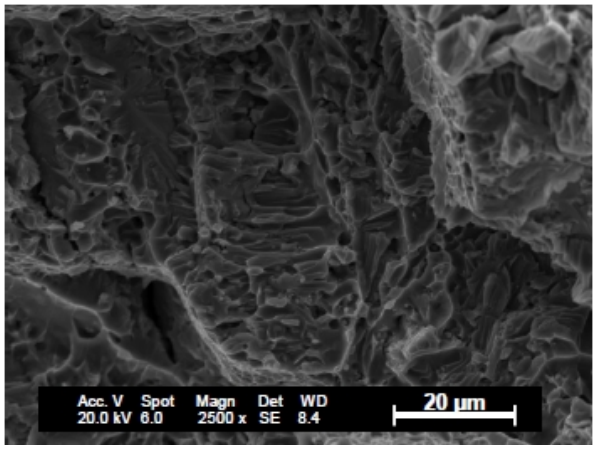


Figura 10. Fractografía por SEM del Ti-0,6%Y_2O_3 después de 3 pasadas por ECAP a 373 K

4. CONCLUSIONES

El procesado mediante ECAP a 874 K induce una mejora cualitativa de las propiedades mecánicas de Ti-0,6Y_2O_3 P/M producido por HIP. Este material, que es completamente frágil a temperaturas inferiores a 473 K, adquiere una buena ductilidad a esta temperatura, después de la 1ª pasada de ECAP. Después de 3 pasadas siguiendo las rutas B_A o B_C las muestras se hacen ductiles a 373 K. A esta temperatura, cuando el material se somete a 4 pasadas B_A, se pueden alcanzar resistencias mecánicas tan altas como 986 MPa, y deformaciones de fractura del orden del 23 %. Esta resistencia mecánica supera ampliamente la del Ti CP o del Ti modificado de cualquier grado, y también la de algunas de sus aleaciones comerciales [4]. Esto, unido a su gran resistencia a la oxidación a altas temperaturas, hace del Ti-0,6Y_2O_3 P/M procesado por ECAP un material que puede sustituir con éxito a otras aleaciones de Ti menos resistentes a la oxidación y corrosión en aplicaciones estructurales.

Los análisis de la microestructua demuestran que la mejora de las propiedades mecánicas del Ti-0,6Y_2O_3 es debida al refinamiento de grano y a la dispersión que induce el procesado ECAP. Después de 4 pasadas, la eficacia del refinamiento parece ser similar para las rutas A, B_A y B_C, y menor para la ruta C.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la Dirección General de Dirección General de Investigación del MEC a través del proyecto MAT2004-1819, y por la Dirección General de Universidades e Investigación de la Comunidad de Madrid mediante el programa ESTRUMAT-CM (MAT/77).

REFERENCIAS

[1] V de Castro, T. Leguey, M. A. Monge, A. Muñoz, R. Pareja and M. Victoria, J. Nucl. Mater. 307-311 (2002) 691-695.

[2] V de Castro, T. Leguey, A. Muñoz, M. A. Monge and R. Pareja, Mat. Sci. Eng. A 422 (2006) 189-197.

[3] P. Pérez, G. Salmi, M. A. Monge and R. Pareja, Scripta Mater., en prensa.

[4] M. J. Donachie, Titanium: A Technical Guide, 2nd Ed, ASM International (2000).

COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE ACEROS PARA TRABAJO EN FRIO: INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA

A. Góez[1], I. Picas[2], Y. Torres[1,*], D. Casellas[2], L. Llanes[1]

[1] Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, E.T.S. d'Enginyeria Industrial de Barcelona, Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona. E-mail: alexey.goez@upc.edu

[2] CTM Centre Tecnològic, Av. Bases de Manresa 1, 08242 Manresa

* Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Sevilla, C. de los Descubrimientos s/n, Pabellón Pza. de América, 41092 Sevilla (dirección actual)

RESUMEN

La implementación de los Aceros de Alta Resistencia (AHSS) en el diseño estructural del sector de la automoción permite reducciones importantes en el peso y consumo de combustible de los coches. Sin embargo, el conformado de estos aceros exige el desarrollo de nuevos materiales de herramienta capaces de soportar condiciones de conformado en frío cada vez más severas. Por ello, es necesario conocer en profundidad el comportamiento mecánico de los aceros para trabajo en frío. En este trabajo se estudian dos tipos de aceros para trabajo en frío: el DIN 1.2379 (AISI D2) y un acero especial para trabajo en frío denominado UNIVERSAL, ambos obtenidos por técnicas siderúrgicas convencionales. Se estudia el comportamiento a fractura de estos aceros, que poseen diferentes características microestructurales, evaluando la respuesta mecánica bajo solicitaciones de tensión en la misma dirección de forja del lingote, debido a la mayor resistencia mecánica de esta orientación microestructural. Se analizan variables microestructurales como el tamaño y la forma de los carburos primarios así como su composición química y distribución en los aglomerados que conforman. La caracterización del comportamiento a fractura comprende la determinación de la tenacidad de fractura evaluada en grietas grandes, la resistencia a flexión en tres puntos y un estudio microscópico de la fractura, prestando una atención especial a la nucleación y la evolución de fisuras. Los resultados experimentales se racionalizan en el marco de la mecánica de la fractura elástica lineal, y la discusión de los mismos, enfocada a la evaluación de la influencia de la microestructura en la respuesta mecánica, revela el papel central de los aglomerados de carburos en el comportamiento a fractura de estos materiales.

ABSTRACT

The incorporation of High Strength Steels (AHSSs) in automotive structural design will reduce the weight of cars and its fuel consumption. In doing so, effective forming operation of HSSs is required and demands the development of new tool materials able to withstand increasing severe working conditions. In this context, it is necessary to have a deep knowledge of the mechanical behaviour of cold work steels. The materials under consideration were a DIN 1.2379 (AISI D2) and a special cold work steel called UNIVERSAL. The fracture behaviour of both cold work steels with different microstructural characteristics were studied using samples with carbide bands oriented in the same direction of forging, because they exhibit the highest fracture resistance under this microstructural configuration. Microestructural variables assessed were the size and shape of primary carbides, its chemical composition and corresponding cluster distribution. Mechanical characterization included fracture toughness measurement using large cracks, flexural strength evaluation and a detailed fractographic study. Experimental findings were rationalized by implementing an analysis within a linear elastic fracture mechanics framework. The associated discussion, focused on the influence of microstructure on the mechanical response, revealed the important role of the carbide clusters in the fracture behaviour.

PALABRAS CLAVE: Aceros para trabajo en frío, fractura, carburos primarios.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros convencionales han sido históricamente los materiales más usados por la industria automotriz en la fabricación de piezas estructurales. Sin embargo, las actuales demandas por coches amigables con el ambiente y más seguros frente a posibles colisiones han impulsado la incorporación de otros materiales como los AHSS (Advanced High Strength Steels), caracterizados por sus altos límites elásticos, superiores a 550 MPa. La elevada resistencia de estos materiales permite la fabricación de piezas ligeras con óptimas respuestas mecánicas, lo que alivia el peso y el consumo de combustibles de los coches y les confiere altos

estándares de seguridad frente a eventuales colisiones. Lamentablemente, la gran fortaleza de los AHSS se vuelve problemática al momento de conformarlos por las inusualmente altas presiones que se requieren para su procesamiento, lo que impone a los utillajes severas condiciones de trabajo. [1]

Para el caso de los aceros de herramientas convencionales, obtenidos por fundición y forjados, las altas presiones de conformado causan fallos prematuros en los utillajes, aparición temprana de defectos, microfisuración y pérdida acelerada de tolerancias, lo que reduce su efectividad en el conformado de chapas de AHSS. En general en estos materiales se evidencia que justamente la fase que aporta la resistencia al desgaste, los carburos primarios, es también la que afecta significativamente la resistencia a rotura y la tenacidad de fractura [2], ya que ellos y los aglomerados que conforman están asociados a lugares de inicio de fisuras y caminos de fácil propagación de grietas debidos a su fragilidad intrínseca.

En este marco de ideas, la explotación masiva del potencial de los AHSS exige el desarrollo de materiales de herramienta con una estructura óptima tanto en términos del tamaño, la forma y la distribución de los carburos primarios como de su naturaleza química, ésto en función de sus propiedades mecánicas intrínsecas, es decir su dureza y tenacidad de fractura. Éste es el enfoque seguido por la empresa ROVALMA S.A en el diseño y optimización microestructural de un nuevo acero, referido comercialmente bajo el nombre de UNIVERSAL. En este trabajo se evalúa y analiza el comportamiento a fractura tanto del acero mencionado como el de un acero para trabajo en frío convencional, el DIN 1.2379 o AISI D2, prestando especial atención a la influencia de la microestructura en la respuesta de estos materiales a cargas monotónicas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El acero convencional escogido como referencia, del tipo DIN 1.2379 (equivalente al AISI D2), presenta una composición química de 1,55C-0,3Si-0,4Mn-11,8Cr-0,8Mo-0,8V. Este acero se caracteriza por un alto contenido de carbono y cromo, con cantidades menores de otros elementos formadores de carburos que favorecen el endurecimiento secundario. El otro acero investigado, el UNIVERSAL, exhibe una composición química similar pero con contenidos de carbono y cromo menores, y de vanadio mayor. El acero 1.2379 se caracteriza por una microestructura ledeburítica con la precipitación reticular de carburos primarios durante la solidificación que se forman mayoritariamente según la reacción eutéctica $L \Rightarrow \gamma + M_7C_3$ [3]. En el caso del acero UNIVERSAL hay presencia de dos tipos de carburos primarios, uno tipo M_7C_3 pero con mayor contenido de vanadio y wolframio que los encontrados en el 1.2379, y otro tipo MC de mayor dureza y tenacidad, rico en vanadio. En esta familia de aceros, luego de la solidificación, el lingote es forjado o laminado en caliente hasta las dimensiones deseadas, lo que rompe la estructura eutéctica y alinea los aglomerados de carburos.

En ambos casos se partió de lingotes forjados, de los cuales se extrajeron probetas prismáticas de dimensiones 50x4x3 mm^3 con el eje longitudinal paralelo al sentido de forja. Las probetas así obtenidas se sometieron a un tratamiento térmico de temple en aceite seguido de doble (1.2379) y triple (UNIVERSAL) revenidos, resultando en durezas de 60 y 61 HRC, respectivamente. Varios trabajos han indicado una anisotropía mecánica asociada a la distribución microestructural representada por bandas de carburos alineadas en la dirección de forja [4,5]. La investigación que aquí se presenta se restringe al estudio de la respuesta mecánica de la orientación microestructural que arroja los mayores resultados de resistencia y que se designa como D2. La figura 1 esquematiza el sentido de extracción de las probetas y muestra la resistencia mecánica promedio de cada dirección referida al sentido de forja.

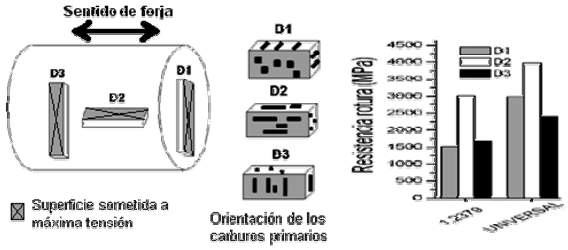


Figura 1. Configuraciones microestructurales con respecto al sentido de forja y resistencia mecánica.

Con respecto a la orientación microestructural escogida en el estudio se debe hacer énfasis en que justamente la D2 es la configuración que implica una mayor participación de la matriz en la propagación de las grietas. Aquí los aglomerados de carburos se alinean en la forma de bandas orientadas perpendicularmente al sentido del crecimiento de las grietas. Así, una vez las fisuras atraviesan los aglomerados a lo ancho, se enfrentan a la matriz metálica que dota de tenacidad al material.

La caracterización microestructural comprendió la cuantificación de parámetros microestructurales como la distribución de diámetro equivalente de los carburos primarios (D_{eq}). Asimismo, se evaluaron parámetros mesoscópicos como el ancho de los aglomerados de carburos (W_C) y la distancia de matriz metálica entre ellos (D_C), ambos medidos en la dirección de propagación de las grietas. Estos análisis se efectuaron sobre micrografías obtenidas en un banco metalográfico *LEICA MEF4* y mediante el empleo de un software de análisis de imagen (*Omnimet Enterprise*).

El comportamiento a rotura se evaluó en términos de la resistencia a flexión en 3 puntos (σ_R) con una distancia

entre puntos de apoyo de 40 mm. Los ensayos se llevaron a cabo en una máquina servohidráulica *Instron 8511* con capacidad de carga de 20 KN. La cara de las probetas sometida a tensión fue desbastada y pulida hasta brillo especular empleando sílica coloidal con tamaño de partícula de 40 nm aproximadamente. Las aristas de la cara flexionada se redondearon para evitar efectos de concentración de tensiones. La velocidad de aplicación de la carga monotónica fue de 100 N/s. Los resultados se analizaron empleando la estadística de Weibull con el propósito de evaluar la fiabilidad de los resultados. La tenacidad de fractura de los materiales estudiados se determinó siguiendo el procedimiento de la normativa ASTM E 1820-01 [6] empleando probetas SENB en la configuración LT, la cual corresponde al sentido de propagación de grietas de la orientación D2.

Finalmente, con el objetivo de discernir el origen de la fractura así como de documentar la interacción entras las grietas y la microestructura en estos materiales, se examinaron las superficies de fractura mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB, *JEOL JMS 6400*) y la superficie pulida de la zona sometida a máxima tensión haciendo uso de Microscopia Láser Confocal de Barrido (MLCB, *Olympus LEXT LS3100*).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización microestructural

La figura 2 corresponde a micrografías de los materiales estudiados. En ambos aceros la microestructura resultante del proceso de forja y posterior tratamiento térmico es una matriz de martensita revenida con aglomerados de carburos primarios alineados en la dirección de forja y carburos secundarios submicroscópicos muy redondeados dispersos en la matriz. Particularmente los carburos de cromo-hierro M_7C_3 presentes en ambos tipos de aceros llegan a ser muy alargados con factores de forma típicos entre 0,2 y 0,5. Por su parte, los carburos de vanadio, presentes solo en el UNIVERSAL, son más redondeados con factores de forma entre 0,4 y 0,8. El factor de forma es el cociente entre el diámetro menor y el mayor de un carburo y es 1 para una partícula esférica.

La tabla 1 lista los resultados obtenidos de la caracterización microestructural. Se evidencia que el acero 1.2379 además de poseer un tamaño de carburo medio mayor, llega a presentar carburos significativamente más grandes que en el caso del UNIVERSAL. En general la población de carburos del 1.2379 es más dispersa, coexistiendo carburos de unas cuantas micras con otros de varias decenas. Para el UNIVERSAL, por el contrario, la población de carburos primarios además de ser más refinada es menos dispersa. Los parámetros relacionados con los aglomerados de carburos no muestran diferencia entre los materiales, pero si se examinan en profundidad las bandas, se observan diferencias cualitativas.

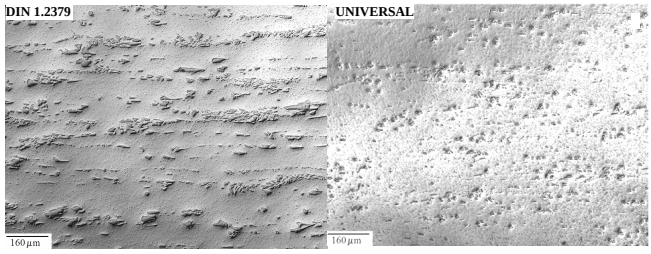


Figura 2 Micrografías de los materiales estudiados.

Con respecto a los parámetros mesoestructurales se debe mencionar que el criterio de acotación del ancho de las bandas fue asumir que dos carburos pertenecían a la misma banda si los separaba una distancia menor al diámetro equivalente medio para cada caso. Las bandas de carburos del 1.2379 llegan a ser más densas debido a la cercanía de los carburos: carburos grandes y pequeños coexisten con una relativamente alta contigüidad entre ellos. En el caso del UNIVERSAL los aglomerados de carburos se observan con mayor camino libre de matriz en la intrabanda, o lo que es lo mismo hay menor contigüidad entre carburos.

Tabla 1. Parámetros microestructurales cuantificados.

MATERIAL	D_{eq} medio	D_{eq} max	W_C	D_c
1.2379	10 µm	~ 50 µm	22 ± 17 µm	63 ± 56 µm
UNIVERSAL	7 µm	~ 25 µm	20± 15 µm	67 ± 60 µm

El camino libre medio de matriz metálica en la intrabanda no fue un parámetro considerado en el planteamiento del problema inicialmente, pero actualmente se continúa con la evaluación del mismo, ya que se especula que puede ser muy relevante en el crecimiento subcrítico de defectos.

3.2. Resistencia a la rotura y tenacidad de fractura

En la figura 3 se muestran los resultados de los ensayos de fractura mediante gráficas de la probabilidad de rotura en función del esfuerzo aplicado. Para obtener la denominada curva de Weibull, la probabilidad de fallo P_f, se calculó ordenando ascendentemente los resultados de esfuerzos de rotura usando la ecuación (1), que aplica para un número de probetas relativamente bajo [7]:

$$P_f = \frac{n-0{,}5}{N} \qquad (1)$$

donde n es el número de probetas que rompen por debajo de un esfuerzo determinado, y N es el número total de probetas empleadas en los ensayos de rotura. Se asumió que la distribución de los valores de fractura sigue la estadística de Weibull de acuerdo a la expresión:

$$P = 1 - \exp\left[-\left(\frac{s_R}{s_0}\right)^m\right] \qquad (2)$$

donde σ_R es el esfuerzo de rotura que experimenta la superficie de la probeta flexionada en tres puntos, y los parámetros σ_0 y *m* son constantes que gobiernan la distribución de esfuerzos de rotura para cada caso. En este trabajo los valores de σ_0 y *m* se determinan a partir de un ajuste lineal de la gráfica de $\ln(\ln(1/(1-P_f))$ en función de σ_R.

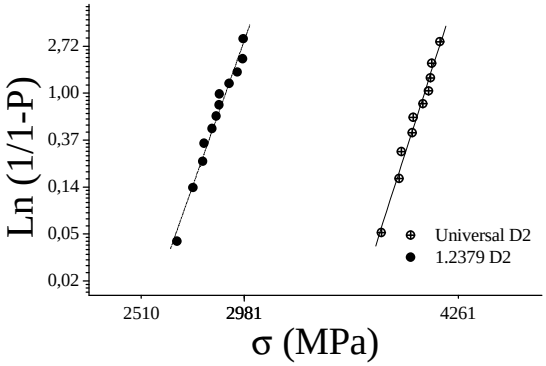


Figura 3. Curvas de Weibull para los casos estudiados.

Los resultados mostrados en la Figura 2 evidencian que el acero UNIVERSAL exhibe una mayor resistencia mecánica que el 1.2379 de referencia. En lo que concierne a la fiabilidad, la dispersión de los resultados es bastante baja, como se infiere de los altos valores de *m* en ambos casos. En la tabla 2 se recogen los resultados de tenacidad de fractura, resistencia a la rotura y los parámetros de la curva de Weibull evaluados en los dos casos estudiados.

Tabla 2. Resultados de la caracterización mecánica.

MATERIAL	K_{Ic} [MPa. $m^{0.5}$]	S_R [MPa]	S_0 [MPa]	*m*
1.2379 D2	28 ± 2	2834 ± 96	2883	36
UNIVERSAL D2	29 ± 3	3974 ± 119	4027	40

Con respecto a los resultados de la tenacidad de fractura puede decirse que no existen diferencias entre los materiales evaluados. Sin embargo, es importante señalar que estos valores son muy superiores a la tenacidad intrínseca de los carburos donde se originan las fisuras (2-5 MPa.$m^{0.5}$) [8], lo cual implica una propagación subcrítica del defecto desde que se genera en el carburo hasta la rotura final. Lo mencionado constituye un claro indicio de que estos materiales exhiben un incremento en la resistencia a la propagación de microfisuras a medida que éstas se extienden (curva-R). En este contexto, cabe la duda de si la tenacidad efectiva evaluada en grietas grandes es intrínsecamente diferente a la responsable de la rotura en grietas pequeñas bajo solicitaciones monotónicas, puesto que el nivel de operatividad de los mecanismos asociados al desarrollo de un comportamiento de curva R puede ser distinto entre ambos casos. En este trabajo se considera que no hay diferencias de similitud entre fisuras grandes y pequeñas, aunque es una hipótesis que se validará en investigaciones futuras.

3.3. Fractografía e interacción fisura-microestructura.

Con la finalidad de racionalizar los resultados experimentales, la caracterización mecánica se complementó con un estudio fractográfico y de la interacción entre las fisuras y la microestructura. Inicialmente, empleando MEB se inspeccionaron las superficies de fractura. Aunque no siempre se observó alguna singularidad microestructural como defecto crítico, en cada tipo de acero fue posible identificar en algunas probetas aglomerados de carburos como orígenes de fractura, como se observa en la figura 4. Un análisis de la composición química de estos aglomerados (EDX) reveló que consistían predominantemente de carburos de cromo-hierro.

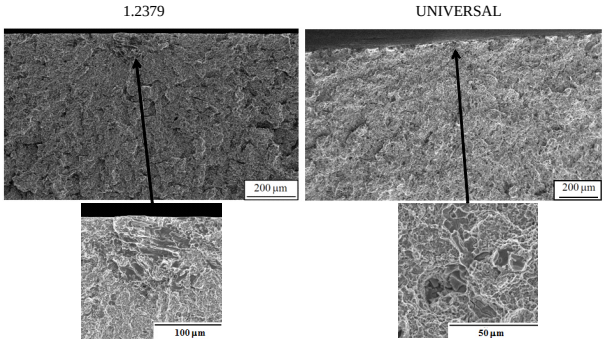


Figura 4. Superficies y orígenes de fractura.

Un análisis complementario con MLCB en la superficie (pulida) de la probeta que soportó la máxima tensión, en las zonas próximas a la superficie de fractura, arrojó información relevante para la comprensión del fenómeno de nucleación y propagación subcrítica de fisuras. La figura 5 presenta el escenario del microdaño debido a la tensión antes de la fractura para cada caso.

En ambas situaciones se ha de destacar el importante número de carburos rotos. Para el caso del UNIVERSAL se observa una mayor deformación plástica en las puntas de las fisuras asociada a un esfuerzo de rotura mas elevado. También se hace patente que la mayor contigüidad de carburos en la intrabanda en el caso del 1.2379 facilita la propagación de la fisura a esfuerzos más bajos. En el caso del UNIVERSAL las fisuras se propagan con mayor dificultad de carburo a carburo a través de la matriz metálica deformada, debido a la menor contigüidad de la fase frágil. Para el acero UNIVERSAL se pone de manifiesto el efecto de la microestructura para favorecer el desempeño de la matriz tenaz en el aumento de la resistencia.

En el contexto de lo explicado anteriormente, se puede especular que la rotura de los dos aceros estudiados viene dada por la nucleación de fisuras en carburos primarios [9], las cuales son capaces de extenderse

establemente, posiblemente mediante el desarrollo de un comportamiento de curva-R, hasta alcanzar un tamaño crítico para el cual las condiciones de fractura inestable se satisfacen. En ambos materiales, dicha propagación subcrítica de defectos puede implicar la coalescencia de microfisuras provenientes de aglomerados cercanos de carburos rotos, separados entre sí por franjas de matriz metálica. La coalescencia de microgrietas posiblemente genera la aparición de microcavidades originadas en los carburos secundarios que se descohesionan.

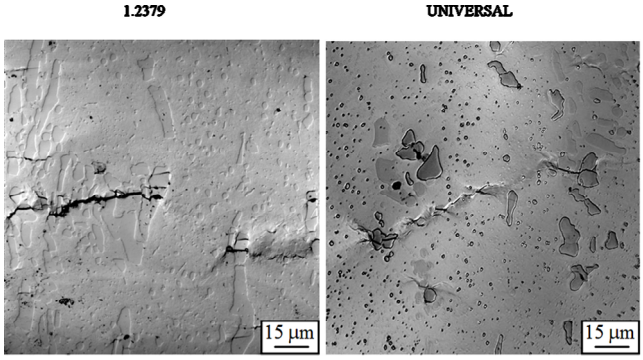


Figura 5. Crecimiento subcrítico de grietas para valores de esfuerzos próximos a los de rotura.

Para la configuración aquí estudiada (D2) la interacción de las fisuras con la matriz metálica es importante, y de allí la necesidad de incrementar el esfuerzo aplicado para llegar a los tamaños críticos una vez se ha roto todo un aglomerado de carburos. En consecuencia, para la orientación D2 no solo se llegan a alcanzar niveles de resistencia mecánica más altos que en las otras configuraciones (D1 y D3), sino además una mayor cantidad de microdaño representado en carburos rotos y deformación plástica localizada. Para los casos D1 y D3 las fisuras pueden propagar con una longitud de interacción con la matriz metálica significativamente menor debido a la proximidad de aglomerados de carburos. Es importante aclarar que la microdeformación plástica observada no conllevó a deformación macroscópica de las probetas, que presentaron una fractura frágil a escala macroscópica.

3.4 Análisis en el marco de la MFEL

Con la finalidad de poder racionalizar los resultados obtenidos, a continuación se realiza un análisis del comportamiento a rotura para los dos aceros en el marco de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (MFEL). Para ello se asume que la rotura en estos materiales se dará una vez sea satisfecha la ecuación (3):

$$K_{Ic} = Ys\sqrt{a_{Cr}} \qquad (3)$$

donde K_{Ic} es la tenacidad de fractura, σ_R es la resistencia a rotura, a_{Cr} es la profundidad del defecto (superficial) crítico, e *Y* es un factor adimensional que depende de la geometría del ensayo, la probeta y la fisura en cuestión. Para los dos aceros estudiados, y teniendo en cuenta las observaciones experimentales hechas y anteriormente descritas, se puede considerar que los defectos críticos tienen como profundidad además del ancho de un aglomerado de carburos una porción de la matriz metálica. Actualmente se encuentra en progreso una investigación para determinar la geometría real del defecto a medida que se propaga al interior del material. La hipótesis de la profundidad de la fisura se basa en el hecho de que aún para los niveles de carga que producen la rotura solo se observa que las fisuras se propagan dentro de los aglomerados de carburos con poco crecimiento a través de la matriz metálica.

Una primera estimación del tamaño del defecto crítico se puede obtener asumiendo que éste crece subsuperficialmente según una geometría semicircular, y empleando las ecuaciones del factor de intensidad de tensiones desarrolladas por Newman y Raju [10]. Considerando la tenacidad de fractura para cada caso y que los valores de *Y* calculados fueron 1.14 y 1.15 para el 1.2379 y el UNIVERSAL respectivamente, el cálculo da como resultado radios de defectos críticos semicirculares de 74 μm y 40 μm respectivamente. Así, en superficie se tendría longitudes de defectos críticos de 150 μm y 80 μm aproximadamente, que al compararse con los parámetros microestructurales de ancho de banda y distancia entre bandas listados en la tabla 2 supone la participación de entre uno y dos aglomerados de carburos con las respectivas franjas metálicas que los separan como escenario de crecimiento del defecto. Para el caso de los orígenes de fractura mostrados en la figura 4 puede decirse que estos aglomerados presentan de entrada valores cercanos al crítico estimado, en el marco de lo definido previamente.

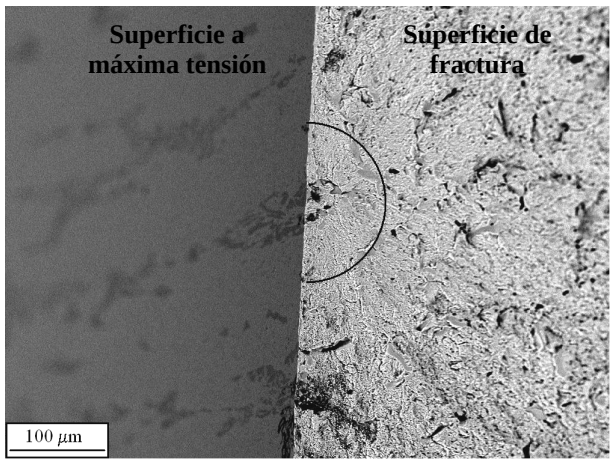


Figura 6. Tamaño del defecto crítico estimado para el 1.2379 superpuesto a la micrografía de fractura.

En la figura 6 se observa en perspectiva el defecto crítico para una probeta de 1.2379. En la misma se ha superpuesto el tamaño del defecto crítico estimado mediante MFEL. Se puede observar que dentro del radio del defecto estimado se cumple la hipótesis de que para

alcanzar el tamaño crítico la grieta debe atravesar una fracción de la matriz e interactuar con aglomerados de carburos cercanos. En la imagen, además de la banda de carburos superficial donde se nuclea el defecto, se observa un cúmulo alargado de carburos cercano que una vez roto contribuyó a la deformación de la matriz y al crecimiento del defecto a través de ella.

Para terminar cabe mencionar que los carburos ricos en vanadio presentes en el UNIVERSAL poseen una tenacidad de fractura mayor que de la de los de hierro cromo presentes en ambos aceros [8]. Esta consideración también pone de manifiesto que la propagación subcrítica de fisuras en el caso de UNIVERSAL es energéticamente más difícil.

4. CONCLUSIONES

A partir de los resultados del comportamiento a fractura obtenidos para los aceros 1.2379 y UNIVERSAL, se puede indicar que para la configuración D2, el segundo muestra un mayor valor de resistencia a rotura que el primero. Igual observación se puede hacer en términos del daño inducido por carga monotónica, representado por aglomerados de carburos rotos y microdeformación plástica localizada en las puntas de las fisuras en la zona de las probetas sometida a máxima tensión. En ambos materiales, para esta orientación la disposición de los aglomerados de carburos permite que gran parte de la energía sea absorbida por la deformación plástica de la matriz antes de la rotura final.

En el estudio realizado se encontró evidencia de que los carburos primarios rotos son el inicio de la propagación subcrítica del defecto que crece a lo ancho del aglomerado de carburos. A este respecto puede decirse que la propagación en la intrabanda del 1.2379 es energéticamente más factible debido a la menor tenacidad de los carburos primarios y a un menor camino de fase ligante entre carburos. En el caso del UNIVERSAL la mayor interacción entre la fisura y la matriz metálica, en combinación con defectos críticos de menor tamaño, permiten racionalizar la mayor resistencia mecánica obtenida para este material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Industria, Turismo y Comercio de España por la financiación del proyecto CENIT-Forma0 al cual se circunscribe este trabajo. Los autores agradecen la asistencia técnica de M. Marsal durante las observaciones por MEB, y a E. Vaque por su apoyo en el análisis informático de imágenes. A Góez agradece a la Generalitat de Catalunya por la financiación de sus estudios de doctorado mediante una beca FI.

REFERENCIAS

[1] Advanced High Strength Steel (AHSS) Application Guidelines Version 3. International Iron & Steel Institute. Committee on Automotive Applications. www.worldautosteel.org, 2006.

[2] P. Muro, S. Gimenez., I. Iturriza. Sintering behaviour and fracture toughness characterization of D2 matrix tool steel, comparison with wrought and PM D2. Scripta Materialia vol. 46, pp 269-373, 2001.

[3] Metals Handbook vol. 8. Metallography, Structures and Phase Diagrams. 8th ed. ASM, pp. 402. Ohio, USA, 1973.

[4] A. Mendanha, H. Goldenstein, C. E. Pinedo. The role of microstructure on the toughness behaviour of AISI D2 cold work tool steel. 7th Tooling Conference, pp. 813—819. Torino, Italy, 2006.

[5] H. Berns, C. Broeckmann. Fracture of hot formed ledeburitic chromium steels. Engineering Fracture Mechanics vol. 58, No. 4, pp. 311-325, 1997.

[6] ASTM E 1820-01. Standard test method for measurement of fracture toughness. ASTM International,. West Conshohocken, USA, 2001.

[7] R. Abernethy. The New Weibull Handbook, 2nd ed. North Palm Beach, USA, 1996.

[8] D. Casellas, J. Caro, S. Molas, J. Prado, I Valls. Fracture toughness of carbides in tool steels evaluated by nanoindentation. Acta Materialia vol 55, No 13, pp 4277-4286, 2007.

[9] L. Mishnaevsky Jr., N. Lippman, S. Schmauder. Micromechanisms and modelling of crack initiation and growth in tool steels: role of primary carbides. Zeitschrift für Metallkunde vol. 94 (part 6), pp. 676-681, 2003.

[10] J. Newman Jr., I. S. Raju. Stress intensity factor equations for cracks in three-dimensional finite bodies. Fracture Mechanics: Fourteenth Symposium vol. 1: Theory and Analysis, ASTM STP 791, J. C. Lewis y G. Sines, eds. ASTM, pp. I-238 - I-265, Philadelphia, USA, 1983.

RELACIÓN MICROESTRUCTURA-PROPIEDADES MECÁNICAS EN ACERO PERLÍTICO PROGRESIVAMENTE TREFILADO

B. González[1], J.C. Matos[2], J. Toribio[1]

[1] Ingeniería de Materiales (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: bgonzalez@usal.es

[2] Departamento de Informática y Automática (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.

RESUMEN

Este artículo estudia la relación entre los cambios microestructurales causados por el proceso de trefilado en alambres de acero perlítico (orientación axial de las láminas de perlita junto con disminución del espaciado interlaminar medio) con la mejora de sus propiedades mecánicas. La resistencia se relaciona con la deformación plástica mediante la ecuación de Embury-Fisher, y también mediante la expresión de Hall-Petch, donde para calcular la distancia entre las barreras frente al movimiento de dislocaciones se debe considerar, además del espaciado interlaminar medio, el ángulo medio de orientación. Se ha realizado una modelización de la evolución de la microestructura laminar con el trefilado, suponiendo que inicialmente todos los ángulos aparecen con la misma probabilidad, la estructura laminar cambia en la sección longitudinal de forma semejante a la geometría del alambre y el *espaciado interlaminar efectivo* (evaluado sobre la sección transversal) es proporcional al diámetro del alambre.

ABSTRACT

This paper studies the relationship between the microstructural changes caused by the cold drawing process in pearlitic steel wires (axial orientation of the pearlitic lamellae together with decrease of the average interlamellar spacing) and the improvement of their mechanical properties. The strength is related to plastic strain my means of the Embury-Fisher equation, and also by the Hall-Petch expression, where to calculate the distance between barriers against dislocational movement one must consider, apart from the average interlamellar spacing, the average orientation angle. A modeling was performed of the evolution of lamellar microstructure with cold drawing, assuming that initially all angles appear with the same probability, the lamellar microstructure changes in the longitudinal section similarly to the wire geometry and the *effective interlamellar spacing* (evaluated on the transverse section) is proportional to the wire diameter.

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico trefilado, Anisotropía microestructural, Ecuación de Hall-Petch.

1. INTRODUCCIÓN

El proceso de trefilado produce una serie de cambios en la microestructura de los aceros perlíticos. Con la deformación plástica, las láminas de perlita se orientan progresivamente según la dirección axial, disminuyendo además su espaciado interlaminar [1-5]. Para pequeñas deformaciones la orientación de las láminas es predominante, mientras que en deformaciones más altas lo es la disminución del espaciado interlaminar [4,5].

El límite elástico aumenta con el grado de trefilado debido a la reducción del espaciado interlaminar [6,7], ya que favorece el bloqueo de las dislocaciones en la interfase ferrita-cementita, a la vez que se incrementa la anisotropía plástica inducida por la alineación microestructural del material [8,9].

El límite elástico en el acero perlítico sigue una relación del tipo Hall-Petch [10,11] con respecto a su espaciado interlaminar perlítico s_0 [2,6,7], donde el parámetro de Hall-Petch resulta ser independiente de la velocidad de enfriamiento y por lo tanto del espaciado interlaminar, pero aumenta considerablemente con el incremento del contenido de carbono en el acero [12].

Para el acero perlítico trefilado un ajuste tipo Hall-Petch es imposible [13], debido a que la disminución del espaciado interlaminar va acompañada de la orientación microestructural progresiva del material. En cambio la ecuación de Embury-Fisher [1], que relaciona el límite elástico con la deformación plástica producto del proceso de trefilado, se ha empleado con muy buenos resultados en acero perlítico con distintos grados de endurecimiento por deformación tras trefilar [14,15].

El objetivo de este artículo es estudiar la relación que existe entre los cambios microestructurales originados en el acero perlítico progresivamente trefilado y sus propiedades mecánicas convencionales. Además se ha realizado una modelización que permite predecir la evolución de las láminas de perlita en función de la deformación plástica producto del trefilado.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material de ensayo ha sido acero perlítico con la composición mostrada en la tabla 1. El acero se suministró en alambres de sección circular con distinto grado de trefilado, desde alambrón (sin trefilar) hasta acero de pretensado (altamente deformado y producto final del trefilado).

Tabla 1. Composición química del acero E (% peso).

% C	% Mn	% Si	% Cr	% V
0.789	0.681	0.210	0.218	0.061

La nomenclatura empleada para estos aceros indica la letra correspondiente a la composición (E), seguida del número de pasos de trefilado a que ha sido sometido (un número entre 0 y 7).

2.1. Análisis de la microestructura

De cada uno de los pasos de trefilado se cortaron pequeñas muestras cilíndricas a través de un plano longitudinal. Estas probetas se limpiaron con acetona en un aparato de ultrasonidos y se embutieron en resina termoendurecible con su sección característica visible. A continuación se desbastaron, se pulieron en pasos sucesivos hasta obtener una superficie especular y fueron atacadas con Nital al 5% (mezcla de 4 ml de ácido nítrico con 96 ml de etanol) con el propósito de revelar su microestructura, ya que la ferrita y la cementita que componen la perlita no se atacan por igual y se muestran con distinto color. El tiempo de exposición se disminuyó conforme aumentaba el grado de trefilado. Finalmente, las muestras se examinaron en el microscopio electrónico de barrido (MEB) a grandes aumento (x6000).

2.2. Ensayo de tracción simple

Las probetas utilizadas fueron barras lisas de sección circular uniforme, con el diámetro de suministro de los alambres y una longitud de 30 cm. Éstas se colocaron en las mordazas de la máquina de ensayo y se situaron dos extensómetros concéntricos en lados opuestos sobre la superficie intermedia de la probeta, suficientemente alejados de las mordazas para evitar el efecto de las mismas en la medida de los alargamientos [16]. El ensayo de tracción simple, cuyo objeto es determinar la curva tensión-deformación, se realizó en control de desplazamiento con una velocidad de 3 mm/min.

3. RESULTADOS

3.1. Microestructura

Una vez preparadas las muestras de forma adecuada para su análisis se observaron con microscopía electrónica de barrido y se tomaron fotografías de la microestructura en su sección longitudinal, cuya base coincide con la dirección radial y su altura con la axial. En la figura 1 se muestran estas micrografías para el alambrón, todos los pasos intermedios del proceso de trefilado y el acero de pretensado.

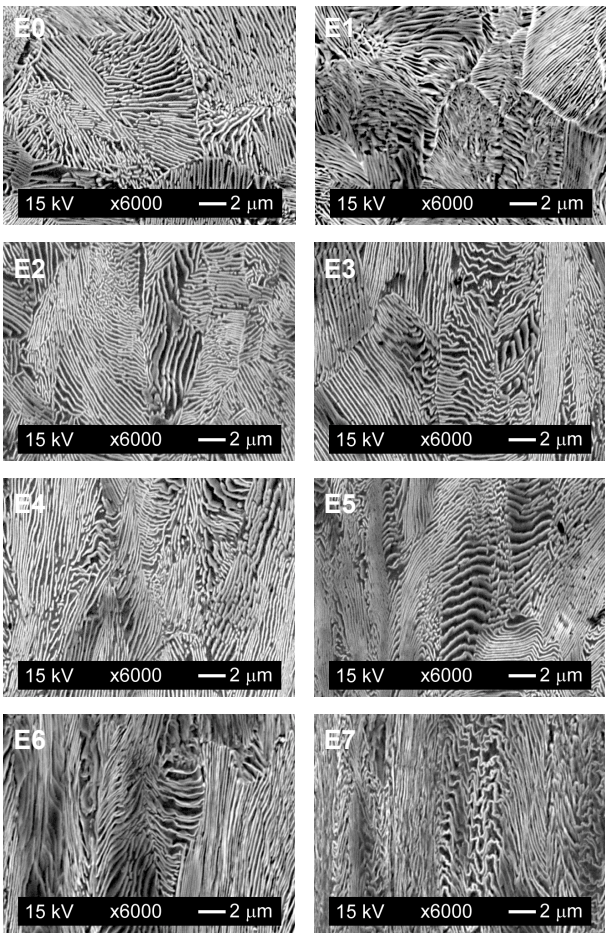


Figura 1. Microestructura de los aceros E0 a E7.

La perlita está compuesta por láminas alternas de ferrita y cementita formando colonias (conjuntos de láminas de perlita vecinas y paralelas entre si). El espaciado interlaminar de la perlita, s_0, es la distancia del centro de una lámina de ferrita al centro de la siguiente (figura 2).

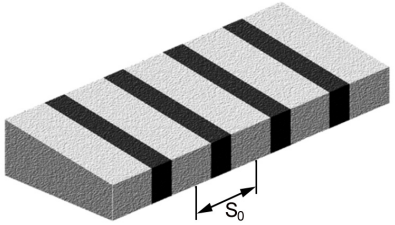


Figura 2. Espaciado interlaminar de la perlita.

Existen varios métodos para obtener el espaciado interlaminar de la perlita, como son el método de intercepción lineal aleatoria [17] y su variante, el método de la línea circular [18]. También se puede utilizar el método de la línea perpendicular [6,18,19], donde se obtiene el espaciado interlaminar mínimo de la perlita midiendo la distancia interlaminar en aquellas colonias donde las láminas estén orientadas cercanas a la perpendicular al plano de observación. El problema que se plantea con este procedimiento es que el espaciado interlaminar medio no tiene por qué coincidir con el mínimo [20], cuestión que se agrava en el acero trefilado [2] debido a las grandes deformaciones que provocan una marcada orientación microestructural.

En este trabajo el cálculo del espaciado interlaminar medio se ha realizado en las secciones longitudinales, donde el ángulo de corte es aleatorio, ya que las láminas se orientan únicamente en la dirección axial. Se trazaron líneas perpendiculares a las láminas de perlita y se dividieron entre el número de láminas interceptadas, de modo que el plano de corte es aleatorio pero no la línea trazada en él. El valor medio obtenido se dividió por raíz de dos, tras comparación del método propuesto y el de intercepción aleatoria para alambrón.

A medida que aumenta el grado de trefilado las láminas de perlita se van alineando en la dirección de trefilado. Esta orientación progresiva se puede evaluar a través del ángulo medio de las láminas de perlita, calculado como el promedio de los ángulos que forman las láminas de cada colonia visible en las fotografías y el eje axial del alambre (figura 3).

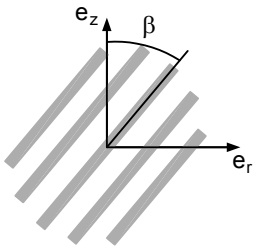


Figura 3. Ángulo de las láminas de perlita.

La tabla 2 muestra el espaciado interlaminar medio ($\overline{s_0}$), el ángulo medio de las láminas de perlita ($\overline{\beta}$) y el diámetro de los alambres (D), del acero utilizado.

Tabla 2. Caracterización de la perlita.

Acero	D (mm)	$\overline{s_0}$ (μm)	$\overline{\beta}$ (º)
E0	11.03	0.203	46.9
E1	9.90	0.185	42.3
E2	8.95	0.180	35.9
E3	8.21	0.174	30.6
E4	7.49	0.171	27.9
E5	6.80	0.164	22.7
E6	6.26	0.151	19.4
E7	5.04	0.142	14.0

3.2. Propiedades mecánicas

Se realizaron tres ensayos de tracción simple para cada acero y se tomó el intermedio como el representativo. Las curvas tensión-deformación verdadera se muestran en la figura 4 para los aceros estudiados.

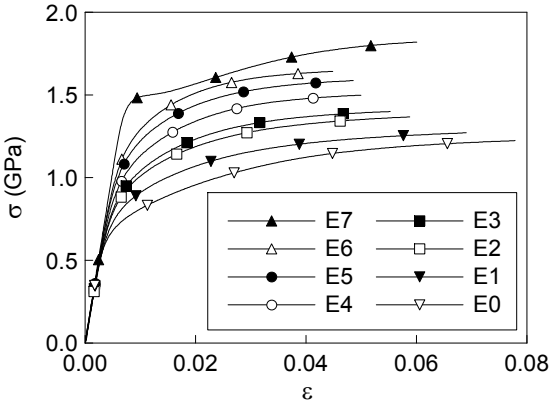


Figura 4. Curvas σ –ε de los aceros estudiados (E0-E7)

A partir de las curvas tensión-deformación verdadera, se calcularon los parámetros mecánicos característicos de los aceros (tabla 3), módulo de Young (E), límite elástico al 0.2% (σ_Y), resistencia a tracción (σ_{max}) y deformación máxima (ε_{max}).

Tabla 3. Propiedades mecánicas.

Acero	E (GPa)	σ_Y (GPa)	σ_{max} (GPa)	ε_{max}
E0	202	0.70	1.22	0.078
E1	187	0.79	1.27	0.069
E2	189	0.89	1.37	0.059
E3	192	0.92	1.40	0.055
E4	194	1.02	1.50	0.050
E5	199	1.12	1.59	0.049
E6	201	1.20	1.64	0.045
E7	209	1.48	1.82	0.060

El módulo de Young permanece cuasi-constante con el trefilado, mientras que el límite elástico y la resistencia a tracción aumentan, lo que supone una mejora de las propiedades mecánicas del acero con el trefilado. En cambio, la deformación máxima disminuye, salvo para el acero de pretensado, sometido a un tratamiento de termo-relajación tras el endurecimiento en frío.

4. DISCUSIÓN

4.1. Relación microestructura-propiedades mecánicas

El grado de trefilado se puede caracterizar mediante la deformación plástica ε^p, función de las variaciones geométricas producidas durante el proceso de trefilado, como muestra la figura 5.

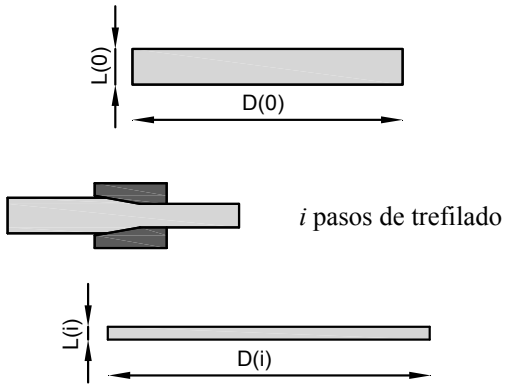


Figura 5. Cambios geométricos producto del trefilado.

Suponiendo que existe conservación de volumen para el acero durante el proceso de trefilado, la deformación plástica para el paso *i* se puede calcular como,

$$\varepsilon^{\mathrm{p}}(\mathrm{i}) = \ln\frac{L(\mathrm{i})}{L(0)} = 2\ln\frac{D(0)}{D(\mathrm{i})} \qquad (1)$$

En acero perlítico progresivamente trefilado, Embury y Fisher [1] obtuvieron una ecuación que describe de forma cuantitativa la resistencia del acero según la dirección axial σ_{R} (obtenida con el ensayo de tracción simple) a través de una relación exponencial con la deformación plástica,

$$\sigma_{\mathrm{R}}(i) = \sigma_0 + \left(\frac{k}{(2r(0))^{1/2}}\right)\exp\left(\frac{\varepsilon^{\mathrm{p}}(i)}{4}\right) \qquad (2)$$

donde σ_0 es la tensión de fricción, k un parámetro característico del material y $r(0)$ la distancia inicial entre barreras frente al movimiento de las dislocaciones.

Esta ecuación muestra las tres formas en las que es posible aumentar la resistencia de un acero perlítico: incremento de los parámetros de la ecuación (σ_0 y k), reducción del espaciado interlaminar inicial ($r(0)$) e incremento de la deformación plástica (ε^{P}). La figura 6 muestra el ajuste de Embury-Fisher para los aceros estudiados, donde se produce este último caso.

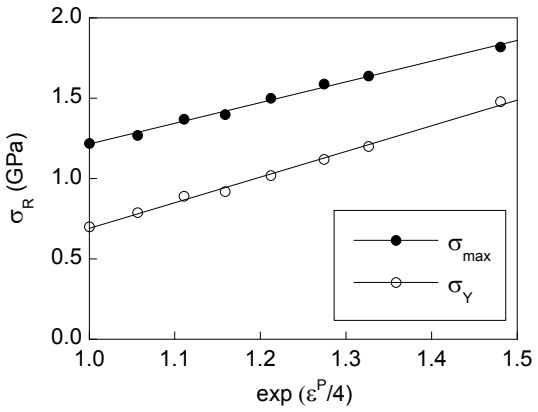


Figura 6. Relación de Embury-Fisher, aceros E0 a E7.

La ecuación de Embury-Fisher es una modificación de la relación de Hall-Petch [10,11], en la cual r(i) es la distancia media entre barreras frente al movimiento de dislocaciones y c una constante,

$$\sigma_{\mathrm{R}}(i) = \sigma_0 + k(cr(i))^{-1/2} \qquad (3)$$

Puesto que se cumple la relación de Embury-Fisher, se puede pensar que para el acero perlítico trefilado también es válida la ecuación de Hall-Petch, pero teniendo en cuenta además del espaciado interlaminar medio el ángulo medio de las láminas de perlita (ya que ambos parámetros cambian con el trefilado),

$$\sigma_{\mathrm{R}}(i) = \sigma_0 + k'\left(\frac{\bar{s}_0(i)}{\cos\bar{\beta}(i)}\right)^{-1/2} \qquad (4)$$

donde k' agrupa varias constantes. Por tanto, se ha considerado el espaciado interlaminar efectivo (el que se observaría sobre la sección transversal del alambre), y que es proporcional al diámetro del alambre (figura 7).

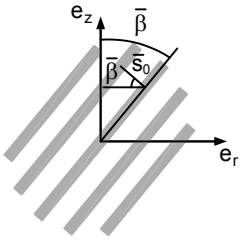


Figura 7. Espaciado interlaminar efectivo.

El ajuste de Hall-Petch (figura 8) es menos exacto que el de Embury-Fisher (figura 6), debido a la dificultad en el cálculo del espaciado interlaminar medio y del ángulo medio de la perlita frente al diámetro del alambre.

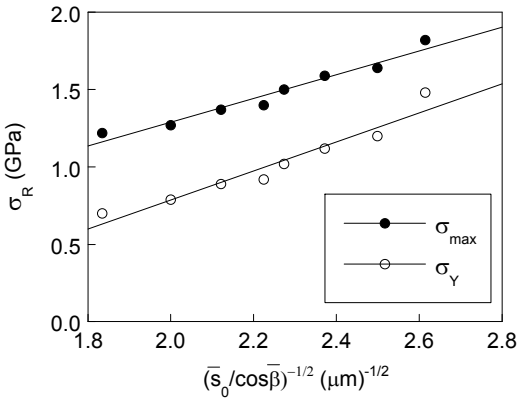


Figura 8. Relación de Hall-Petch, aceros E0 a E7.

4.2. Modelización

Los cambios producidos en las láminas de perlita con el proceso de trefilado se han modelizado a través de dos hipótesis. La primera, que permite calcular el ángulo medio de las láminas de perlita, supone que inicialmente existen colonias con todos los ángulo posibles, desde 0 a 90º, las cuales con el proceso de trefilado se deforman proporcionalmente a la probeta de ensayo (figura 9).

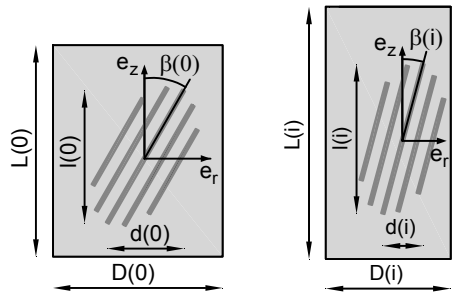


Figura 9. Cambio de ángulo producido en el trefilado.

Después de *i* pasos de trefilado, una lámina de perlita en la sección longitudinal pasará de tener una proyección radial inicial $d(0)$ a una final $d(i)$ y de una proyección inicial axial $l(0)$ a una final $l(i)$, existiendo las siguientes relaciones entre estas dimensiones en cada lámina y la geometría del alambre progresivamente trefilado,

$$\frac{d(i)}{d(0)} = \frac{D(i)}{D(0)} \tag{5}$$

$$\frac{l(i)}{l(0)} = \frac{L(i)}{L(0)} \tag{6}$$

De igual forma, el ángulo inicial $\beta(0)$ de la lámina se transforma en el ángulo $\beta(\mathrm{i})$, después de *i* pasos de trefilado,

$$\beta(i) = \mathrm{arctg}\frac{d(i)}{l(i)} \tag{7}$$

Introduciendo las ecuaciones (5) y (6) y el valor de la deformación plástica (1), parámetro característico del proceso de trefilado, se obtiene la expresión:

$$\beta(i) = \mathrm{arctg}(\exp(\varepsilon^{\mathrm{P}}(i))^{-3/2}\,\mathrm{tg}\beta(0)) \tag{8}$$

a partir de la cual se puede calcular el ángulo medio de las láminas de perlita $\overline{\beta}(i)$ en función de la deformación plástica, al considerar que inicialmente ocurren todos los ángulos con igual probabilidad,

$$\overline{\beta}(i) = \frac{1}{90}\int_0^{90} \mathrm{arctg}(\exp(\varepsilon^{\mathrm{P}}(i))^{-3/2}\mathrm{tg}\beta(0))\mathrm{d}\beta(0) \tag{9}$$

La segunda hipótesis surge de la ecuación de Embury-Fisher, obtenida para el acero perlítico trefilado como una modificación de la ecuación de Hall-Petch, donde se considera que el tamaño de las barreras frente al movimiento de las dislocaciones (interfases ferrita-cementita) varía de forma proporcional al diámetro del alambre y por tanto que el espaciado interlaminar medio efectivo también. De esta forma se obtiene la siguiente relación entre los parámetros característicos de las láminas de perlita y el diámetro del alambre,

$$\frac{\overline{s}_0(i)/\cos\overline{\beta}(i)}{\overline{s}_0(0)/\cos\overline{\beta}(0)} = \frac{D(i)}{D(0)} \tag{10}$$

El espaciado interlaminar medio, después de *i* pasos de trefilado, se puede calcular a partir de su valor inicial y de la deformación plástica, teniendo en cuenta que el ángulo medio inicial de las láminas de perlita es aproximadamente 45º,

$$\overline{s}_0(i) = \sqrt{2}\overline{s}_0(0)\cos\overline{\beta}(i)\left(\varepsilon^{\mathrm{P}}(i)\right)^{-1/2} \tag{11}$$

Los resultados para el ángulo medio de las láminas de perlita y el espaciado interlaminar medio, obtenidos a través de la modelización y de forma experimental, se muestran en las figuras 10 y 11.

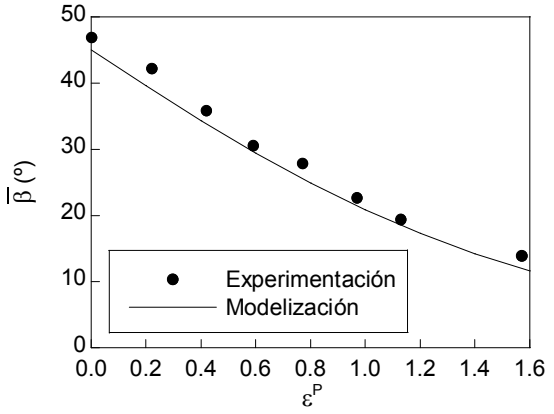


Figura 10. Angulo medio de las láminas de perlita, modelización vs. experimentación.

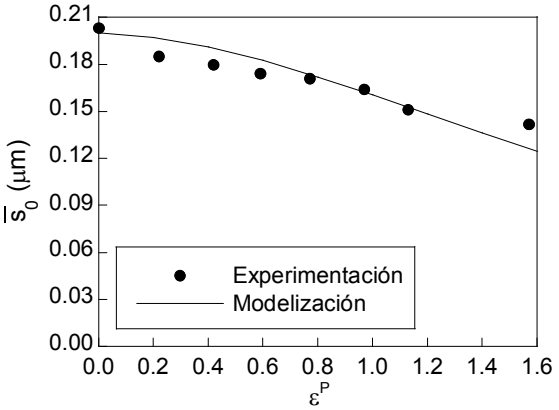


Figura 11. Espaciado interlaminar medio, modelización vs. experimentación.

En los resultados (numéricos y experimentales) se observa que las láminas de perlita experimentan una mayor orientación en los primeros pasos de trefilado, mientras que al espaciado interlaminar medio muestra una mayor disminución de su valor en los últimos pasos de trefilado [4,5] para las deformaciones estudiadas (desde ε^{P}=0 hasta ε^{P}=1.6).

5. CONCLUSIONES

El proceso de trefilado produce en el acero perlítico una serie de cambios microestructurales que modifican sus propiedades mecánicas. Las láminas de perlita se orientan progresivamente en la dirección de trefilado, al tiempo que disminuye su espaciado interlaminar. Las propiedades mecánicas, obtenidas a través del ensayo de tracción simple, mejoran con el proceso de trefilado, aumentando el límite elástico y la resistencia a tracción. La resistencia del acero, que sigue una relación tipo Embury-Fisher con la deformación plástica producida por el trefilado, también puede ajustarse a la ecuación de Hall-Petch si se tiene en cuenta el ángulo medio de orientación de las láminas de perlita junto con la variación del espaciado interlaminar medio.

Es posible modelizar los cambios geométricos producidos en las láminas de perlita con el trefilado. La variación del ángulo medio de las láminas de perlita se obtiene suponiendo que en el alambrón existen todos los ángulos posibles para las láminas de perlita con igual probabilidad y que los cambios geométricos para las láminas en la sección metalográfica longitudinal, son proporcionales a los del alambre. La evolución del espaciado interlaminar medio se calcula considerando que el *espaciado interlaminar efectivo* (medido sobre la sección metalográfica trasversal) varía de una forma proporcional al diámetro del alambre.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08), y por el suministro de acero por parte de TREFILERÍAS QUIJANO (Los Corrales de Buelna, Cantabria, España).

REFERENCIAS

[1] Embury, J.D., Fisher, R.M., "The structure and properties of drawn pearlite", *Acta Metall.* **14**, pp. 147-159, 1966.

[2] Langford, G., "Deformation of pearlite", *Metall. Trans.* **8A**, pp. 861-875, 1977.

[3] Dollar, M., Bernstein, I.M., Thompson, A.W., "Influence of deformation substructure on flow and fracture of fully pearlitic steel", *Acta Metall.* **36**, pp. 311-320, 1988.

[4] Toribio, J., Ovejero, E., "Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel", *Scr. Mater.* **39**, pp. 323-328, 1998.

[5] Toribio, J., Ovejero, E., "Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation", *J. Mater. Sci. Lett.* **17**, pp. 1037-1040, 1998.

[6] Hyzak, J.M., Bernstein, I.M., "The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels", *Metall. Trans.* **7A**, pp. 1217-1224, 1976.

[7] Kavishe, F.P.L., Baker, T.J., "Effect of prior austenite grain size and pearlite interlamellar spacing on strength and fracture toughness of a eutectoid rail steel", *Mater. Sci. Tech.* **2**, pp. 816-822, 1986.

[8] González, B., Matos, J.C., Kharin, V., Toribio, J., "Microdaño por indentación aguda Vickers en acero eutectoide progresivamente trefilado", *Anal. Mec. Fract.* **23**, pp. 85-91, 2006.

[9] Wetscher, F., Stock, R., Pippan, R., "Changes in the mechanical properties of a pearlitic steel due to large shear deformation", *Mater. Sci. Eng.* **A445-446**, pp. 237-243, 2007.

[10] Hall, E.O., "The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results", *Proc. Phys. Soc.*, Section **B64**, pp. 747-753, 1951.

[11] Petch, N.J., "The cleavage strength of polycrystals", *J. Iron Steel Inst.* **174**, pp. 25-30, 1953.

[12] Choi, H.-C., Park, K.-T., "The effect of carbon content on the Hall-Petch parameter in the cold drawn hypereutectoid steels", *Scr. Mater.* **34**, pp. 857-862, 1996.

[13] Toribio, J., "Relationship between microstructure and strength in eutectoid steels", *Mater. Sci. Eng.* **A387-389**, pp. 227-230, 2004.

[14] Nam, W.J., Bae, C.M., Lee, C.S., "Effect of carbon content on the Hall-Petch parameter in cold drawn pearlitic steel wires", *J. Mater. Sci.* **37**, pp. 2243-2249, 2002.

[15] Song, H.R., Kang, E.G., Nam, W.J., "Effect of alloying elements on work hardening behavior in cold drawn hyper-eutectoid steel wires", *Mater. Sci. Eng.* **A449-451**, pp. 1147-1150, 2007.

[16] Toribio, J., "On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel", *J. Test. Eval.* **20**, pp. 357-362, 1992.

[17] Underwood, E.E., "Quantitative Metallography", ASM Handbook 6th Edition, Vol 9, ASM International, Materials Park, USA, 1995.

[18] Hu, X., Van Houtte, P., Liebeherr, M., Walentek, A., Seefeldt, M., Vandekinderen, H., "Modeling work hardening of pearlitic steels by phenomenological and Taylor-type micro-mechanical models", *Acta Mater.* **54**, pp. 1029-1040, 2006.

[19] Buono, V.T.L., González, B.M., Lima, T.M., Andrade, M.S., "Measurement of fine pearlite interlamellar spacing by atomic force microscopy", *J. Mater. Sci.* **32**, pp. 1005-1008, 1997.

[20] Ridley, N., "A review of the data on the interlamellar spacing of pearlite", *Metall. Trans.* **15A**, pp. 1019-1036, 1984.

DEFECTOS MICROESTRUCTURALES QUE GOBIERNAN LA FRACTURA ANISÓTROPA EN ACEROS FUERTEMENTE TREFILADOS

R. Rodríguez, J. Toribio y F. J. Ayaso

Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: rociorg@usal.es

RESUMEN

Este artículo estudia la evolución microestructural del acero perlítico durante el proceso de trefilado y su posterior comportamiento anisótropo en fractura. El trefilado tiene como consecuencias principales el aumento del límite elástico, de la tensión de rotura y de la tenacidad de fractura del acero; estos cambios en las propiedades mecánicas son consecuencia directa de los cambios microestructurales sufridos: disminución del espaciado interlaminar, orientación a favor de la dirección del proceso tanto de las colonias perlíticas como de las láminas que las conforman, aumento de la densidad de dislocaciones… En el presente trabajo se presenta también la propuesta de un nuevo mecanismo de formación de la perlita. Como objeto final del estudio se realiza un análisis de la fractura localmente anisótropa que se ha obtenido en los aceros fuertemente trefilados.

ABSTRACT

This paper studies the microstructure evolution of the pearlitic steel during the cold drawing process and its anisotropic fracture behaviour. The cold drawing process produces consequences in the form of increase of the yield strength, of the ultimate tensile strength and of the fracture toughness of the steel; these changes of mechanical properties are a direct consequence of the microstructural changes: increase of dislocations density, decrease of interlamellar spacing and progressive orientation of pearlitic colonies and lamellae in the drawing direction. In the present paper a new pearlite formation mechanism is proposed. The final aim of the work is the analysis of the locally anisotropic fracture in heavily drawn steels.

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico, Fractura anisótropa, Trefilado.

1. INTRODUCCIÓN

El trefilado produce cambios microestructurales en el acero, cambios tales como una re-orientación de las colonias de perlita y de las láminas que las conforman, una disminución progresiva del espaciado interlaminar, así como un aumento en la esbeltez de las mismas [1,2]. Cabe destacar la existencia de colonias cuyas láminas no se han orientado en la dirección del proceso de trefilado (pseudocolonias perlíticas), las cuales presentan un espaciado interlaminar anómalo [3,4]. En la microestructura del acero se pueden encontrar inclusiones, las cuales se pueden clasificar por su origen, tamaño y composición [5]. En el acero objeto de estudio se han observado multitud de inclusiones, entre las cuales destacan por su composición algunos óxidos, silicatos, sulfuros de manganeso, carburos y en menor proporción nitruros [6]. Estas inclusiones presentes en el acero van a sufrir cambios a lo largo del proceso de trefilado, cambios los cuales pueden tener su influencia en el posterior comportamiento en fractura del acero [7]. Algunos investigadores han estudiado la influencia de estas inclusiones en la iniciación de la grieta generada por fatiga [8], pero en su mayoría los estudios concernientes a éstas se centran en la distribución y la morfología de las mismas [9].

En el presente artículo se estudian los cambios micro-estructurales sufridos a lo largo del proceso de trefilado que puedan tener una posterior influencia en la fractura localmente anisótropa observada en los aceros pertenecientes a los últimos pasos del proceso de trefilado [10]. Este comportamiento en fractura se ha observado en probetas pertenecientes a aceros fuertemente trefilados sometidas a ensayos de tracción simple. El artículo se centra en la evolución de las pseudocolonias y de las inclusiones en el acero a lo largo del proceso de trefilado, analizando los cambios sufridos en las diferentes etapas del proceso. Para llevar a cabo dicho estudio se han empleado técnicas de materialografía y de microscopia electrónica de barrido (MEB). El análisis cualitativo de las inclusiones encontradas se ha llevado a cabo mediante la utilización de una unidad de análisis de energía de dispersión de rayos X (EDX) acoplada al propio microscopio electrónico de barrido.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el siguiente estudio se ha empleado acero perlítico eutectoide perteneciente a una cadena real de trefilado formada por siete hileras de trefilar, analizando desde el alambrón inicial hasta el alambre de pretensado comercial. La nomenclatura utilizada para identificar los alambres analizados consta de una letra (en este caso acero tipo E), que identifica la composición del acero (tabla 1), y de un número representativo del paso de trefilado al que pertenece el alambre en cuestión: el número 0 para el alambrón inicial, 7 para el producto final, y los números del 1 al 6 para identificar los alambres correspondientes a los pasos intermedios. Las propiedades mecánicas de cada uno de los alambres estudiados están indicadas en la tabla 2.

Tabla 1. Composición Química del Acero E (%).

C	Mn	Si	P	S	Al	Cr	V
0.79	0.68	0.21	0.01	0.01	0.003	0.22	0.06

Tabla 2. Propiedades mecánicas del acero tipo E.

Acero	E (GPa)	σ_Y (GPa)	σ_R (GPa)	ε^P_{acum} (%)
E0	199	0.72	1.23	0.00
E1	192	0.83	1.28	0.22
E2	194	0.91	1.36	0.42
E3	192	0.93	1.41	0.59
E4	196	1.02	1.50	0.78
E5	199	1.13	1.60	0.97
E6	200	1.16	1.62	1.13
E7	208	1.49	1.83	1.57

Sobre probetas de alambre representativas de cada una de las etapas del proceso de trefilado se han realizado dos tipos de ensayo: un ensayo materialográfico previo a los ensayos de Tracción Simple (*pre-TS*) para conocer la evolución microestrucutural del acero con el proceso de conformación, y un ensayo materialográfico posterior al ensayo de Tracción Simple (*post-TS*) para estudiar la influencia de la microestructura en el comportamiento anisótropo en fractura.

Durante los ensayos de tracción simple realizados sobre las diversas probetas se ha observado que se alcanza un valor máximo de carga F_{MAX} para a continuación mostrar un descenso de carga y un aumento del alargamiento, i.e., aparece un *cuello de estricción*; es en este momento del ensayo cuando se genera un fuerte daño microestructural previo a la fractura total por separación de superficies de la probeta. Los ensayos de tracción simple realizados para el presente estudio se han detenido en los instantes previos a la fractura final de los alambres de acero, en pleno desarrollo del cuello de estricción. Una vez detenidos los ensayos se ha procedido a realizar un estudio materialográfico de la sección longitudinal del cuello de estricción: sección paralela al eje longitudinal de los alambres.

3. RESULTADOS

3.1 Nuevos mecanismos de formación de la perlita.

Se han detectado nuevas morfologías de las láminas de ferrita y cementita que conforman las colonias. Han sido numerosos los mecanismos de formación de perlita propuestos a lo largo de la historia [11], para estas nuevas morfologías se ha planteado un nuevo mecanismo de formación de perlita con forma de *láminas coaxiales*, ya sea en forma de cono o cilindro. El nuevo mecanismo propuesto es de corto alcance, i.e., dichas colonias están conformadas por pocas láminas, y se ha podido observar en micrografías pertenecientes a la sección longitudinal y transversal de alambre, tal y como se observa en las figuras 1 y 2. La creación de la colonia de perlita se puede producir por la segregación del carbono alrededor de impurezas "ricas" en dicho elemento formándose de esta forma las fases alternas de ferrita y cementita.

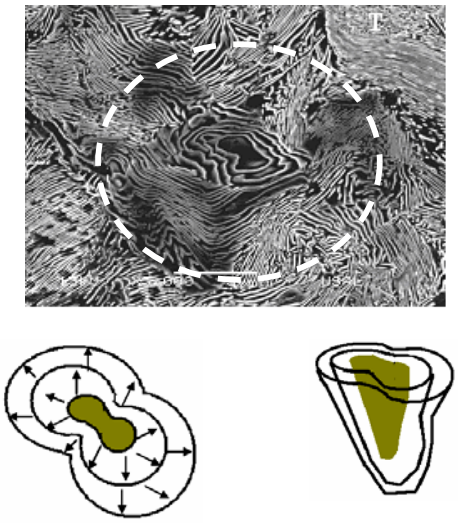


Figura 1. Nuevo mecanismo de formación de la colonia perlítica: sección transversal del alambre.

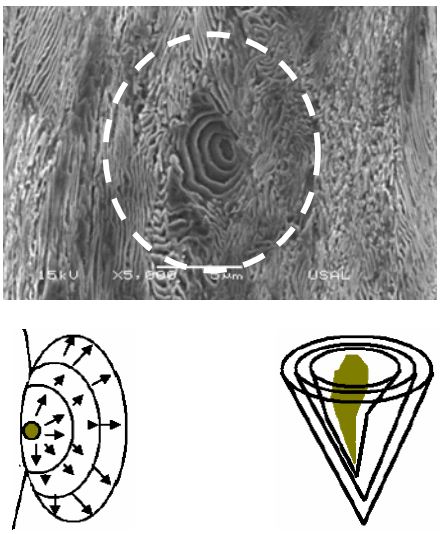


Figura 2. Nuevo mecanismo de formación de la colonia perlítica: sección longitudinal del alambre.

3.2. Pseudocolonias perlíticas.

Las pseudocolonias perlíticas son colonias especiales cuyas láminas no se han orientado en la dirección del trefilado; tales colonias poseen un espaciado inter-laminar anómalo, creciente a medida que avanza el proceso de trefilado [1]. Como las demás colonias de perlita que componen la microestructura del acero, adquieren mayor esbeltez y se orientan a favor de la dirección del trefilado. Dentro del análisis micro-estructural se detectó una pseudocolonia perlítica en forma de *cuña* o *raíz de diente*. En la figura 3 se muestra la sección longitudinal de un alambre E5 (cinco hileras de trefilar). En dicha sección se puede observar que una de las colonias que rodean a la pseudocolonia (la colonia inferior, junto con sus láminas, orientada en la dirección del trefilado) opone más resistencia a la deformación longitudinal que las colonias laterales (comparativa-mente menos rígidas por causa de de la orientación inicial de sus láminas), actuando como un obstáculo para la libre deformación longitudinal de dicha pseudocolonia, generándose de esta manera una geometría en la cual la colonia que opone una resistencia excepcional se encuentra rodeada por la nueva pseudocolonia con forma de *cuña*. La geometría en forma de *cuña* o *raíz de diente* no sólo es debida a la presencia de la colonia de alta resistencia sino también por las colonias que la rodean lateralmente, las cuales deforman la pseudocolonia perlítica, haciendo que ésta tenga que adaptarse a la *colonia obstáculo* que se encuentra por su parte inferior.

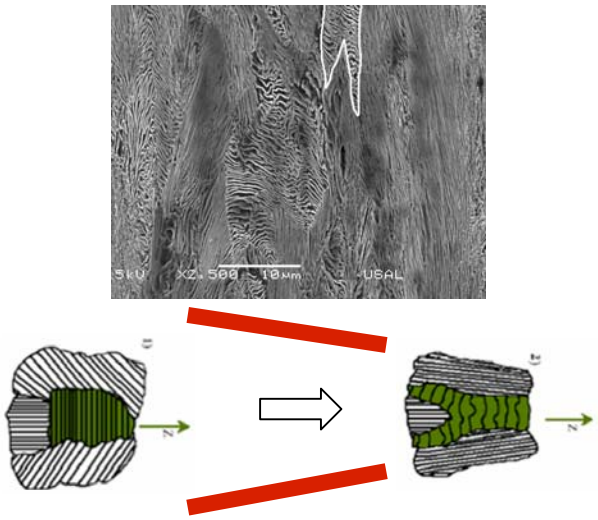


Figura 3. Pseudocolonia perlítica con forma de raíz de diente en un acero E5 (5 pasos de trefilado).

3.3. Inclusiones.

Entre las inclusiones analizadas se han encontrado partículas de segunda fase o endógenas como MnS (de apariencia mate, con formas irregulares), SiO_2 (óxidos) y Al_2O_3 (de apariencia brillante y con formas más regulares). En menor proporción también se encontraron inclusiones utilizadas para la formación de nuevas fases, durante la solidificación del acero, a modo de agentes nucleantes. Principalmente los compuestos encontrados son: Ti_2O_3, silicatos de Mn ($MnOSiO_2$, $MnSiO_3$), silicatos de aluminio (SiO_2, AlO_3), TiN, Vn y Ca. Las inclusiones a lo largo del proceso de trefilado van sufriendo cambios que en gran medida van a depender de la composición química de las mismas.

En el análisis de la evolución de las inclusiones a lo largo del proceso de trefilado se ha observado el cómo las partículas compuestas por óxidos, nitruros y carburos se comportan como partículas duras, las cuales apenas se deforman a lo largo del proceso. Éstas partículas poseen mayor resistencia a la deformación plástica (impuesta por el propio proceso de trefilado) que la matriz perlítica que las rodea, por lo cual a medida que avanza el proceso de trefilado se produce el despegue de las mismas, generando micro-cavidades alrededor de las inclusiones, tal y como se puede ver en la figura 4.

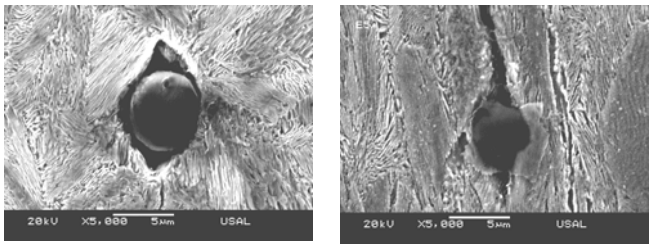


Figura 4. Inclusiones "duras" en un acero E1 (Izda.) y en un acero E5 (Dcha.).

Por el contrario las inclusiones compuestas por sulfuros de manganeso poseen menor resistencia a la deformación plástica que la matriz perlítica circundante. Dichas inclusiones se deformarán a lo largo del proceso de trefilado, en la dirección del mismo, llegando incluso a fragmentarse, tal y como se observa en la figura 5.

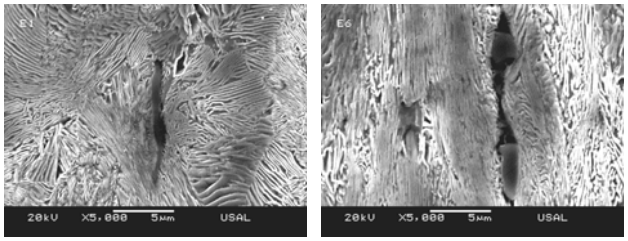


Figura 5. Inclusiones "blandas" en un acero E1 (Izda.) y en un acero E6 (Dcha.).

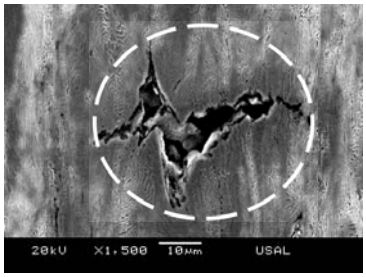
Cabe destacar además la presencia de inclusiones compuestas por silicatos, las cuales presentan un comportamiento intermedio a las anteriormente citadas.

3.4. Ensayos de tracción simple

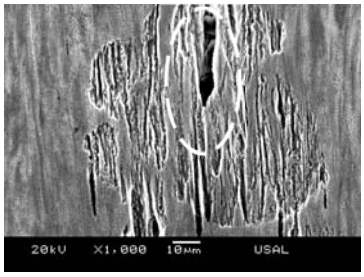
Los ensayos realizados de tracción simple tienen como objeto principal, en el presente estudio, el obtener un cuello de estricción lo mayor posible, i.e., sin llegar a la fractura total del acero. Los ensayos fueron interrumpidos cuando el cuello de estricción estaba claramente desarrollado y a poder ser posible en los instantes previos a la fractura final. De los alambres ensayados se obtuvieron micrografías de la zona de

proceso de fractura, micrografías las cuales fueron obtenidas a partir de secciones longitudinales del alambre en la zona correspondiente al cuello de estricción. En el examen micrográfico se ha observado que en el cuello de estricción perteneciente al alambrón inicial no se presentan indicios de deformación en las inclusiones y sus alrededores.

Para el caso de aceros fuertemente trefilados (E4, E5, E6, y E7) se pueden ver inclusiones deformadas en la dirección del proceso de trefilado, las cuales presentan micro fisuras a su alrededor. En la zona de proceso de fractura del quinto paso del proceso de trefilado (acero E5) se pueden observar micro-fisuras que engloban inclusiones y las deformaciones de éstas [figura 6 (a)]. En el alambre de pretensado comercial (acero E7) se pueden ver zonas de iniciación de la fractura en las cuales también se encuentran presentes inclusiones. Las inclusiones que se muestran se encuentran muy deformadas en la dirección del proceso de trefilado, e incluso fragmentadas [véase la figura 6 (b)].



(a)



(b)

Figura 6. Zona de proceso de fractura en el cuello de estricción de un acero E5 (a) y E7 (b).

De los ensayos en los cuales se llegó a la fractura total, se ha estudiado la sección longitudinal de la superficie de fractura. Las micrografías pertenecientes muestran cómo en el alambrón inicial la presencia de inclusiones tiene una influencia mínima en la deflexión del camino de fractura, puesto que por un lado macroscópicamente no se observa (comport-miento isótropo en fractura) y, por otro lado, las inclusiones no presentan deformación ni fisuración alguna, salvo el caso particular de las inclusiones denominadas "blandas", que sí aparecen deformadas en la dirección longitudinal del alambre por causa de la laminación en caliente a la que es sometido el acero para obtener el alambrón inicial. Por el contrario, en el alambre de pretensado comercial, se puede observar el cómo las inclusiones, su forma alargada, así como la fisuración en torno a las mismas por causa de la deformación plástica a la que es sometido el alambre durante el trefilado, son posibles fuentes inductoras para la deflexión del camino de fractura (figura 7).

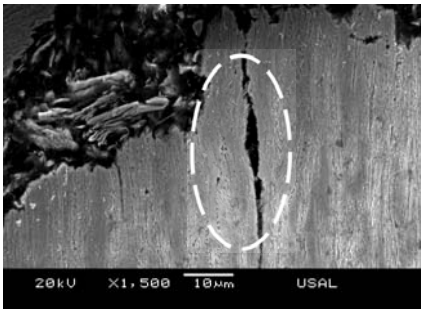


Figura 7. Superficie de fractura de un alambre de pretensado después de un ensayo de tracción.

4. DISCUSIÓN

Las probetas pertenecientes al acero objeto de estudio fueron ensayadas previamente a tracción simple [10] para su caracterización mecánica y para el estudio de su comportamiento en fractura. Se analizaron las distintas superficies de fractura de cada paso del proceso de trefilado. En dichas superficies de fractura se observa cómo a partir del tercer paso de trefilado la fractura presenta un comportamiento anisótropo en fractura, es decir, el camino de fractura sufre una deflexión en la dirección del proceso. Por el contrario en los primeros pasos del proceso de trefilado, alambres débilmente trefilados, se observa una superficie de fractura contenida en el plano transversal al eje longitudinal del proceso de trefilado. En las siguientes fractografías de la figura 8 se pueden observar las superficies de fractura correspondientes a los distintos pasos del proceso de trefilado y cómo a partir del tercer paso de trefilado aparecen marcas radiales, en forma de pequeños valles y crestas, que parten del centro de la probeta hacia el exterior de la misma, dando lugar a un comportamiento anisótropo en fractura. Para todos los casos estudiados la fractura se incuba en el centro del alambre y se propaga radialmente hacia el exterior del mismo.

Por otra parte en los ensayos de tracción simple la tensión generada es uniaxial y uniforme, pero a partir del momento en que se forma el cuello de estricción (figura 9) 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. Una solución aproximada para describir este estado tensional ha sido propuesta por Davindenkov y Spiridonova [12] para el cálculo de σ_Z, σ_r y σ_θ (con $\sigma_r = \sigma_\theta$):

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_Y} = \frac{a^2 - r^2}{2aR}; \qquad \frac{\sigma_z}{\sigma_Y} = 1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \tag{1}$$

solución en la cual 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.

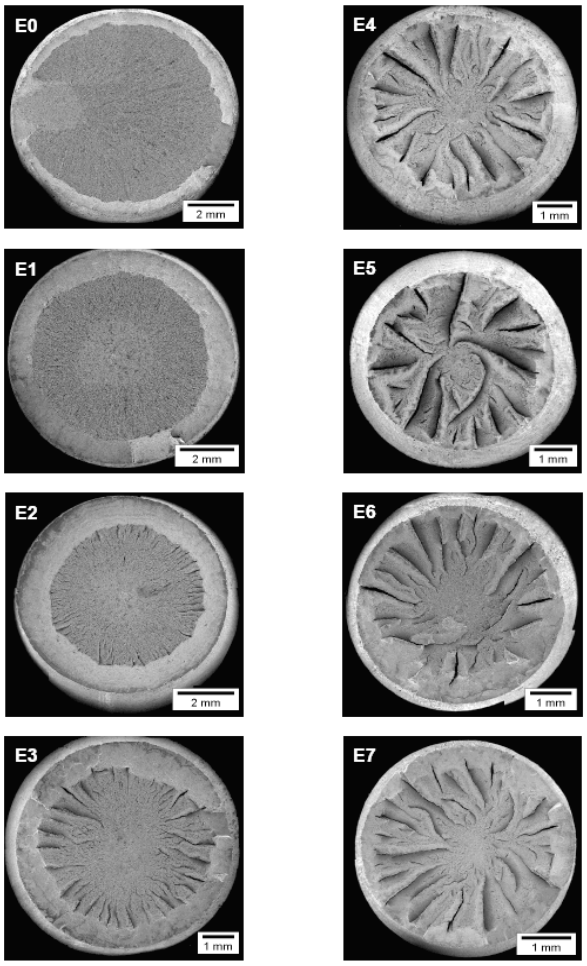


Figura 8. Superficies de fractura obtenidas mediante ensayos de Tracción Simple, acero E.

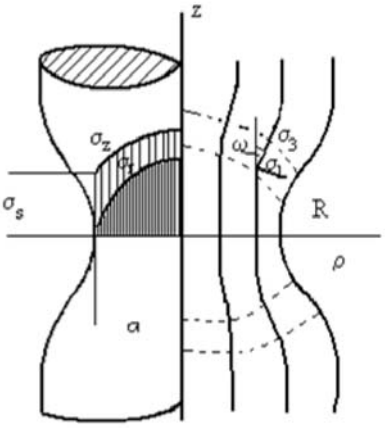


Figura 9. Distribución tensional: cuello de estricción.

Las pseudocolonias perlíticas, como se ha comentado anteriormente, se orientan en la dirección del proceso de trefilado, pero sus láminas quedan de forma transversal y cada vez más curvadas, llegando incluso a romperse, a medida que avanza el proceso de conformación plástica. Son por lo tanto lugares "débiles" a través de los cuales podría propagarse la fractura, especialmente en aquellas pseudocolonias que muestran un microdaño en la forma de fisuras en sus láminas de cementita, tal y como se puede ver en la figura 10. Es por ello que se establece como una de las posibles causas de la desviación del camino de fractura la presencia de pseudocolonias cada vez más deformadas en los aceros fuertemente trefilados. El camino de fractura al alcanzar dichas pseudo-colonias puede deflectar en la dirección del proceso de trefilado, gracias a la acción conjunta de la tensión radial generada durante la formación del cuello de estricción, tal y como se representa en la figura 10.

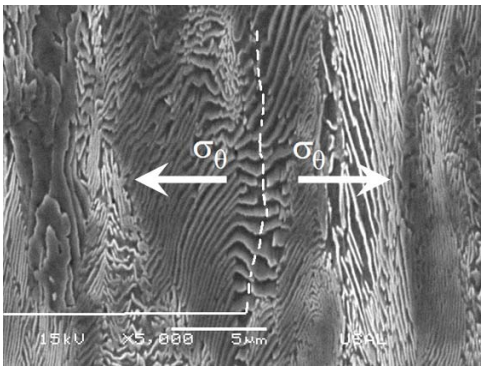


Figura 10. Posible deflexión del camino de fractura a través de una pseudocolonia

La presencia de inclusiones en el acero perlítico fuertemente trefilado puede favorecer también la deflexión del camino de fractura (figura 11), las inclusiones se deforman a lo largo del proceso de trefilado, presentándose muy deformadas en los aceros fuertemente trefilados. El camino de fractura al atravesar una inclusión deformada tiene una posibilidad de desviarse en la dirección del proceso de trefilado, ayudada además por la tensión radial generada durante la formación del cuello de estricción, tensión la cual tiende a separar las dos caras de la fisura longitudinal que se ha creado en torno a las inclusiones del acero.

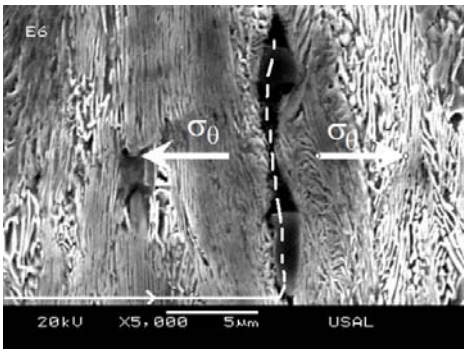


Figura 11. Posible deflexión del camino de fractura a través de una inclusión.

5. CONCLUSIONES

En el presente artículo se ha realizado un estudio materialográfico correspondiente a la microestructura del acero perlítico a medida que éste es introducido por cada una de las hileras de trefilar que conforman el proceso de trefilado al que es sometido. Dicho estudio materialográfico se ha centrado fundamentalmente en las irregularidades que presenta el acero en su micro-estructura, irregularidades que se pueden clasificar en dos grupos: pseudocolonias perlíticas e inclusiones.

En cuanto a las pseudocolonias perlíticas se refiere se ha propuesto un nuevo mecanismo de formación de las mismas en forma de *cuña* o *raíz de diente*, generándose dicha geometría gracias al propio proceso de trefilado en sí y por las condiciones de contorno impuestas por las colonias perlíticas colindantes a la colonia perlítica en cuestión.

En cuanto a las inclusiones se refiere se ha realizado un estudio de la evolución de las mismas con el proceso de trefilado, encontrándose que dicho proceso de trefilado provoca una deformación longitudinal de las mismas en la dirección longitudinal del alambre, en especial para aquellas que soportan deformaciones plásticas ("inclusiones blandas", tales como los sulfuros). Se ha observado además que en torno a cada una de las inclusiones se genera una microfisura longitudinal al no soportar éstas la misma deformación plástica a la que es sometido el acero perlítico durante el trefilado

Se ha presentado un nuevo mecanismo de crecimiento para una colonia de perlita con *forma de láminas coaxiales* ya sea en la forma de cono o en la forma de cilindro, siendo éste un mecanismo de crecimiento de corto alcance, puesto que el tamaño que llegan a alcanzar dichas colonias perlíticas en cuestión es claramente más pequeño que el tamaño medio de las colonias de los alambres que las contienen.

Se ha presentado una relación propia de la Ciencia de Materiales entre la presencia de las pseudo-colonias perlíticas y de las inclusiones (junto con la micro-fisuración en torno a las mismas) en la micro-estructura del acero perlítico fuertemente trefilado y el comportamiento anisótropo en fractura que presentan dichos alambres de acero: en dichos defectos se pueden generar fisuras longitudinales por cortadura o la deflexión del camino de fractura debido a la presencia de un campo tensional adecuado en torno a ellas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08), y por el suministro de acero por parte de EMESA TREFILERÍA (Arteixo, La Coruña, España).

REFERENCIAS

[1] J. Toribio and E. Ovejero. "*Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation*" Materials Science and Engineering A234-236, pp. 579-582 (1997).

[2] J. Toribio and E. Ovejero. "*Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation*" Journal of Materials Science Letters 17, pp. 1037-1040 (1998).

[3] J. Toribio, E. Ovejero and M. Toledano. "*Microstructural bases of anisotropic fracture behaviour of heavily drawn steel*" International Journal of Fracture 87, pp. L83-L88 (1997).

[4] J. Toribio, E. Ovejero, F .J. Ayaso y R. Rodríguez. "*Identificación de nuevas unidades micro-estructurales en aceros eutectoides trefilados*" 5º Jornadas Internacionales de Materialografía y Caracterización Microestructural, INASMET, Mayo 2008.

[5] A. D.Wilson. "*The influence of thickness and rolling ratio on the inclusion behavior in plate steels*" Metallography 12, pp. 233-255 (1979).

[6] R. Rodríguez. "*Análisis del micro-daño y de la presencia de inclusiones en aceros progresivamente trefilados*" (Directores: J. Toribio y F.J. Ayaso). Grado de Salamanca. Universidad de Salamanca (2008).

[7] F.J. Ayaso, B. Gónzalez y J. Toribio. "*Influencia de las inclusiones sobre el comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados*" Anales de Mecánica de la Fractura 24, pp. 99-104 (2007).

[8] C.D. Liu, M.N. Bassim and S. Lawrence. "*Evaluation of fatigue-crack initiation at inclusions in fully pearlitic steels*" Materials Science and Engineering A 167, pp. 107-113(1993),

[9] S.R. Collins and G.M. Michal. "*Inclusion engineering for improved fatigue response in forged AISI 4140 steel*" Conf. High Performance Structural Steels, Cleveland, OH, USA, pp. 269-280 (1995).

[10] F. J. Ayaso, B. González, J.C. Matos, D. Vergara, M. Lorenzo y J. Toribio. "*Analisis fractográfico cuantitativo del comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados*". Anales de Mecánica de la Fractura 22, pp 128-133 (2005).

[11] P. R. Howell. "*The pearlite reaction in steels: mechanisms and crystallography*" Materials Characterization 40, pp. 227-268 (1998).

[12] L. M. Kachanov, *Fundamentals of the theory of plasticity*, Dover Publications, New York (2004).

LOCALIZACIÓN DE LA DEFORMACIÓN DURANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN: RESULTADOS EXPERIMENTALES Y NUMÉRICOS

D. A. Cendón, J. M. Atienza, M. Elices

Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, Avda Profesor Aranguren s/n,
28080 Madrid, España.
E-mail: dcendon@mater.upm.es

RESUMEN

La curva tensión-deformación de un material se determina a partir de la curva fuerza-desplazamiento del ensayo de tracción hasta el punto de fuerza máxima, asumiendo que no se ha producido localización alguna de las deformaciones. Sin embargo, tanto la localización de la deformación como la rotura en un ensayo de tracción siguen siendo fenómenos sin una completa explicación. En este artículo se han estudiado la estricción y rotura en probetas planas. Se ha realizado una campaña experimental de ensayos de tracción extensamente instrumentados sobre acero perlítico. Un sistema de extensometría óptica ha permitido obtener los mapas de deformación en la superficie de las probetas durante todo el ensayo. Los ensayos se han reproducido numéricamente para estudiar los mecanismos de localización y rotura. Se ha comprobado que los fenómenos de estricción son muy sensibles a las imperfecciones de la probeta, pudiendo éstas resultar críticas a la hora de obtener la curva tensión-deformación e incluso el mecanismo de rotura.

ABSTRACT

The stress-strain curve of a material is usually obtained from the load-displacement curve measured during a tensile test, assuming no strain localization in the specimen up to maximum load. However, strain localization and material failure as well, are two phenomena not fully explained up to date. Failure and strain localization on plane tensile specimens has been studied in this work. A deeply instrumented experimental benchmark on pearlitic steel has been developed. Surface strain fields have been recorded throughout the tests, using an optical extensometer, and showing the strain localization and failure processes. The tests have been numerically modelled for a deeper analysis. Preliminary results show a substantial influence of geometrical specimen defects on the strain localization phenomena, and may result critical on the stress-strain curves obtained and in the failure mechanisms as well.

PALABRAS CLAVE: Estricción, Deformación de Rotura, Ensayo de Tracción

1. INTRODUCCIÓN

El ensayo de tracción es la técnica experimental más utilizada para medir las propiedades mecánicas de los materiales metálicos [1]. Con él se suelen obtener los parámetros que definen el comportamiento del material, ya sea en régimen elástico, plástico, e incluso en rotura.

Hasta hace poco, se consideraba que los parámetros elásticos (módulo de elasticidad, coeficiente de Poisson y límite elástico) eran suficientes para definir el comportamiento mecánico de los metales, ya que las piezas se diseñaban para que nunca sobrepasasen el límite elástico en sus condiciones de trabajo. Sin embargo los avances en el conocimiento de la plasticidad y el desarrollo de potentes herramientas numéricas han posibilitado el cálculo y la aplicación de estos materiales dentro de la región plástica. Así, la determinación de parámetros como la curva de endurecimiento plástico y, especialmente, el límite máximo en el que puede utilizarse el material, es decir, su límite de rotura en tensiones y deformaciones, han pasado a tener una gran importancia.

Para obtener la curva de endurecimiento plástico de un material se emplea la curva fuerza-desplazamiento obtenida en el ensayo de tracción hasta el punto de fuerza máxima, suponiendo deformaciones homogéneas en la probeta hasta ese instante. Sin embargo, tanto la localización de la deformación como la rotura son fenómenos en los que influyen variables difíciles de controlar, las imperfecciones entre ellas. Por ello, esta hipótesis de deformación homogénea hasta carga máxima no siempre resulta válida.

Por otra parte, para el ensayo de tracción se utilizan indistintamente diferentes tipos de probetas (planas o

cilíndricas), sin tener en cuenta que la geometría de las mismas puede afectar a la triaxialidad de tensiones existente durante el ensayo y repercutiendo de forma determinante en la deformación de rotura. Este fenómeno, a pesar de su importancia, no suele tenerse en cuenta a la hora de analizar la rotura en un ensayo de tracción.

Parece, por tanto, que entender cómo se localiza la deformación durante el ensayo de tracción y cómo se produce la rotura resultaría fundamental para poder interpretar los resultados experimentales y por ende las propiedades mecánicas que se pueden extraer de ellos.

En este trabajo se presenta parte de una investigación enfocada a estudiar los mecanismos de rotura de los aceros de construcción. Se han estudiado los fenómenos de estricción y rotura en probetas planas. Para ello se ha realizado una campaña experimental de ensayos de tracción extensamente instrumentados sobre acero perlítico. Mediante un sistema de extensometría óptica se han obtenido los mapas de deformación en la superficie de las probetas durante todo el ensayo. Puesto que para caracterizar adecuadamente la rotura resulta fundamental conocer, no sólo las deformaciones, sino también el estado tensional en el instante de rotura [2-4], se han realizado simulaciones numéricas encaminadas a reproducir los ensayos con la mayor fidelidad posible.

Los resultados preliminares muestran cómo en probetas del mismo espesor nominal, parámetros a los que no se les suele prestar suficiente atención, tales como la precisión de la geometría del mecanizado, el desalineamiento en la carga o el acabado superficial, pueden resultar críticos a la hora de obtener las propiedades mecánicas en régimen plástico, en la localización de la deformación, en la curva tensión-deformación obtenida (que podría diferir bastante del comportamiento real del material) e incluso en el mecanismo de rotura de la probeta.

2. CAMPAÑA EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

El material estudiado en este trabajo es acero eutectoide, similar al utilizado para obtener los alambres de pretensado. Se ha utilizado el alambrón de partida (12.5 mm diámetro), previo al proceso de trefilado en frío, suministrado por la fábrica EMESA-Trefilería (Arteixo-La Coruña). La microestructura perlítica, obtenida mediante un enfriamiento controlado desde la temperatura de austenización, está formada por finas láminas de ferrita y cementita. En el material previo al proceso de trefilado no se percibe una orientación preferencial de dichas láminas, lo que permite suponer que se trata de un material isótropo en sus propiedades mecánicas. Ensayos de dureza realizados sobre las diferentes direcciones [5] han confirmado esta hipótesis de isotropía.

2.2. Probetas

A partir del alambrón de partida se obtuvieron probetas con una región de estudio plana de 1 mm de espesor, con la forma y dimensiones que aparecen en la Figura 1.

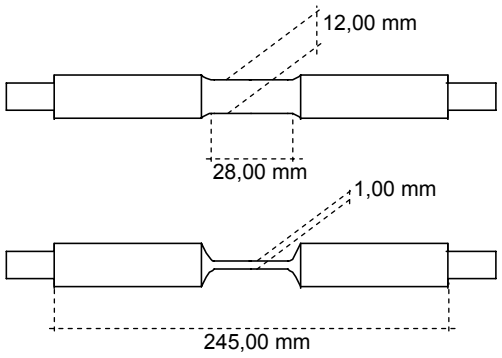


Figura 1. Forma y dimensiones de las probetas utilizadas para los ensayos de tracción.

2.3. Ensayos e instrumentación

Los ensayos se realizaron en una máquina universal estática marca Suzpecar con control en desplazamiento. La velocidad de solicitación durante todo el ensayo fue 0.5 mm/s (velocidad de deformación aproximada de 2%/min). La carga se midió con una célula de carga HBM, modelo U2, de 10 TN de capacidad.

Para obtener la máxima información sobre el proceso de deformación, las probetas se instrumentaron de forma intensiva utilizando dos extensómetros resistivos gemelos, uno a cada lado de la probeta, abarcando toda la zona plana, y un sistema de medida de desplazamientos y deformaciones mediante óptica de alta resolución (Vic-2D) [6]. Este sistema mide el desplazamiento de un conjunto aleatorio de puntos que se marcan en la superficie de la probeta antes de empezar el ensayo. Después, mediante un software específico, interpola el campo de desplazamientos en toda la superficie utilizando funciones a trozos, tipo "splines", obteniendo de esta manera un campo continuo que puede derivarse para obtener el campo de deformaciones. Este sistema permitió obtener el contorno de deformaciones durante todo el proceso de carga de las probetas y, en particular, en el instante de la rotura de las mismas (con una resolución temporal de 1 segundo). En la Figura 2 se muestra el dispositivo experimental.

3. SIMULACIONES NUMÉRICAS

Se han tratado de reproducir numéricamente cuatro ensayos experimentales (E1, E2, E3 y E4 en lo sucesivo) para analizar con mayor profundidad los resultados de las medidas de los contornos de deformación y conocer el estado tensional en el instante de la rotura.

Figura 2. Dispositivo experimental.

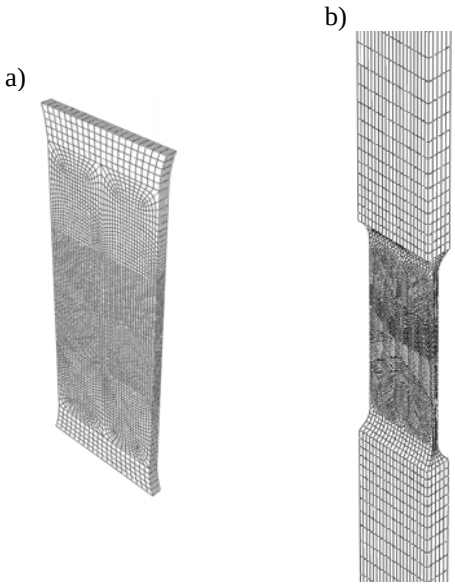


Figura 3. Mallas utilizadas: a) inicialmente, sólo de la zona central; b) malla completa para los cálculos definitivos.

3.1. Características generales

Las simulaciones numéricas se realizaron con el programa comercial ABAQUS (versión 6.7) bajo sistema operativo Windows Server 2003 R2 Enterprise X64, en una estación de trabajo Dell con dos procesadores de cuádruple núcleo (X5365 @ 3.00 GHz) y 8Gb de memoria RAM.

3.2. Modelo de material

La modelización se hizo con la hipótesis de grandes desplazamientos. Como criterio de plasticidad se utilizó el de Von Mises. La curva de endurecimiento por deformación se obtuvo experimentalmente a partir del ensayo a tracción de una probeta cuidadosamente mecanizada (con un espesor de 1±0,05 mm) y habiendo comprobado que las medidas con dos extensómetros situados a ambos lados eran prácticamente las mismas. El resto de las propiedades mecánicas, también medidas en este ensayo, fueron: módulo de elasticidad, 190 MPa. Coeficiente de Poisson, 0,30. Límite elástico al 0,2%, 720 MPa.

3.3. Mallado e introducción de las imperfecciones geométricas

Inicialmente se realizaron mallas tridimensionales de la zona rebajada de las probetas, con un espesor constante igual a un milímetro (figura 3a). Sin embargo, como se explica en el apartado 4.2, los cálculos con estas mallas no proporcionaron buenos resultados. Por ello fue preciso realizar nuevas mallas que tuvieran en cuenta las imperfecciones producidas por el proceso de fabricación de las probetas. De esta manera se llegó a unas mallas con las mismas dimensiones que las probetas reales completas, no limitándose únicamente a la zona rebajada (figura 3b). En ambos tipos de malla, se utilizaron elementos hexaédricos de 8 nodos, con un tamaño mínimo de 0,2 mm.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Observaciones experimentales

La figura 4 muestra los resultados carga-desplazamiento obtenidos en los cuatro ensayos de tracción con probetas de 1,00 mm de espesor. La figura 5, por su parte, muestra los contornos de deformación vertical medidos con el dispositivo Vic-2D en el instante de alcanzar el 85% de la carga máxima. Por último, la figura 6 muestra el aspecto de los patrones de rotura obtenidos en las cuatro probetas. A pesar de tratarse de probetas de las mismas dimensiones nominales (1mm de espesor), por lo que cabría esperar que los resultados fueran muy repetitivos, cabe destacar los siguientes aspectos:

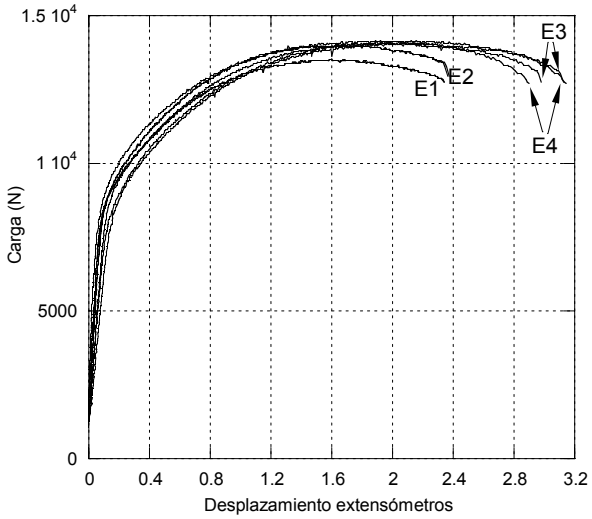


Figura 4. Curvas carga-desplazamiento experimentales. Nótese la diferencia entre las medidas de los extensómetros gemelos en los ensayos E3 y E4.

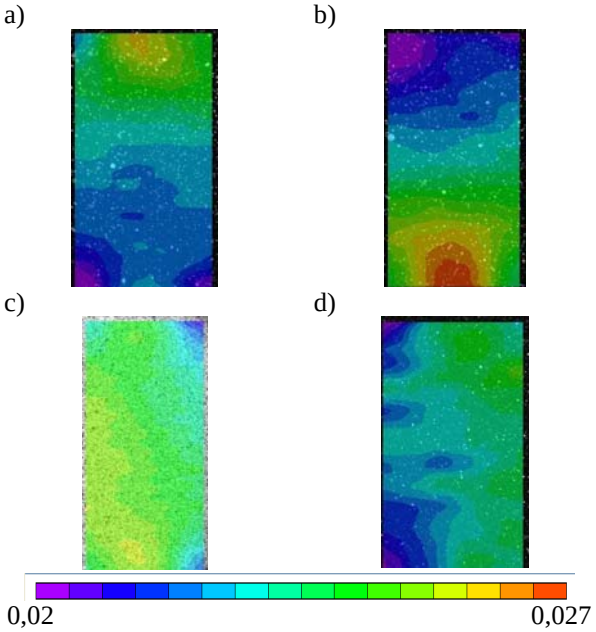


Figura 5. Contornos de deformación vertical medidos experimentalmente, al 85% de carga máxima para las probetas: a) E1; b) E2; c) E3; d) E4.

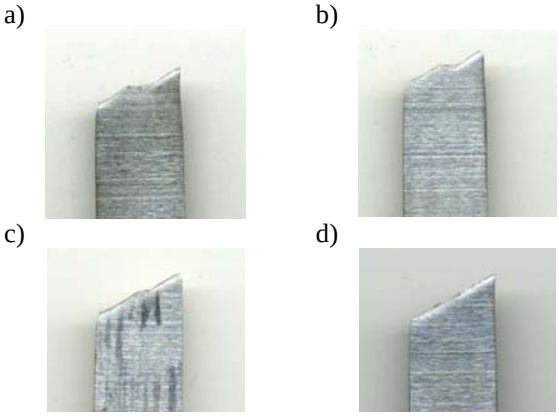


Figura 6. Patrones de rotura obtenidos para las probetas: a) E1; b) E2; c) E3; d) E4.

- Las curvas carga-desplazamiento muestran una dispersión dentro de lo normal, excepto el desplazamiento de los extensómetros en el instante de rotura que presenta diferencias importantes, especialmente comparando las probetas E1 y E2 frente a las E3 y E4 (figura 4);

- los contornos de deformaciones en instantes previos al de carga máxima fueron bastante distintos entre sí, a pesar de que hasta ese instante, las curvas carga-desplazamiento son bastante similares (figura 5);

- la deformación deja de ser homogénea en la probeta y muestra zonas en las que se localiza la deformación bastante antes del máximo de carga en el ensayo. Este resultado contradice la afirmación teórica acerca de que la localización y posterior estricción de la probeta aparecen en el instante de carga máxima;

- Si bien puede apreciarse cómo en todas las probetas se produjo una rotura en diagonal [4], con un ángulo de diagonales bastante repetitivo, en algunas de ellas E1 y E2 se muestra una zona horizontal central que parece señalar la zona inicial de rotura, mientras que en las E3 y E4 esta zona aparentemente, se ha atenuado e incluso ha desaparecido.

4.2. Observaciones numéricas (influencia de las imperfecciones)

Como ya se ha mencionado, inicialmente se utilizó una malla homogénea de la zona plana de la probeta. Sin embargo, esta malla presentó algunos problemas al comparar las simulaciones con los resultados experimentales:

- El campo calculado de deformaciones fue muy uniforme durante toda la simulación del ensayo, no siendo capaz de reproducir los mapas de deformaciones medidos experimentalmente.

- La localización se produjo en el momento de carga máxima y en una zona muy pequeña de la probeta.

- Se utilizó como curva de endurecimiento en el modelo la media de los resultados experimentales, por lo que la simulación no permitía explicar las diferencias encontradas entre los diferentes ensayos.

Por ello, se consideró necesario introducir las imperfecciones de las probetas en la geometría de la malla. Se usaron dos tipos de imperfecciones:

- En primer lugar, inhomogeneidades en el espesor de la zona plana, producidas seguramente durante el mecanizado de la probeta. Esta inhomogeneidad sólo se introdujo en las mallas de las probetas E2 y E3. El valor máximo de las inhomogeneidades se comprobó con un pálmer, midiendo el espesor de las probetas antes de ensayarlas. Se comprobó que la diferencia de espesor en ningún caso superaba 0,1 mm. La inhomogeneidad en el espesor permitió explicar el hecho de que las deformaciones se concentren en regiones localizadas antes incluso de alcanzar la carga máxima, tal y como se había medido con el dispositivo Vic-2D (figura 5).

- En segundo lugar, una cierta curvatura constante que presentaban algunas probetas debido al proceso de fabricación. La curvatura permitió explicar la diferencia entre los registros de desplazamiento medidos por los extensómetros gemelos, incluso en la zona elástica, en las probetas E3 y E4 (figuras 7c y 7d). Esta curvatura, además se podía apreciar incluso a simple vista en algunas probetas.

La tabla 1 muestra un resumen de los valores de curvatura e inhomogeneidad en el espesor introducidos en la malla. En ambos casos se trataba de defectos conocidos de antemano, pero cuya influencia se había desestimado en un principio.

Tabla 1. Valores de las imperfecciones geométricas utilizadas en las simulaciones

Probeta	Curvatura (mm)	Prof. defecto (mm)
E1	-	-
E2	-	0.04
E3	30000	-
E4	18000	0.08

La figura 7 muestra los registros carga-deformación ingenieril obtenidos en cada uno de los ensayos, con ambos extensómetros, frente a los registros equivalentes obtenidos en las simulaciones. Puede verse como el grado de aproximación es bastante bueno. Al tener en cuenta las imperfecciones, la simulación numérica era capaz de reproducir las diferencias existentes entre los cuatro ensayos experimentales.

4.3. Forma de rotura

El disponer de un modelo numérico capaz de simular de forma precisa cada ensayo individualmente ha permitido realizar un análisis más profundo sobre los mecanismos de rotura, y obtener el campo tensional en el instante de rotura, que será utilizado en fases posteriores de la investigación. Como resultado preliminar, la figura 8 muestra una comparación entre los perfiles de deformación (componente vertical) proporcionados por la simulación y por el dispositivo Vic-2D, frente a los patrones de rotura observados en las probetas. Puede apreciarse cómo hay una correspondencia bastante clara entre las figuras. Especialmente llamativos son los casos de las probetas E3 y E4.

En la probeta E3, la excentricidad de la carga hace que la zona central de concentración de deformaciones sea más pequeña y esté ligeramente desplazada del eje vertical de simetría. En el patrón de rotura correspondiente puede verse cómo la zona horizontal central es notablemente más pequeña y también está desplazada hacia un lado.

En la probeta E4, por su parte, la presencia de la curvatura, junto con la inhomogeneidad del espesor, hacen que una banda diagonal predomine sobre la otra, no apareciendo una zona central de concentración de deformaciones. Así, la deformación se concentra sobre la banda diagonal, lo cual se ve reflejado en el patrón de rotura, en el que se aprecia cómo no aparece la zona horizontal central.

Es destacable el hecho de que en las probetas E3 y especialmente en la E4, los valores de la deformación vertical son mayores a los obtenidos en E1 y E2. A la vista de las simulaciones, podría afirmarse, que la excentricidad en la carga aplicada como consecuencia conjunta de la curvatura y la inhomogeneidad, puede estar modificando el mecanismo de rotura.

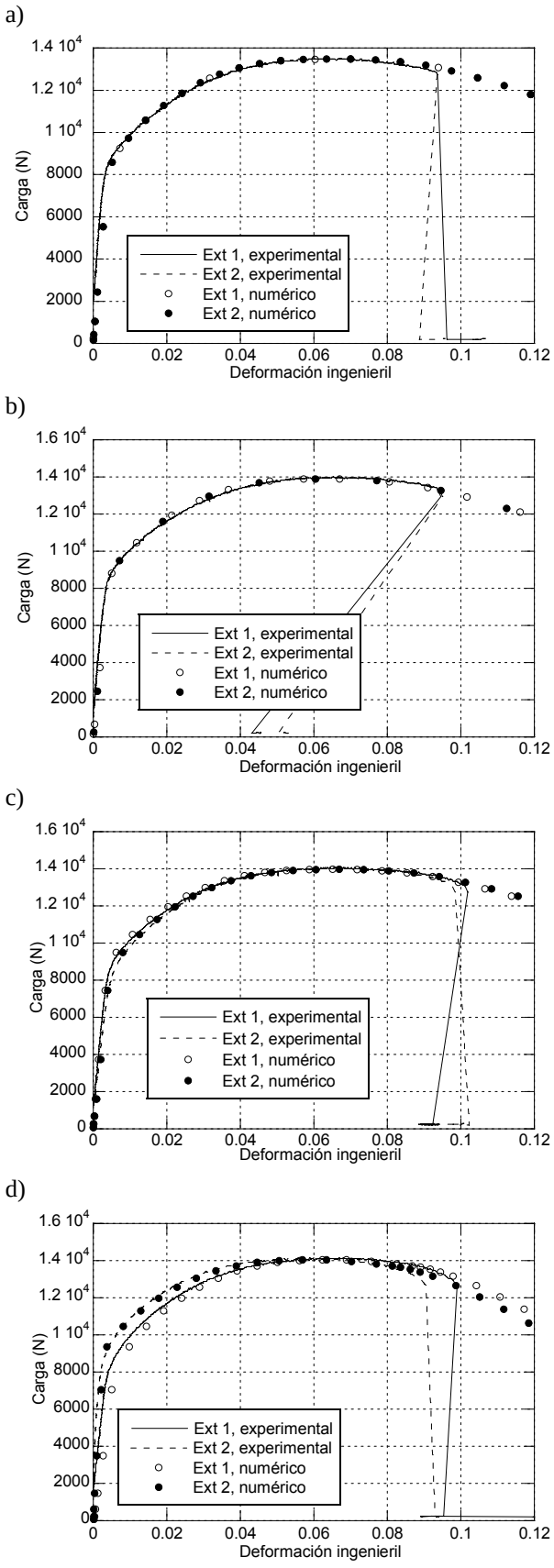


Figura 7. Curvas carga-desplazamiento experimentales frente a las numéricas, en las probetas: a) E1; b) E2; c) E3; d) E4.

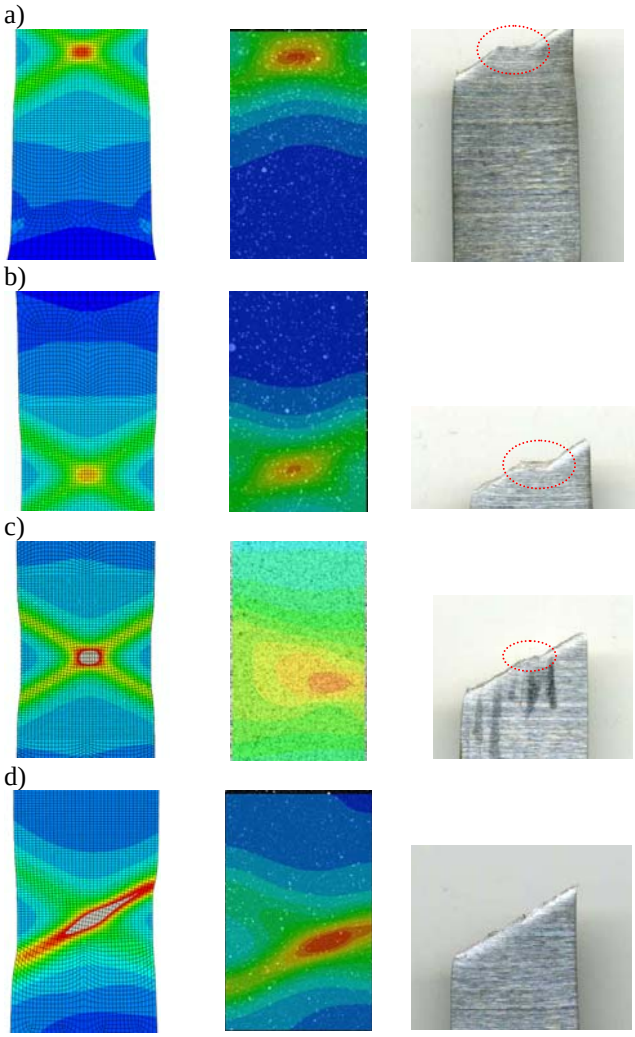


Figura 8. De izquierda a derecha, contorno de deformaciones obtenido en las simulaciones, medido en el ensayo y patrón de rotura en las probetas: a) E1; b) E2; c) E3; d) E4

4.4. Curvas tensión-deformación

En esta investigación hemos tratado de poner de manifiesto la gran diferencia de comportamiento que puede haber entre probetas teóricamente iguales, fruto de imperfecciones geométricas a las que no se les suele prestar suficiente atención. A modo de reflexión, la figura 9 muestra la curva de endurecimiento plástico que se ha utilizado para simular los ensayos (y que ha permitido reproducirlos todos explicando las diferencias existentes entre ellos), frente a la que habríamos obtenido promediando directamente los resultados experimentales (suponiendo que los cuatro fuesen iguales y utilizando un único extensómetro en cada uno como es práctica habitual). La diferencia resulta evidente.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se han presentado los resultados preliminares de una investigación que tiene por objetivo caracterizar los mecanismos de rotura de los aceros de construcción. Mediante técnicas experimentales y numéricas se han reproducido los fenómenos de localización de la deformación durante un ensayo de tracción, permitiendo poner de manifiesto que los fenómenos de estricción y rotura en las probetas de tracción son muy sensibles a las imperfecciones tanto geométricas como de desalineamiento en la carga. Estos aspectos, a los que no se les suele prestar suficiente atención, pueden llegar a tener incluso una repercusión significativa en la curva tensión-deformación obtenida.

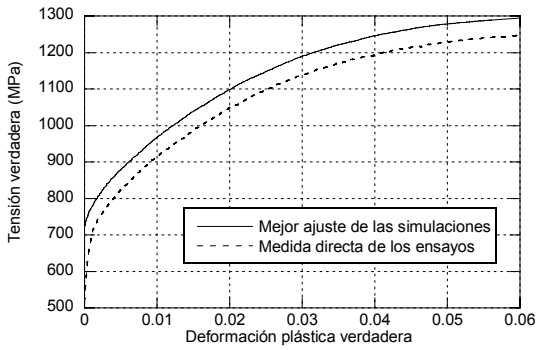


Figura 9. Curva de endurecimiento plástico promediada a partir de los ensayos, frente a la utilizada en las simulaciones numéricas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo del Ministerio de Ciencia y Tecnología a través del proyecto CONSOLIDER-INGENIO 2010. También desean mostrar su gratitud a D. Luis del Pozo, de EMESA Trefilerías, por su ayuda con el material y sus útiles comentarios, así como al Prof. D. Jaime Planas, por su interés y sus valiosas opiniones.

REFERENCIAS

[1] Sánchez-Gálvez, V., *Física de la Plasticidad*, ETSI Caminos, Canales y Puertos, 1988.

[2] Johnson, G. and Cook, W.H., *Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures*, Eng. Frac. Mech. Vol. 21. pag. 31-48, 1985.

[3] Bao, Y. and Wierzbicki, T., *On fracture locus in the equivalent strain and stress triaxiality space*, Int. J. Mech. Sciences Vol. 46. pag. 81-98, 2004.

[4] Bao, Y., *Dependence of ductile crack formation in tensile tests on stress triaxiality, stress and strain ratios*, Eng. Frac. Mech. Vol. 72. pag. 505-522, 2005.

[5] Atienza, J.M., *Tensiones residuales en alambres de acero trefilados*, Tesis Doctoral, 293 pag., Universidad Politécnica de Madrid, 2001.

[6] Vic 3D/2D User Manual. Correlated Solutions Inc. 2005.

INFLUENCIA DE LA FASE SIGMA EN LA RESISTENCIA AL DESGASTE DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX

G. Fargas, A. Mestra, M. Anglada, A. Mateo

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S. de Ingenieros Industriales de Barcelona, Universidad Politécnica de Cataluña, Avda. Diagonal 647, 08028, Barcelona, España.
E-mail: gemma.fargas@upc.edu

RESUMEN

En este trabajo se estudia la influencia de la fase sigma en la resistencia al desgaste de un acero inoxidable dúplex. Para ello se han efectuado tratamientos térmicos que favorecen la precipitación de diferentes porcentajes de la citada fase intermetálica. Los ensayos de desgaste por deslizamiento se han realizado utilizando la técnica de bola sobre disco, a una velocidad de deslizamiento constante y para diferentes recorridos. A partir de estos ensayos, se ha evaluado la cinética de desgaste y los micromecanismos responsables. Las observaciones realizadas por MEB, tanto en la pista de desgaste como en la sección transversal, muestran que la presencia de la fase sigma en la superficie endurece el acero de manera que la deformación plástica es menor. Estas observaciones se corresponden con los valores de tasa de desgaste, los cuales disminuyen a medida que el porcentaje de fase sigma aumenta.

ABSTRACT

This work studied the influence of sigma phase on the wear resistance of a duplex stainless steel. Several heat treatments were performed in order to enhance the precipitation of different amounts of sigma phase. Sliding wear tests were carried out by ball on disk technique at constant sliding velocity and several sliding distances with the aim to determine wear kinetic and sliding wear mechanisms developed in each studied condition. Results related to wear volumes lost after tests and carefully observations of wear tracks by scanning electron microscopy show that the hardness introduced due to the presence of sigma phase plays an important role on wear behaviour for this steel degree. It was observed that wear rates decreased when increasing the percentage of sigma phase on the microstructure.

PALABRAS CLAVE: Acero inoxidable dúplex, Fase sigma, Desgaste, Deslizamiento.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables dúplex se caracterizan por presentar una microestructura bifásica formada por porcentajes similares de austenita (γ) y ferrita (α), hecho que les confiere una mejor combinación de propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión si se les compara con los correspondientes aceros monofásicos ferríticos y austeníticos [1-3]. Dadas sus características, son ampliamente utilizados desde hace años en la industria química, petroquímica y del papel, siendo cada vez mayor su presencia en otros sectores como el de la construcción, donde se presentan como alternativa a los aceros inoxidables austeníticos [4-6].

No obstante, su principal limitación es la facilidad para formar precipitados y/o terceras fases cuando se les somete a ciclos térmicos por encima de los 300 ºC. Entre las diferentes posibilidades, la formación de fase sigma sigue siendo la que merece una especial atención dada su rápida cinética de formación y su fuerte efecto fragilizante. Estudios realizados por diversos autores [7,8] han mostrado que la fase sigma puede aparecer durante el enfriamiento lento si se atraviesa el rango de temperaturas entre 600-1000 ºC. Este hecho limita la utilización de los aceros dúplex en algunos procesos de fabricación (producción de tubos gruesos y barras de diámetro grande), dificulta la obtención de piezas de forja con espesores grandes y puede reducir su vida en servicio.

En la literatura existen numerosos artículos en los que se ponen de manifiesto los efectos perjudiciales de la fase sigma en las propiedades mecánicas [9-12] y la resistencia a la corrosión [13-16] de los aceros inoxidables dúplex. La presencia en la microestructura de pequeños porcentajes de fase sigma es suficiente para provocar un descenso brusco de la ductilidad y la tenacidad del material. Al mismo tiempo, la resistencia a la corrosión disminuye drásticamente debido a la aparición de zonas adyacentes a la fase sigma empobrecidas en elementos de aleación como Cromo y Molibdeno.

Las investigaciones relacionadas con el efecto de la fase sigma sobre la resistencia al desgaste son escasas [17, 18] para este tipo de aceros y en ningún caso realizadas considerando la presencia de diferentes porcentajes de fase sigma en la microestructura. Por este motivo, en este estudio se pretende determinar la cinética de desgaste por deslizamiento del acero sometido previamente a diferentes tratamientos térmicos y analizar los mecanismos de desgaste activos para cada condición.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado ha sido un acero inoxidable dúplex EN 1.4410 (AISI 2507) suministrado por Sandvik (Suecia) en forma de barras de 20 mm de diámetro. Su composición química se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero inoxidable dúplex estudiado EN 1.4410 (%w).

C	Cr	Ni	Mn	N	Si	Mo
0.03	25.2	7.10	2.10	0.28	1.10	5.1

Se han cortado muestras de un espesor de 10 mm y se han realizado distintos tratamientos térmicos con la finalidad de conseguir la formación de diferentes porcentajes de fase sigma, tal y como se detalla en la tabla 2. La selección de las temperaturas y los tiempos de mantenimiento isotérmico se han determinado teniendo en cuenta un estudio previo realizado para este tipo de acero [19]. Finalizado el tratamiento térmico, las muestras han sido enfriadas mediante temple en agua. Para determinar el porcentaje de ferrita y austenita presente en el material sin tratar (ST) se ha utilizado un ataque electroquímico mediante una disolución acuosa de 400 g de Hidróxido de Sodio y Potasio a 4.2 V durante 10 segundos. La cuantificación del porcentaje de fase sigma presente para cada condición estudiada se ha realizado por análisis de imagen mediante microscopía óptica utilizando como reactivo químico una disolución 10 M de Hidróxido de Sodio a 4 V entre 4-8 segundos. Para cada caso se ha determinado el valor de dureza mediante ensayos Vickers a 10 kg.

Tabla 2. Tratamientos térmicos estudiados.

T (ºC)	875	875	975
t (min)	20	180	20
Designación	875-20	875-180	975-20

Previamente a los ensayos de desgaste las muestran han sido pulidas siguiendo un mismo proceso de preparación con el fin de conseguir valores de rugosidad inferiores a 0.7 μm tal y como se especifica en la norma ASTM G99-04 [20].

Los ensayos de desgaste por deslizamiento se han llevado a cabo mediante la técnica de bola sobre disco a temperatura ambiente y sin lubricante en un tribómetro comercial TRM-1000 fabricado por Wazau GmbH. La bola utilizada ha sido de Carburo de Tungsteno de 10 mm de diámetro y de una dureza de 1600 HV10. Los ensayos se han realizado a una carga de 20 N y a una velocidad media lineal de 0.048 m/s para las siguientes distancias de recorrido: 100, 250, 500, 700 y 1000 metros. La pérdida de peso en las muestras, una vez finalizados los ensayos de desgaste, se han determinado mediante una balanza de alta precisión con una resolución de 0.0001 g.

Mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) se han analizado las huellas trazadas por la bola en la superficie del material con la finalidad de determinar los mecanismos de desgaste desarrollados durante el ensayo para cada muestra y distancia de recorrido. Asimismo se han llevado a cabo medidas de rugosidad para evaluar los cambios sufridos en la superficie del material, tanto en el interior como en los bordes de la huella.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Efecto de los tratamientos térmicos en la microestructura

En la figura 1 se muestra la microestructura del acero inoxidable dúplex EN 1.4410, en la que el contenido de austenita es del 40 ± 2 %.

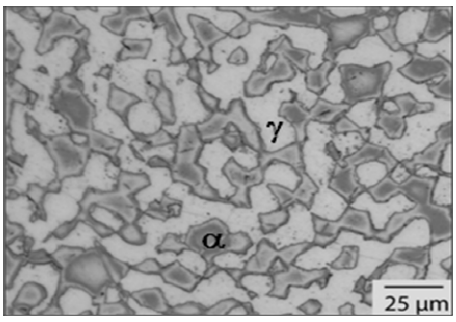


Figura 1. Microestructura del acero inoxidable dúplex EN 1.4410.

En la tabla 3 se resumen los porcentajes de fase sigma obtenidos para cada uno de los tratamientos térmicos realizados. Como se puede observar, para los mantenimientos isotérmicos de 20 minutos, el porcentaje de fase sigma es menor a 975 ºC que a 875 ºC. Este fenómeno está directamente relacionado con los gradientes de concentración química existentes entre la ferrita y la austenita para cada temperatura [21-23]. Concretamente, las diferencias en la cantidad de Cromo y Molibdeno determinan la velocidad de formación de la fase sigma, de tal manera que a medida que aumenta la temperatura se produce una redistribución de los elementos de aleación que conlleva una mayor homogenización de la composición entre

ambas fases y consecuentemente una menor fuerza motriz para la formación de fase sigma.

Tabla 3. Porcentajes de fase sigma obtenidos a partir de los diferentes tratamientos térmicos.

T (ºC)	875	875	975
t (min)	20	180	20
% fase sigma	24±2	41±2	6±2

En la figura 2 se muestra la microestructura de la muestra sometida a 875 ºC durante 180 minutos, en la que es posible identificar claramente la fase sigma (tonalidad más clara) de la austenita, mientras que la presencia de fase ferrita es casi inapreciable. Estos resultados son similares a los obtenidos en un estudio previo [19] realizado en aceros inoxidables dúplex laminados, en el que se demostraba que bajo estas condiciones la descomposición de la fase ferrítica ocurre casi en su totalidad, formándose fase sigma y austenita secundaria (tonalidad negra en la imagen).

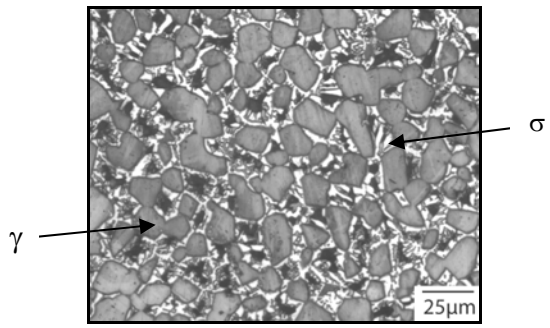


Figura 2. Microestructura del acero inoxidable dúplex EN 1.4462 tratado térmicamente a 875 ºC durante 180 minutos.

Como se observa en la tabla 4, a medida que el porcentaje de fase sigma es mayor el valor de dureza del material aumenta.

Tabla 4. Valores de dureza obtenidos para cada condición estudiada.

T (ºC)	ST	875	875	975
t (min)	0	20	180	20
HV10	241	332	374	274

3.2. Efecto de los tratamientos térmicos en la resistencia al desgaste

En la figura 3 se muestra la pérdida de peso medida después de llevar a cabo ensayos de desgaste a una distancia de deslizamiento de 500 metros. Bajo estas condiciones, tan solo las muestras con un porcentaje de fase sigma superior al 40 %, acero 875-180, presentan una mejor resistencia al desgaste si se compara con el acero ST.

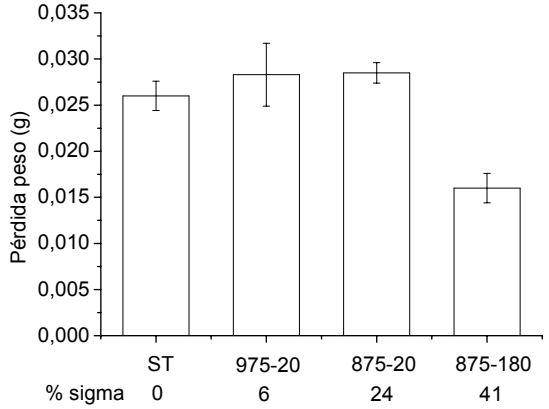


Figura 3. Pérdida de peso medida después del ensayo de desgaste realizado a una distancia de recorrido de 500 m para las diferentes condiciones estudiadas.

Teniendo en cuenta las condiciones que presentan una mayor diferencia en su comportamiento (acero ST y acero 875-180), se han realizado ensayos de desgaste variando las distancias de recorrido. Como se observa en la figura 4, la muestra ST presenta una zona de transición, i.e. zona donde la pérdida de material se mantiene constante, aproximadamente entre los 500 y 700 metros, pero en cualquier caso los valores siempre son superiores a los obtenidos en la muestra con alto contenido en fase sigma. En consecuencia, la presencia de porcentajes elevados de fase sigma parece mejorar la resistencia al desgaste del acero dúplex estudiado.

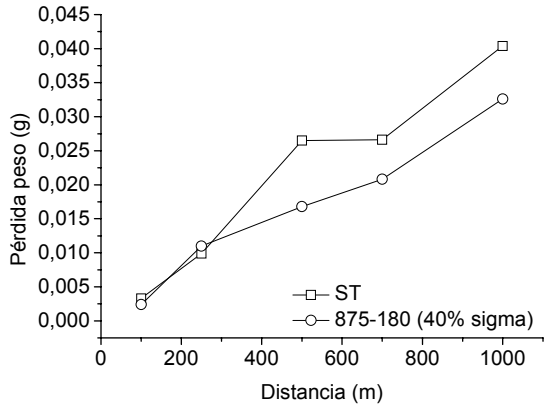


Figura 4. Cinética de desgaste para las muestras sin fase sigma (ST) y con un porcentaje de fase sigma superior al 40% (875-180).

Las medidas realizadas con el rugosímetro en las huellas resultantes de la acción de la bola sobre el acero (figura 5) muestran menores profundidades de penetración para el acero 875-180, hecho que se correlaciona con el incremento de la dureza provocada por la presencia de porcentajes elevados de dicha fase.

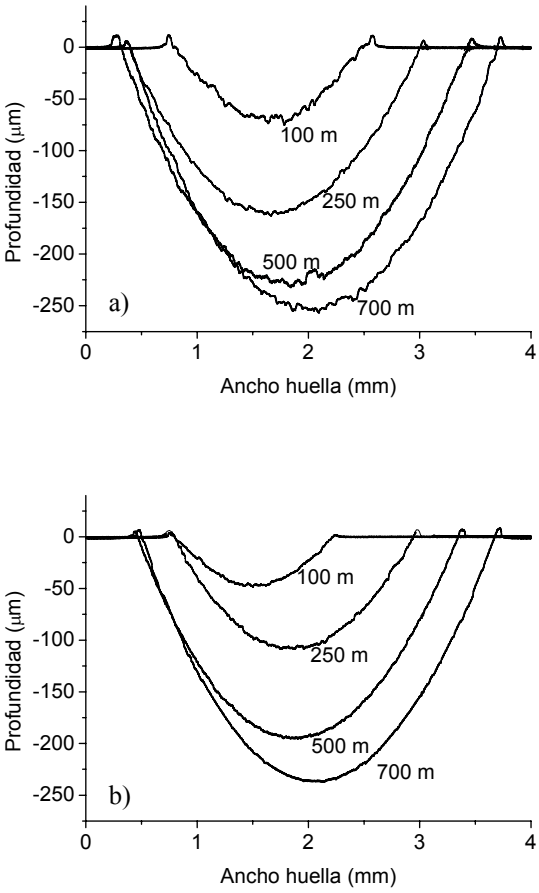


Figura 5. Profundidad de las huellas una vez finalizado el ensayo de desgaste en función de la distancia recorrida para: a) acero ST y b) acero 875-180.

Otro aspecto que caracteriza el perfil de todas las huellas estudiadas es el apilamiento de material que tiene lugar en los bordes, típico del mecanismo de desgaste por arado o "ploughing". Este fenómeno se puede observar claramente por microscopía óptica (figura 6a). Hay que resaltar que la acumulación de material es significativamente menor para aquellas muestras con porcentajes de fase sigma elevados (figura 6b). La observación de la microestructura en las zonas próximas a la superficie permite explicar estas diferencias: en el caso del acero ST (figura 7a) las bandas de austenita y ferrita presentan un mayor deformación como consecuencia de la acción de la bola sobre el acero, hecho que favorece la acumulación de material en los bordes de la huella. Mientras que para la condición 875-180 la deformación plástica es casi inapreciable (figura 7b).

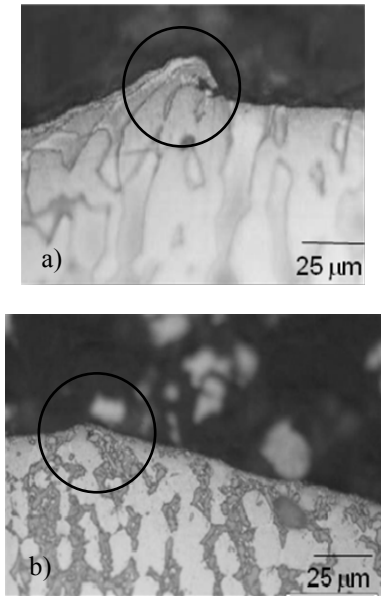


Figura 6. Acumulación de material en los bordes de la huella para el acero: a) ST y b) 875-180.

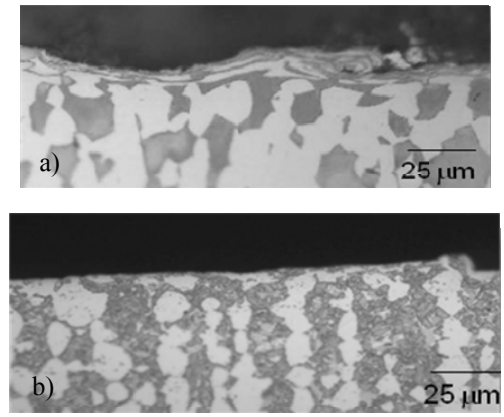


Figura 7. Aspecto de las zonas próximas a la superficie para el acero: a) ST y b) 875-180.

El mecanismo de desgaste predominante se ha determinado considerando las áreas que definen la huella [24] (A1, A2 correspondientes a las zonas de apilamiento y Av relacionada con la profundidad), según muestra la figura 8. Para ambas condiciones, ST y 875-180, y distancias de recorrido estudiadas, el "microcutting" es el mecanismo que explica la pérdida de peso que experimenta el material durante el ensayo de desgaste.

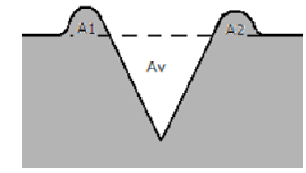


Figura 8. Áreas definidas en la huella para la determinación del mecanismo de desgaste predominante.

Estos resultados se corroboran con las observaciones realizadas por MEB, donde se observa la presencia de estrías y microgrietas en las huellas (figura 9) características de este tipo de mecanismo. El material que se desprende es transferido y microsoldado a otra zona de la huella por la acción mecánica de la bola sobre la superficie (figura 10).

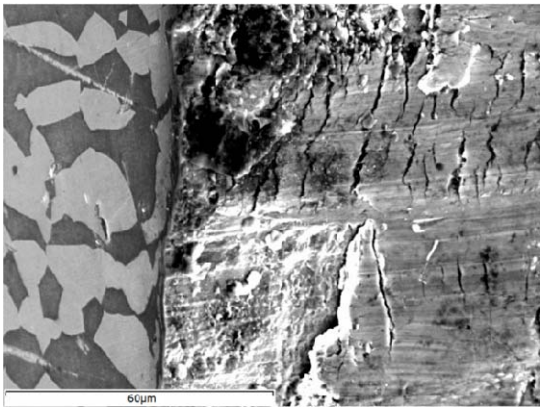


Figura 9. Micrografía de MEB para el acero ST ensayado a una distancia de 70 metros, en la que es posible observar la presencia de microgrietas.

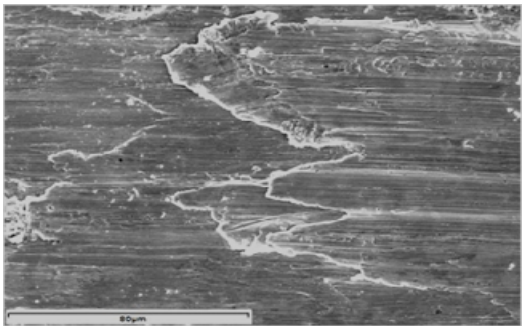


Figura 10. Micrografía de MEB para el acero ST ensayado a una distancia de 500 metros, en la que es posible observar la presencia de las microsoldaduras.

4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se han realizado distintos tratamientos térmicos para favorecer la formación de diferentes porcentajes de fase sigma con el objetivo de determinar su influencia en la resistencia al desgaste de los aceros inoxidables dúplex. A continuación se resumen los resultados más relevantes:

Sólo las muestras que presentan porcentajes de fase sigma superiores al 40 % han mostrado una menor pérdida de material una vez finalizado el ensayo de desgaste. Para el acero con esta condición se ha obtenido una mejor resistencia al desgaste en todas las distancias de recorrido estudiadas si se compara con el acero sin tratar.

Los mecanismos de desgaste observados tanto en las muestras sin tratar como en las que presentan un alto porcentaje de fase sigma son muy similares:

- Mecanismo de desgaste por arado o "ploughing" como resultado de la deformación plástica del acero que favorece el apilamiento de material hacia los bordes de la huella.

- Mecanismo de desgaste por "microcutting" que se caracteriza por la presencia de pequeñas estrías y grietas que provocan la pérdida de material y el proceso de microsoldadura.

Hay que destacar que ambos mecanismos aparecen en menor grado en aquellas muestras con un porcentaje de fase sigma elevado ya que ésta endurece el material y lo hace menos sensible a la deformación plástica.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a Guocai Chai (Sandvik) por el suministro del material estudiado. A Montse Marsal y José Mª Manero por su contribución en el análisis por MEB y a Joana Viñas por el trabajo experimental desarrollado en la presente investigación.

REFERENCIAS

[1] Solomon, H.D. and Devine, T.M., Duplex stainless steels-a tale of two phases, *Proc. of Conference on Duplex Stainless Steels* (ed. R.A. Lula), ASM, Metal Park, Ohio, pag. 693-756, 1983.

[2] Guha, P. and Clark, C.A., Properties and applications of high chromium duplex stainless steels, *Proc. of Conference on Duplex Stainless Steels* (ed. R.A. Lula), ASM, Metals Park, Ohio, pag. 355-356, 1983.

[3] Charles, J., Duplex stainless steel from theory to the practice, *Proc. Duplex Stainless steels'91*,Vol. 1, Les éditions de physique Beaune, 1, pag. 3-48, 1991.

[4] Oredsson, J. and Bernhardsson, S., *Performance of high alloy austenitic and duplex stainless steels in sour gas and oil environments*, Mat. Perform., 22, pag. 35-42, 1983.

[5] Sridhar, N., Kolts, J. and Flashe, L.H., *A duplex stainless steels for chloride environments*, J. Metals, 37, 3, pag. 31-35**,** 1985.

[6] Streicher, M.A., *New stainless steels for the process and power industries*, Metal Progres., 128, 5, pag. 29-31, 1985.

[7] Huchtemann, B. and Wulfmeier, E., Production of long products made of duplex stainless steels, *Proceedings of Duplex America 2000 Conference*, *Houston*, USA, pp. 463-475. 2000.

[8] Cozar, R., Mayonobe, B. and Morizot, C., Microstrucutre and property control in heavy section superduplex stainless steel frogings. In: *Proceedings of Innovation Stainless Steel Conference*, Florence, Italy, 2, pp. 161-168. 1993.

[9] Noström, L.A., Pettersson, S. and Nordin, *Sigma-phase embrittlement in some ferritic-austenitic stainless steels*, S. Z. Wekstofftech, Vol.12, 1981. p. 229-234.

[10] Nilsson, J.O., Kangas, P., Karlsson, T. and Wilson, A., *Mechanical properties, microstructural stability and kinetics of sigma-phase formation in 29Cr-6Ni-2Mo-0.38N superduplex stainless steel*, Metal. Mater. Trans, 31, 2001, p. 35.

[11] Li, J., Wu, T. and Riquier, Y., *Sigma phase precipitation and its effect on the mechanical properties of a super duplex stainless steel*, Mater. Sci. Eng., 17A, 1994, p. 149.

[12] Chen, T.H., Weg, K.L. and Yang, J.R., *The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel*, Mat. Sci Eng, A338, pag. 259-270, 2002.

[13] Perren, R.A., Suter, T., Solenthaler, C., Gullo, G., Uggowitzer, D.J., Böhni H. and Speidel, M.O., *Corrosion resistance of superduplex stainless steels in chloride ion containing environments: Investigations by means of a new microchemical method. II. Influence of precipitates*, Corrosion Science, 43, pag. 727-745, 2001.

[14] Carpenter, M.D., Francis, R., Phillips, L.M. and Oldfield, J.W., *Electrochemical tests to assess resistance to crevice corrosion in sea water of some duplex stainless steels*, British Corrosion J., 1996, Vol. 21, No. 1, p.45.

[15] Adhe, K.M., Kain, V., Madangopal K. and Gadiyar H.S. *Influence of sigma-phase formation on the localized corrosion behaviour of duplex stainless steel*, J. Mater. Eng. Perform., Vol. 5(4), pag. 500-506, 1996.

[16] Elshawesh, F., Elahresh, N. and Elhoud A. *Effect of sigma phase on pitting corrosion of 2205 duplex stainless steel*, British Corrosion J., 1998, Vol. 33, No. 4, p. 285-287.

[17] Xin-Chun, L., Shizhuo, L. and Xiaoxia, J., *Effects of sigma phase in stainless steels on corrosive wear behaviour in sulphuric acid*, 251, pag. 1234-1238, 2001.

[18] Sun, Y., Ahlatci, H., Ozdogru, E. and Cimenoglu, H., *Dry Sliding wear behaviour of Fe-0.4C-25Cr-XNi cast steels*, Wear, 261(3), pag. 338-346, 2006.

[19] Fargas, G., Anglada, M. and Mateo, A., *Effect of the annealing temperature on the mechanical properties, formability and corrosion resistance of hot-rolled duplex, stainless steel*, J. Mater. Proc. Technol., 209, pag. 1770-1782, 2009.

[20] Norma ASTM G99-04, *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*, ASTM International, 2004.

[21] Maehara, Y., Ohmori, Y., Murayama, J., Fujino, N. and Kunitake, T., *Effects of alloying elements on σ-phase precipitation in δ-γ duplex stainless steel*, Met. Sci., 1983, p. 541-547.

[22] Chen, T. H. and Yang, J.R., *Effects of solution treatment and continuous cooling on σ-phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel*, Mater. Sci. Eng. A, 311 2001, p. 28-41.

[23] Gunn, R.; *Duplex Stainless Steels: Microstructure, properties and applications*, Abington Publishing, England, 1997, p. 24.

[24] Stachowiak, G.W., Batchelor, A.W., *Enginnering tribology*, Butterworth, 2001.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECANICAS DE ACEROS DE DOBLE FASE MEDIANTE EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO

E. Cárdenas, C. Rodríguez, F.J. Belzunce y C. Betegón

E.P.S. de Ingeniería de Gijón (Universidad de Oviedo), campus universitario, 33203 Gijón.
e-mail :belzunce@uniovi.es

RESUMEN

Se ha llevado a cabo la caracterización microestructural de diferentes aceros de bajo carbono de la familia de aceros de doble fase (Dual Phase Steels), con limites elásticos variables desde 400 hasta 900 MPa y se ha puesto en evidencia el efecto de la composición química y del tratamiento térmico intercrítico en el dominio austenita + ferrita sobre la microestructura y la resistencia de estos aceros. El comportamiento mecánico de los distintos grados de acero fue caracterizado mediante el ensayo miniatura de punzonado (EMP), utilizando probetas cuadradas de 10 x 10mm y 0.5 mm de espesor. Estas probetas fueron sujetadas firmemente en todo su contorno y expandidas biaxialmente hasta su rotura utilizando un punzón hemiesférico de 2.5 mm de diámetro. Todos los ensayos se ejecutaron a temperatura ambiente. Los diferentes parámetros obtenidos en el ensayo se han relacionados con las propiedades mecánicas a tracción de estos aceros.

ABSTRACT

The microstructure characterization of different low carbon dual phase steels, with yield strengths between 400 to 900 MPa have been carried out and the influence of their chemical composition and the intercritical heat treatment (austenite+ferrite domain) on the microstructure and mechanical properties of the steels was assessed. The mechanical behavior of the different steel grades was carried out by means of the small punch test (SPT), using square samples of 10 x 10 mm with a thickness of 0.5 mm. These samples were firmly held and biaxially expanded up to their breakage using an hemispheric punch of 2.5 mm of diameter. All the tests were done at room temperature. The different test parameters have been compared with the tensile properties of the steels.

Palabras Claves: Ensayo miniatura de punzonado. Aceros de doble fase. Propiedades mecánicas

1.- INTRODUCCIÓN

Los aceros de fase dual (aceros dual phase o DP) forman una familia de aceros de gran uso en la industria del automóvil, ya que poseen simultáneamente unas altas características mecánicas junto con una buena conformabilidad y soldabilidad. Son aceros de bajo contenido en carbono, muy poco aleados, que requieren un tratamiento intercrítico en el dominio austerita+ferrita, seguido de un enfriamiento lo suficientemente rápido como para transformar la austenita en martensita. Este tratamiento se aplica normalmente en línea, utilizando instalaciones de recocido en continuo de chapas. Las propiedades finales de estos aceros dependen de la fracción volumétrica de sus dos fases constitutivas, ferrita y martensita, que a su vez dependen de su contenido en carbono, de la temperatura del tratamiento intercrítico y de la facilidad de temple, que a su vez es función del contenido en elementos de aleación y del espesor de la chapa.

En este trabajo se han tomado una serie de aceros DP comerciales, que fueron caracterizados microestructuralmente y se empleó el ensayo miniatura de punzonado (EMP) para realizar su caracterización mecánica. Finalmente los parámetros obtenidos en estos ensayos se compararon con sus propiedades mecánicas convencionales a tracción de estos aceros.

2. – ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO

El ensayo miniatura de punzonado es un ensayo que puede considerarse como no destructivo debido al reducido tamaño de las probetas que utiliza (10 x 10 x 0.5 mm de espesor), a partir del cual se pueden obtener parámetros que permiten predecir directamente las propiedades mecánicas fundamentales del material, como el límite elástico, la resistencia a la tracción, la ductilidad y la energía de rotura [1,2].

El ensayo consiste en la aplicación de una carga con la ayuda de un punzón hemiesférico de 2.5mm de diámetro, con objeto de obligar a la probeta, que está firmemente sujeta en todo su contorno, a deformarse en el interior de un orificio de 4mm de diámetro (expansión biaxial) hasta su rotura. La Figura 1 muestra un esquema y una fotografía del dispositivo de ensayo [3].

Con la ayuda de un extensómetro que se coloca entre la matriz fija y la móvil se obtiene el desplazamiento del punzón que, previa corrección de la flexibilidad del dispositivo de ensayo, permite calcular el desplazamiento del punto central de la probeta.

Los datos generados de carga y de desplazamiento generados, nos permiten obtener la curva carácterística del ensayo, que para un material dúctil muestra la forma que se expone en la Figura 2.

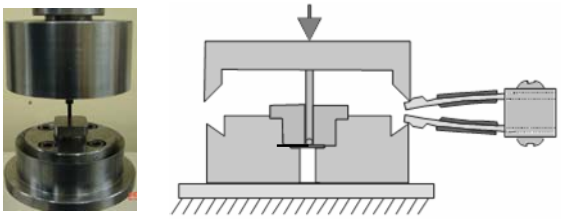


Fig. 1. Esquema del ensayo miniatura de punzonado (EMP).

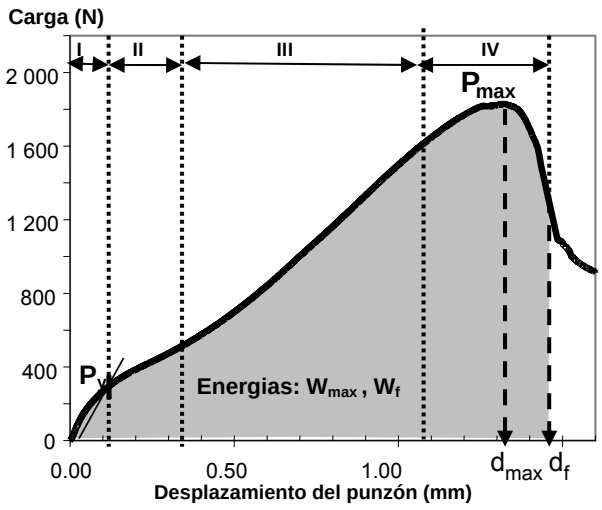


Fig. 2: curva característica obtenida en un ensayo EMP sobre un material dúctil

El gráfico de la figura 2 muestra las siguientes zonas características [4]: la zona I, que corresponde a la deformación inicial predominantemente elástica, la zona II representativa de deformación mayoritariamente plástica, una zona III en la que la deformación plástica es generalizada y se extiende a toda la zona de proceso hasta que en las proximidades del máximo de carga se inicia una grieta, momento en el que se inicia la zona IV, caracterizada por el crecimiento de la grieta hasta que sobreviene la fractura total de la probeta.

A partir de estas curvas se obtienen los parámetros característicos que se presentan a continuación [5-8]:

- P_y/t^2, donde P_y es la fuerza para la que se inicia el régimen plástico, y que se generalmente se obtiene trazando una recta paralela a la pendiente inicial de la curva (Zona I) desde un desplazamiento igual a $t/10$ (ver Figura 2), siendo t el espesor de la probeta. Este parámetro es directamente proporcional al límite elástico.

- P_{max}/t^2, donde P_{max} es la fuerza máxima registrada en el ensayo. Este parámetro parece ser proporcional a la resistencia a la tracción.

- d_{max}/t y d_f/t, donde d_{max} y d_f son, respectivamente, los desplazamientos correspondientes al punto de carga máxima y al de rotura y que están directamente relacionadas con la ductilidad del material.

- W_{max}/t^2 y W_f/t^2, siendo ahora W_{max} y W_f las energías absorbidas en el punto de carga máxima y en el de rotura (área encerrada debajo de la curva EMP hasta las desplazamientos citados anteriormente). Estos valores estarían correlacionados con la energía de fractura.

3.- MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales utilizados en este trabajo fueron 5 aceros aleados de bajo contenido en carbono (C < 0.2%), cuyas composiciones químicas se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1: Composición química de los aceros DP

DP	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Nb (%)
2	0.125	0.42	0.90	0.011	0.0039	0.001
3	0.133	0.22	1.71	0.009	0.0020	0.015
4	0.137	0.21	1.48	0.013	0.0018	0.014
5	0.143	0.48	1.46	0.014	0.0030	0.017
6	0.165	0.49	1.51	0.014	0.0026	0.015

Los aceros fueron suministrados en forma de chapa de 1.2mm de espesor, obtenidas mediante un proceso de laminación en frío seguido de un recocido intercrítico a temperaturas que oscilaron entre los 755ºC y 800ºC, (dominio de austenita+ferrita) y, a continuación, fueron enfriadas a velocidades muy altas para transformar la austenita en martensita y obtener así aceros con dos fases (DPs): ferrita y martensita. La Tabla 2, recoge las temperaturas de recocido, la fracción volumétrica de

ferrita (α) y las principales propiedades mecánicas de estos aceros.

Tabla 2: Temperatura de recocido, fracción volumétrica de ferrita, Propiedades mecánicas a tracción y dureza de los distintos aceros

DP	Recocido Tª (ºC)	σ_{ys} (MPa)	σ_R (MPa)	A (%)	Frac. Vol. α	HV (500gr)
2	755	460	700	20	59	217
3	780	460	825	20	40	235
4	770	632	870	15	40	259
5	780	622	990	14	42	278
6	800	874	1101	10	33	324

La caracterización microestructural de los aceros consistió en la obtención de la fracción volumétrica de las dos fases presentes, para lo que se utilizó el método del conteo manual por puntos, con la ayuda del software de análisis de imágenes Omnimet de Buehler acoplado a un microscopio óptico Nikon. Una vez preparadas las muestras, se tomaron imágenes (1000x) en toda su longitud y, como mínimo, se realizaron cinco determinaciones en distintas zonas representativas de todo el espesor de la chapa.

La microdureza de los aceros DP se midió utilizando un microdurómetro Buehler dotado de un identador Vickers bajo carga de 500 g. Con objeto de lograr una microdureza representativa de toda la muestra, se hicieron medidas de dureza a lo largo de todo el espesor, realizando un total de unas 30 medidas, aproximadamente, por muestra.

Las probetas EMP se obtuvieron de las chapas de partida, cortando trozos de 10x10mm con la ayuda de una cortadora metalográfica de precisión para, a continuación, rebajar el espesor mediante fresado por control numérico hasta dejarlo en 0.5mm aproximadamente. Los ensayos EMP se llevaron a cabo con la ayuda del dispositivo de ensayo especialmente diseñado y fabricado en la EPSIG (figura 1) a temperatura ambiente y con una velocidad de desplazamiento de 0.2mm/min hasta la rotura de las probetas. Se realizaron un mínimo de 4 ensayos con cada uno de los aceros.

4.- RESULTADOS Y DISCUSION

Las Figuras 3 y 4 muestran las microestructuras dúplex, de ferrita y martensita, típicas de estos aceros. Por su parte, en la Tabla 2 se recoge la fracción volumétrica en ferrita correspondiente a cada uno de dichos aceros. El resto, hasta el 100%, sería la fracción volumétrica de martensita.

Como puede observarse, el porcentaje de ambas fases depende tanto del contenido de carbono del acero como de la temperatura del tratamiento intercrítico. Así, la fracción volumétrica de martensita aumenta conforme crecen el contenido en carbono y la temperatura de recocido. No obstante, estos resultados también están influenciados por el contenido en otros elementos de aleación y por las condiciones de enfriamiento u tilizadas, que influyen en la consecución del temple.

Fig. 3. Microestructura del acero DP 2. La fase clara es la ferrita y la oscura es martensita. Ataque con Nital (1000x)

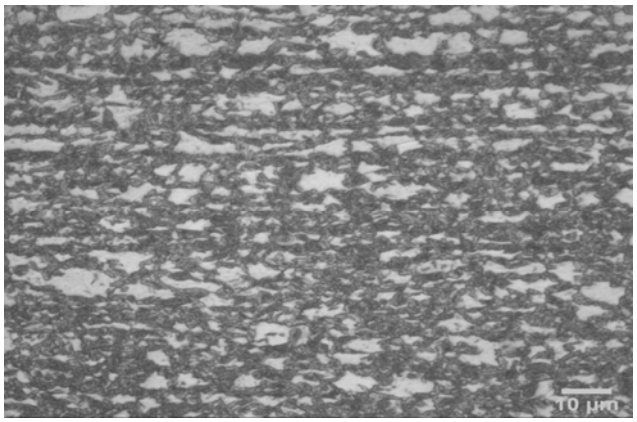


Fig. 4. Microestructura del acero DP 6. Ataque con Nital (1000x)

En la Figura 5 se representan, conjuntamente, la variación de la dureza HV500gr medida sobre el espesor de las distintas chapas. Aunque la variación de la dureza con el espesor no es muy pronunciada, parece que en todos los casos hay una ligera disminución de la misma en la zona central, observándose una mayor dureza en las zonas superficiales, lo que responde al tratamiento termomecánico sufrido por las chapas, dado que las regiones más superficiales se enfrían más rápidamente.

Además, si se compara la dureza media obtenida con cada acero (ver Tabla 2) se observa un incremento progresivo de la misma con el contenido en carbono del acero.

En cuanto a los ensayos miniatura de punzonado, la figura 6 recoge una curva EMP representativa del comportamiento mecánico de cada uno de los aceros analizados. Como puede observarse, conforme aumenta el contenido en carbono de los aceros (DP2…DP6), éstos muestran un comportamiento más rígido, con una mayor pendiente en todas sus zonas características. De este modo el valor de P_y (carga obtenida en la región II de las curvas) crece conforme lo hacía la dureza, es decir, con el contenido en carbono de los aceros. Lo mismo ocurre con la carga máxima en el caso de los aceros DP2, 3 y 4 pero no así para los aceros DP5 y 6, cuya rotura sobreviene bajo cargas más reducidas. Por su parte, el desplazamiento en carga máxima disminuye conforme aumenta el contenido en carbono.

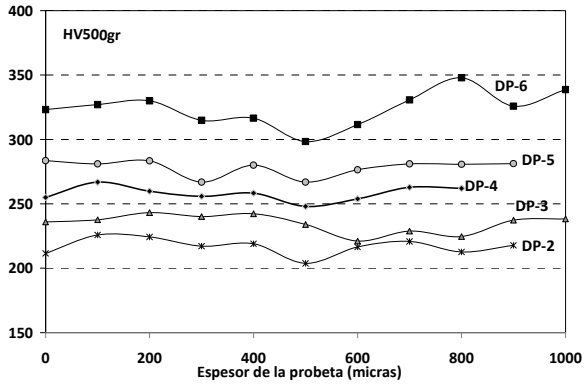


Fig. 5: Variación de la dureza HV500gr a lo largo del espesor de las chapas

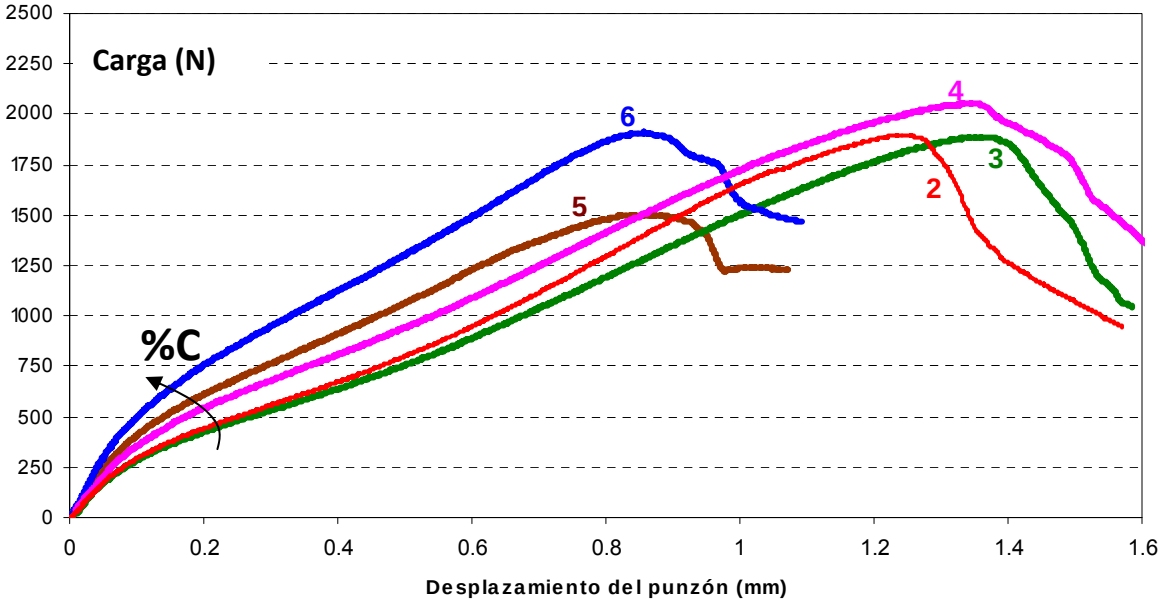


Fig. 6. Curvas EMP de los diferentes aceros DP estudiados

La Tabla 3 recoge los valores medios y las desviaciones típicas asociadas a cada uno de los parámetros que caracterizan el comportamiento mecánico de los aceros DP analizados mediante ensayos EMP. Se hace notar la fuerte dispersión encontrada en el parámetro P_{max}/t^2 en el caso de los aceros DP 5 y 6.

Las Figuras 7 y 8 muestran respectivamente las correlaciones obtenidas al representar los parámetros P_y/t^2, y d_{max}/t frente al límite elástico y el alargamiento a rotura medidos en ensayos de tracción sobre el espesor completo (Tabla 2).

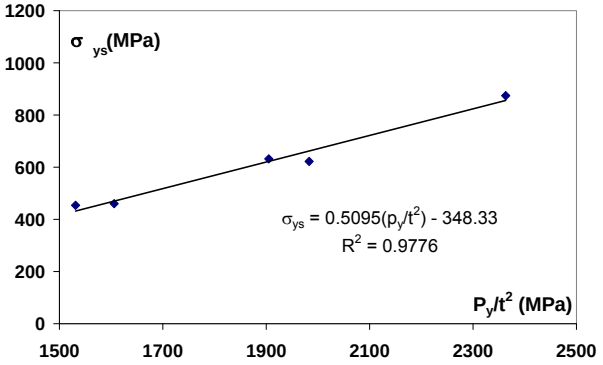


Fig. 7. Relación entre P_y/t^2 y el límite elástico de los aceros DP analizados

Tabla 3. Parámetros característicos de los aceros DP obtenidos en el ensayo EMP

Acero DP		P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t	W_{max}/t^2 (kJ/mm^2)
2	Media	1531	7767	2.65	2.44
	Dev. Std.	26.9	473	0.2	0.81
3	Media	1606	7821	2.76	2.85
	Dev. Std.	9.6	220	0.01	0.10
4	Media	1905	7919	2.73	3.38
	Dev. Std.	55.3	340	0.13	0.27
5	Media	1984	5783	1.68	1.47
	Dev. Std.	22.3	1342	0.05	0.11
6	Media	2363	6757	1.67	1.85
	Dev. Std.	19.6	2413	0.07	0.03

Quiere destacarse la excelente correlación encontrada entre el parámetro P_y/t^2 y el límite elástico de los aceros DP analizados, del tipo de la encontrada por otros autores [9,10]. Sin embargo, el parámetro relativo a la carga máxima del ensayo EMP no ha mostrado un buena correlación con la resistencia a la tracción, como en principio se esperaba y este hecho está relacionado con la enorme dispersión que se ha encontrado en este parámetro, especialmente en el caso de los aceros DP 5 y 6, que eran los aceros de mayor dureza y resistencia a la tracción pero de menor alargamiento (véase la Tabla 2 y la Figura 5).

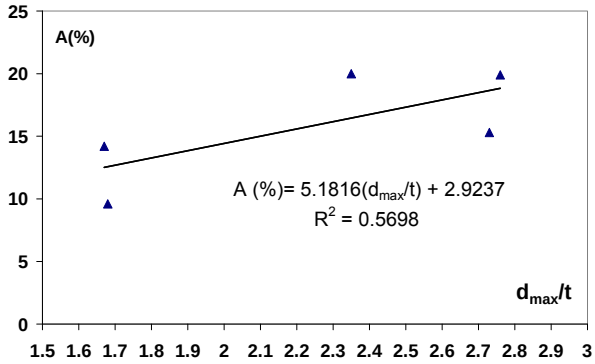


Fig. 8. Relación entre el parámetro d_{max}/t y el alargamiento a rotura de los aceros

La Figura 9 da cuenta de la dispersión que muestran los gráficos EMP del acero DP6, especialmente en lo que respecta al punto de inicio de la rotura, que tiene lugar normalmente un poco antes de alcanzar la carga máxima. Este ensayo de tipo biaxial es muy sensible a la existencia de fases frágiles (martensita de alto contenido en carbono), de manera que cuando en el curso del ensayo en la zona de máxima tensión existe una región martensítica de una cierta extensión (véase la Figura 4) el proceso de rotura se desencadena súbitamente.

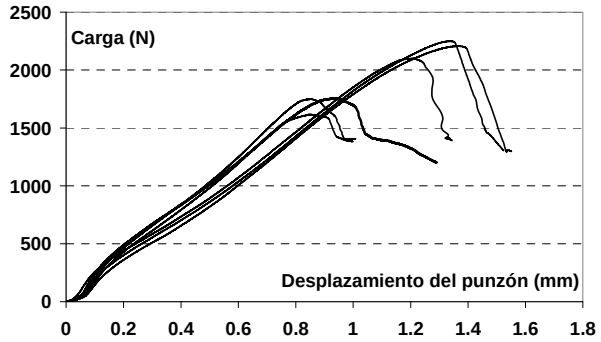


Fig. 9. Curvas EMP del acero DP6 (6 probetas)

5.- CONCLUSIONES

En este trabajo se ha demostrado la idoneidad del ensayo miniatura de punzonado (EMP) en la caracterización mecánica de aceros de fase dual que se obtienen tras un recocido intercrítico seguido de un enfriamiento rápido con objeto de lograr finalmente una microestructura de ferrita y martensita, cuyas fracciones volumétricas dependen esencialmente del contenido de carbono del acero y de la temperatura del tratamiento intercrítico.

Los gráficos EMP obtenidos han mostrado una rigidez tanto mayor cuanto mayor era el contenido de carbono del acero y una excelente correlación entre el parámetro EMP P_y/t^2 y el límite elástico de los aceros. Sin embargo el parámetro P_{max}/t^2, que en principio estaría relacionado con la resistencia a la tracción, ha mostrado una alta dispersión, especialmente llamativa en el caso de los aceros más resistentes y frágiles, que se ha justificado en virtud de que la presencia de fases especialmente frágiles pueden en ciertas ocasiones ser capaces de iniciar la fractura de la muestra bajo cargas relativamente bajas.

REFERENCIAS

[1] Lucas G.E. et al., Recent progress in small specimen test technology, J. Nucl. Mater., 307-311, 2002, 1600-1608.

[2] Contreras MA., Tesis doctoral, universidad de Oviedo, 2007.

[3] Autillo J., Contreras M.A., Betegón C., Rodríguez C., Belzunce F.J., *Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento en la caracterización mecánica de aceros*, Anales de Mecánica de la Fractura, **23**, 77-83, 2006.

[4] M.A. Contreras, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón, *Use of the small punch test to determine the dúctiles-to-brittle transition temperature of structural steels*, Fatigue Fract Engng Mater Struct, 31, 727-737, 2008.

[5] Fleury E. y Ha J.S., Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plants, Int. J. Press. Vessels and Piping, 75, 699-706, 1998

[6] Vorlicek et al., Evaluation of a miniaturizad disc test for establishing the mechanical properties of low-alloy steels, J. Mater. Scie., 30, 2936-2943, 1995.

[7] Foulds J. y Viswanathan R., Determination of the toughness of in-service steam turbine disks using small punch testing, J. Mater. Perform., 10, 5, 614-619, 2001

[8] Ruan Y., Spätig P. and Victoria M., Assessment of mechanical properties of the martensitic steel Eurofer97 by means of punch tests, J. Nucl. Mater., 307-311, 236-239, 2002.

[9] Campitelli E., Spatig P., Bonade R., Hoffelner W., Victoria M., *Assessment of the constitutive properties from small ball punch test: experimental and modelling*, J. of Nuclear. Materials, 335, 366-378, 2004.

[10] Finarelli D., Roeding M., Carsughi F., *Small punch tests on austenitic and martensitic steels irradiated in a spallation environment with 530 MeV portons*, J. of Nuclear. Materials, 328, 146-150, 2004.

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS ESTRUCTURALES EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE COPOLÍMEROS EN BLOQUE ETILENO-PROPILENO

A. Salazar[1], J. Rodríguez[1], O. O. Santana[2], A. Martínez[2]

[1] Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología,
Universidad Rey Juan Carlos, C/ Tulipán, s/n, 28933 Móstoles, Madrid, España.
E-mail: alicia.salazar@urjc.es

[2] Centro Catalán del Plástico - Universidad Politécnica de Cataluña
C/ Colón 114, 08222 Terrasa, España.
E-mail: orlando.santana@upc.edu

RESUMEN

Este trabajo analiza el comportamiento en fractura en función de la temperatura de dos copolímeros en bloque etileno-propileno con distintos parámetros estructurales pero idéntico contenido en etileno. Estos copolímeros presentan una morfología heterofásica formada por una matriz de polipropileno con partículas dispersas de una fase etilénica, lo que conlleva dos temperaturas de transición vítrea, una asociada a la matriz de PP, ~12 ºC, y otra a las partículas dispersas, ~ -50 ºC. Se realizaron ensayos de fractura a 23, 0, -40 y -80 ºC. Los resultados muestran que los valores necesarios para iniciar el crecimiento estable de grieta, J_{IC}, y para su propagación, T_J, aumentan con el peso molecular. La evolución en función de la temperatura reveló que los valores más altos de J_{IC} se obtenían a 0 y -40 ºC, en el intervalo de temperaturas comprendidas entre las T_gs del copolímero.

ABSTRACT

This paper analyzes the evolution of the fracture behaviour with the temperature in two block ethylene-propylene copolymers with the same ethylene content but different molecular parameters. These copolymers showed a heterophasic morphology formed by a polypropylene matrix with embedded ethylene-propylene domains and consequently, they presented two glass transition temperatures, one for the PP matrix, ~12 ºC, and the other for the dispersed domains, ~ -50 ºC. Fracture toughness tests were performed at 23, 0, -40 and -80 ºC. The results indicated that both the crack initiation growth parameter, J_{IC}, and the tearing modulus, T_J, increased with the molecular mass. The highest values in J_{IC} were obtained at 0 and -40 ºC, just between the T_gs of the copolymers.

PALABRAS CLAVE: Copolímeros en bloque etileno-propileno, parámetros estructurales, fractura

1. INTRODUCCIÓN

El polipropileno, PP, presenta bajo coste de producción, facilidad de reciclado, baja densidad y elevada rigidez lo que permite reducir el peso de los componentes manteniendo su rendimiento mecánico [1]. Sin embargo, su principal limitación es su sensibilidad a la presencia de entallas, especialmente a bajas temperaturas y/o solicitaciones de impacto, lo que conduce a una baja tenacidad de fractura. Esto se debe a su relativamente elevada temperatura de transición vítrea, T_g, ~ 0 ºC, y la confluencia de fenómenos de rotura como *crazing* y cedencia por cizalladura que desencadenan una rotura inestable tras iniciarse la propagación estable de grieta [2]. Una manera de aumentar su tenacidad de fractura es incorporando una fase gomosa dispersa en la matriz que introduzca mecanismos de deformación que absorban energía durante la rotura. Esto puede realizarse mezclando físicamente el PP con otros polímeros (blends) o mediante su copolimerización con otras poliolefinas de menor T_g como el polietileno. La copolimerización del PP es preferible frente a las mezclas físicas debido a su baja humectabilidad [3]. Los copolímeros en bloque etileno-propileno son materiales heterofásicos formados por una matriz de PP con partículas discretas de una fase etilénica [4-5]. El papel de estas partículas modificadoras es el de actuar como concentradores de tensiones liberando la deformación volumétrica mediante fenómenos de cavitación en la intercara matriz-partículas y promoviendo la aparición de mecanismos en la matriz que las rodea como múltiple *crazing* y cedencia por cizalladura [5-6].

Aparte del contenido, tamaño y distribución de las partículas elastoméricas [5-6], las propiedades mecánicas de estos copolímeros están determinadas por parámetros estructurales como el peso molecular, índice de cristalinidad, forma, tamaño, distribución y tipo de fase cristalina en la matriz polimérica [7-8]. Los trabajos en la literatura estudian la influencia de estos parámetros en condiciones de impacto y a bajas temperaturas por dos razones [5-8]. Por un lado, los ensayos de impacto son la técnica de caracterización más utilizada en la industria para evaluar la respuesta mecánica de los polímeros debido a su rapidez de ejecución. Por otro lado, los copolímeros en bloque presentan dos T_gs, una asociada a la matriz de PP ~ 0 ºC y otra a la fase etilénica ~ -50 ºC, por lo que muestran un comportamiento elastoplástico a temperatura ambiente y en condiciones estáticas. La respuesta no lineal es menos acusada a medida que disminuye la temperatura, hasta alcanzar un comportamiento elástico y lineal hasta rotura.

Existen pocos trabajos que analicen la influencia de los parámetros estructurales en el comportamiento en fractura bajo condiciones estáticas y por encima de las T_gs de estos copolímeros. Bajo estas condiciones, estos materiales presentan un comportamiento dúctil y para obtener la tenacidad de fractura es necesario construir la curva de resistencia J-R, que representa los valores críticos de J (energía necesaria para iniciar la propagación de la grieta) para sucesivos aumentos de tamaño de grieta, Δa. Los objetivos de este trabajo son: determinar la influencia de parámetros estructurales como el peso molecular en las curvas J-R obtenidas bajo condiciones estáticas de dos copolímeros en bloque con idéntico contenido en etileno y, analizar la evolución de las curvas J-R a medida que decrece la temperatura por debajo de las T_gs del PP y de la fase etilénica.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La determinación de las curvas J-R cuando el material presenta un comportamiento dúctil se realizó mediante el método del parámetro de separación de carga S_{pb}. La determinación del valor crítico de la integral J o G_C para materiales elásticos y lineales hasta rotura se realizó siguiendo las directrices del protocolo descrito por el comité europeo ESIS TC4 [9].

2.1. Método del parámetro de separación de carga S_{pb}

Este método supone que la carga, P, puede expresarse en función de la longitud de grieta, a, (función geométrica, g) y del desplazamiento plástico, δ_{pl}, (función deformación, H) de la siguiente manera:

$$P = g\left(\frac{a}{W}\right)H\left(\frac{\delta_{pl}}{W}\right) \tag{1}$$

siendo W el ancho de la probeta. El desplazamiento plástico se obtiene a partir de la expresión:

$$\delta_{pl} = \delta - \delta_{el} = \delta - CP \tag{2}$$

donde δ_{el} es el desplazamiento elástico y C es la flexibilidad inicial. Sharobeam y Landes [10] introdujeron el parámetro de separación S_{pb}, como la relación entre los valores de la carga de la probeta fisurada, P_p, y de la probeta con entalla roma, P_b, para un mismo nivel de desplazamiento plástico:

$$S_{pb} = \left.\frac{P_p(a_p,\delta_{pl})}{P_b(a_b,\delta_{pl})}\right|_{\delta_{pl}} = \left.\frac{g_p\left(\frac{a_p}{W}\right)H\left(\frac{\delta_{pl}}{W}\right)}{g_b\left(\frac{a_b}{W}\right)H\left(\frac{\delta_{pl}}{W}\right)}\right|_{\delta_{pl}} = \tag{3}$$

$$= \left.\frac{g_p\left(\frac{a_p}{W}\right)}{g_b\left(\frac{a_b}{W}\right)}\right|_{\delta_{pl}} = \left.\frac{A\left(\frac{a_p}{W}\right)^m}{A\left(\frac{a_b}{W}\right)^m}\right|_{\delta_{pl}} = \left.\left(\frac{a_p}{a_b}\right)^m\right|_{\delta_{pl}}$$

donde a_p es la longitud de grieta de la probeta fisurada y a_b es la longitud de grieta de la probeta con entalla roma. S_{pb} depende sólo de la función geométrica y es constante si no hay propagación de grieta en la probeta fisurada. El inicio de la variación de S_{pb} está relacionado con el inicio de la extensión de la grieta en la probeta fisurada. El parámetro S_{pb} en el que se inicia el crecimiento estable de grieta es un parámetro crítico y su determinación se ha realizado siguiendo el criterio definido por Salazar y Rodríguez [11]. Como la función geométrica puede expresarse como una función potencial del tipo $A(a/W)^m$, donde A tiene el mismo valor para la probeta fisurada y la de entalla roma si son de la misma geometría y del mismo material, entonces la expresión (3) puede escribirse como:

$$a_p = a_b\left(\frac{P_p}{P_b}\right)^{1/m} = a_b\left(S_{pb}\right)^{1/m} \tag{4}$$

La longitud de grieta puede estimarse para cada punto de la curva P-δ si *m* es conocido. Para obtener *m* se necesitan puntos de calibración como por ejemplo los asociados a las longitudes de grieta inicial, a_0, y final, a_f. Al representar S_{pb} frente a δ_{pl} obtenemos una zona en la que S_{pb} permanece constante, es decir, la longitud de grieta es la inicial al no existir propagación. El último punto de la curva P-δ corresponde a la longitud de grieta final, medida de forma directa sobre la superficie de fractura de la probeta fisurada. Con estos puntos de calibración y tomando logaritmos a ambos lados de la expresión (4), *m* puede inferirse a partir de una regresión lineal.

La curva J-R (J-Δa) puede obtenerse punto a punto a partir de la curva P-δ, con la integral J dada por:

$$J_0 = \frac{\eta U}{B\left(W - a_0\right)} \tag{5}$$

siendo B el espesor de la probeta, U la energía medida como el área bajo la curva P-δ, y η un factor dependiente de la geometría (η=2 para probetas de

flexión, SENB, y $\eta=2+0.522(1-a_0/W)$ para probetas compactas, CT). Para tener en cuenta el crecimiento de grieta, esta expresión debe corregirse:

$$J = J_0\left[1-\frac{(075\eta-1)\Delta a}{W-a_0}\right] \quad (6)$$

El criterio de tamaño debe verificarse para garantizar condiciones de deformación plana:

$$B, a, W-a > 25\frac{J}{\sigma_Y} \quad (7)$$

siendo σ_Y el límite de cedencia del material.

Por último, la resistencia al crecimiento estable de grieta se analiza a través del módulo de desgarro, T_J:

$$T_J = \frac{dJ}{d\Delta a}\frac{E}{\sigma_Y^2} \quad (8)$$

donde E es el módulo de Young del material.

3. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales estudiados fueron dos copolímeros en bloque etileno-propileno, EPBC1 y EPBC2, con un contenido en etileno de un 12%wt pero diferentes parámetros estructurales y propiedades térmicas. La Tabla 1 recoge el peso molecular, M_w, el índice de cristalinidad de la matriz de PP, X_c PP, la temperatura de transición vítrea de la matriz de PP, T_g PP, y de las partículas dispersas de la fase etilénica, T_g fase etileno, de los materiales estudiados.

Tabla 1. Parámetros estructurales y propiedades térmicas de los materiales estudiados

	M_w (kg/mol)[(a)]	X_c PP (%)[(b)]	T_g PP (ºC)[(c)]	T_g fase etileno (ºC)[(c)]
EPBC1	531	36.5	12.4	-45.9
EPBC2	307	40.6	10.6	-49.4

[(a)] Medida por cromatografía de exclusión de tamaños (SEC)
[(b)]Medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC)
[(c)]Medida por análisis térmico mecanodinámico (DMTA)

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo según las directrices de la norma ISO 527, con dimensiones de las probetas en la zona libre entre mordazas de 4x6x33 mm.

Los ensayos de tenacidad se realizaron sobre probetas de flexión, SENB, con dimensiones de 6.35x24x105 mm y 6.35x12.7x55 mm para el EPBC1 y EPBC2, respectivamente. La luz del dispositivo de flexión en tres puntos fue de cuatro veces el ancho de la probeta. La longitud de la entalla inicial en la probeta fisurada fue de 12 mm para el EPBC1 y 6.35 mm para el EPBC2. Con ayuda de una cuchilla se insertó una grieta afilada en el centro de la entalla hasta conseguir una longitud final, a_0, de 13.2 mm para el EPBC1 y de 7 mm para el EPBC2. Las probetas con entalla roma no presentaron una grieta afilada y las longitudes de entalla referidas al ancho de la probeta, a/W, fueron 0.65, 0.7 y 0.75. Para garantizar que la propagación de la grieta fuera en el mismo plano que el de la entalla, se realizó una ranura a lo largo del ancho de las probetas SENB y a ambos lados de la misma centrada en la entalla y con una profundidad tal que la reducción total de espesor no superara el 20%.

Los ensayos mecánicos y de fractura se realizaron a cuatro temperaturas: 23 ºC (por encima de la T_gs de los copolímeros), 0 y -40 ºC (entre la T_g del PP y de la fase etilénica), y -80 ºC (muy por debajo de la T_g de la fase etilénica). Los ensayos criogénicos se llevaron a cabo colocando la muestra en el dispositivo de ensayo situado en el interior de una cámara ambiental (MTS 651.06E-03) conectada a un dewar de nitrógeno líquido. El proceso de enfriamiento se realizó bajo control de carga y la probeta fue sometida a carga constante (15 N) para compensar las contracciones térmicas diferenciales. Una vez alcanzada la temperatura objeto de estudio, el proceso de enfriamiento se prolongó 20 minutos para garantizar la uniformidad de temperatura en la probeta antes de iniciarse el ensayo. Se utilizó una máquina electromecánica universal de ensayos mecánicos (MTS Alliance RF/100) midiendo la fuerza con un célula de carga de ± 2.5 kN. Se empleó control de posición y la velocidad de movimiento del puente fue de 1 mm/min.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Evolución de las propiedades mecánicas en función de la temperatura

Las Tablas 2 y 3 recogen la evolución con la temperatura del módulo de Young, E, y de la tensión de cendencia, σ_Y, respectivamente. Independientemente de las propiedades estructurales, las propiedades mecánicas aumentan significativamente a medida que decrece la temperatura, siendo este aumento más abrupto por debajo de la T_g de la matriz de PP, a partir de 0 ºC. Este comportamiento es atribuido a la restricción cada vez más severa al movimiento de la fase amorfa, principalmente de la fase mayoritaria que es la matriz de PP, a medida que disminuye la temperatura por debajo de la T_g de la fase etilénica [8].

Tabla 2. Módulo de Young, E, en MPa en función de la temperatura para EPBC1 y EPBC2

	23 ºC	0 ºC	-40 ºC	-80 ºC
EPBC1	750 ± 7	1210±90	2040±90	2800±90
EPBC2	680±90	1180±50	1900±70	3000± 200

Tabla 3. Tensión de cedencia, σ_Y, en MPa en función de la temperatura para EPBC1 y EPBC2

	23 ºC	0 ºC	-40 ºC	-80 ºC
EPBC1	20.1±0.1	21.2±0.2	37±2	55 ± 5
EPBC2	22.0±0.2	24.7±0.5	31.7±0.2	41.7±0.3

Para una misma temperatura no se observaron diferencias apreciables en el módulo de Young. El comportamiento elástico no depende del peso molecular pero sí del índice de cristalinidad. Tanto EPBC1 como EPBC2 presentaron índices de cristalinidad parecidos (Tabla 1), lo que justifica la igualdad en los módulos de Young (Tabla 2). En cambio, la tensión de cedencia del EPBC1, con mayor peso molecular, presentó valores mayores que EPBC2 a -40 y -80 ºC (Tabla 3). Esto demuestra la sensibilidad de la tensión de cendencia con el peso molecular ya que cuanto mayor es éste, mayor es la probabilidad de enredos moleculares que actúan como anclajes aumentando la resistencia del material.

4.2. Influencia de los parámetros estructurales en el comportamiento a fractura

La Figura 1 muestra una curva característica S_{pb}-δ_{pl} para el EPBC1 y el EPBC2 donde se distinguen tres zonas: una primera para $\delta_{pl}<\delta_{pl,min}$ en la que S_{pb} varía debido a la transición desde el régimen elástico al plástico; una segunda zona donde S_{pb} es aproximadamente constante, lo que indica que la grieta permanece estacionaria en la probeta fisurada; y una tercera región en la que S_{pb} decrece como consecuencia del crecimiento de la grieta. El punto marcado como *inicio* fue obtenido siguiendo el criterio definido por Salazar y Rodríguez [11].

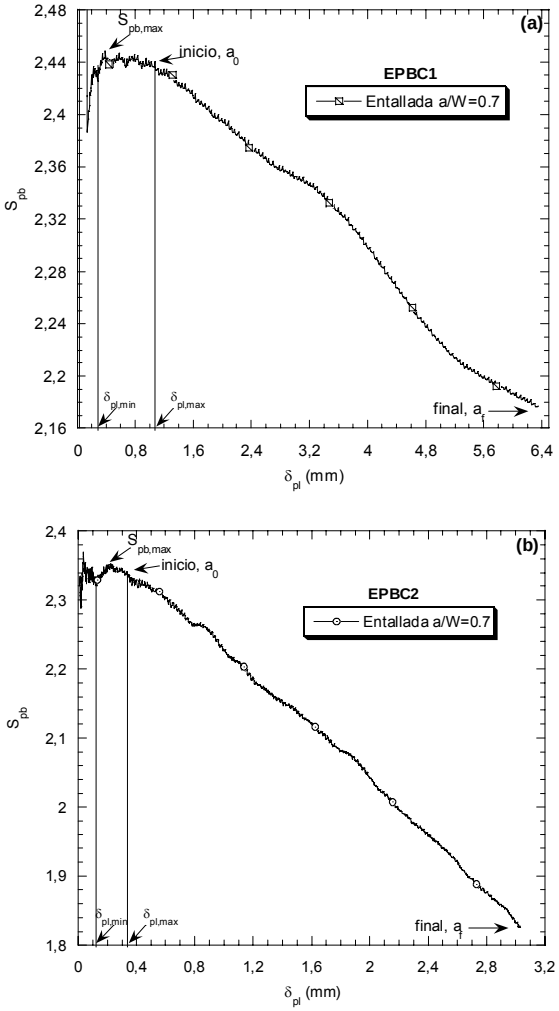


Figura 1. Curvas S_{pb}-δ_{pl} del (a) EPBC1 y (b) EPBC2

Las curvas J-R representativas de los copolímeros EPBC1 y EPBC2 a 23 ºC se recogen en la Figura 2 y han sido ajustadas a una función potencial del tipo $J=C(\Delta a)^n$, con C y n constantes y $n\leq 1$.

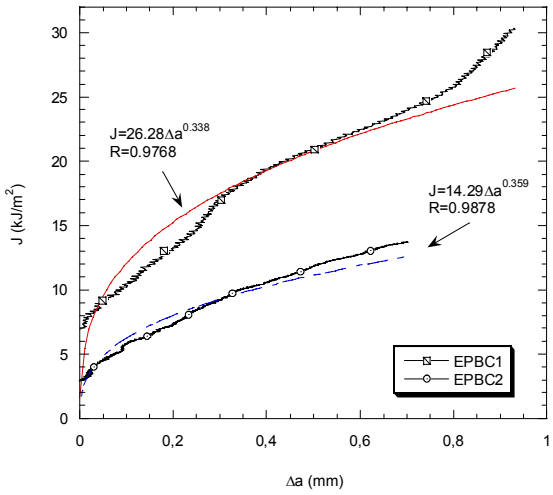


Figura 2. Curvas J-R a 23 ºC del EPBC1 y EPBC2.

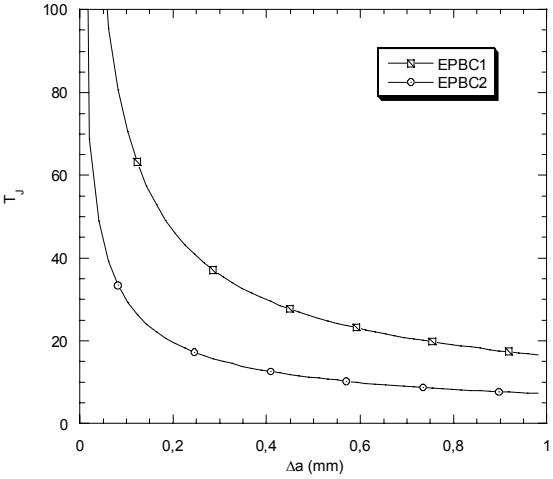


Figura 3. Módulo de desgarro, T_J, a 23 ºC del EPBC1 y EPBC2.

El comportamiento dúctil de los materiales está principalmente influido por el peso molecular tal y como se evidencia en la Figura 2. El copolímero con mayor peso molecular, EPBC1, no sólo presenta una mayor energía para el inicio de propagación de la grieta sino también para la propagación estable de la misma. Esto se muestra más claramente en la Figura 3, donde se recoge la evolución del módulo de desgarro, T_J, para sucesivos aumentos del tamaño de grieta, Δa, obtenido a partir de las curvas de resistencia a través de la expresión (8). Este comportamiento está en consonancia con los trabajos de Sugimoto y col. [7], los cuales observaron como la resistencia mecánica de los aglomerados de fibrillas de la fase amorfa que forman un *craze* aumentaba con el peso molecular del polímero. Este incremento en la resistencia se traducía en un aumento de la tenacidad del polímero.

Las curvas P-δ a 0 y -40 ºC presentaron un evidente comportamiento elastoplástico a pesar de estar por debajo de la T_g de la matriz de PP. La fase dispersa actúa como concentrador de tensiones induciendo mecanismos de deformación plástica en la matriz [5-6]. Las Figuras 4 y 5 recogen las curvas J-R y los módulos de desgarro representativos del EPBC1 y EPBC2 a 0 y -40 ºC. Las curvas de resistencia a 0 y -40 ºC presentan la misma tendencia con el peso molecular que a temperatura ambiente. El copolímero con mayor peso molecular, EPBC1, presentó valores de energía necesaria para la iniciación y para la propagación estable de grieta más altos que EPBC2 a 0 y a -40 ºC.

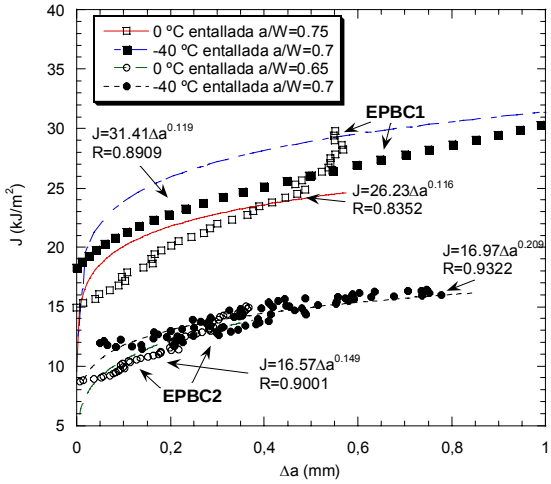


Figura 4. Curvas J-R a 0 y -40 ºC del EPBC1 y EPBC2

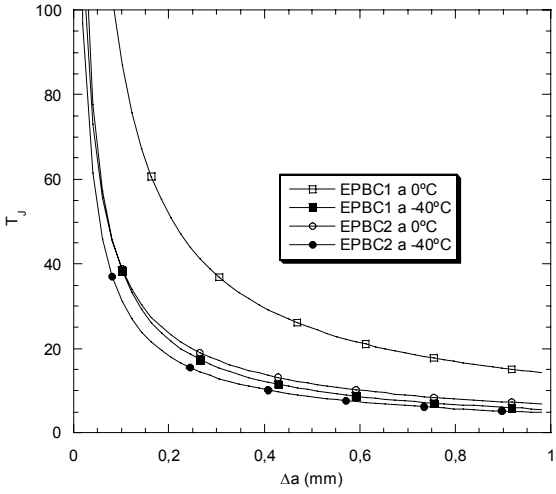


Figura 5. Módulo de desgarro, T_J, a 0 y -40 ºC del EPBC1 y EPBC2.

Las curvas P-δ de los copolímeros EPBC1 y EPBC2 a -80 ºC presentaron un comportamiento elástico y lineal hasta rotura por estar muy por debajo de las T_gs de los materiales. Se utilizó la Mecánica de la Fractura Elástica y Lineal para evaluar la tenacidad de fractura [9] obteniéndose valores de 10.6 ± 0.6 y 3.0 ± 0.2 kJ/m^2 para el EPBC1 y EPBC2, respectivamente. Al igual que en las temperaturas anteriores, la tenacidad de fractura aumenta con el peso molecular.

4.3. Influencia de la temperatura en la tenacidad de fractura.

La Figura 6 recoge la evolución con la temperatura de la energía necesaria para iniciar la propagación de la grieta, J_{IC}, para EPBC1 y EPBC2. Los valores de J_{IC} se obtuvieron a partir de la intersección del ajuste de la curva J-R a una potencial del tipo $J=C\Delta a^n$ y la ecuación de enromamiento dada por $J=2\sigma_Y\Delta a$. Ninguno de los valores representados cumplen el criterio que garantiza condiciones de deformación plana (ecuación 7) y la independencia de los resultados con la geometría. Aún así, todos los resultados se obtuvieron con probetas del mismo espesor.

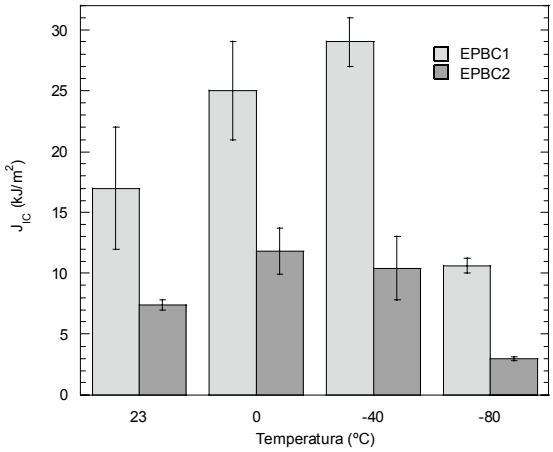


Figura 6. Evolución de J_{IC} con la temperatura del EPBC1 y EPBC2.

Como se observa en la Figura 6, los valores de energía de iniciación, J_{IC}, dependen del peso molecular independientemente de la temperatura de ensayo. Además, los valores de J_{IC} de ambos materiales aumenta considerablemente a 0 y -40 ºC con respecto a 23 ºC, siendo este aumento más significativo en el copolímero con mayor peso molecular, EPBC1. En cambio, a -80 ºC, los valores de J_{IC} decrecen incluso por debajo de los de 23 ºC. Los valores más altos de J_{IC} en el intervalo comprendido entre la T_g de la matriz de PP, ~ 12 ºC y la de la fase etilénica, ~ -50 ºC, podría atribuirse a que los mecanismos de disipación de energía inducidos por las partículas dispersas son más efectivos cuando la matriz no presenta un comportamiento dúctil y posee mejores propiedades mecánicas (Tablas 2 y 3). Este comportamiento puede asemejarse al presentado por las mezclas físicas resina-modificador, en las que las partículas de modificador, formadas por termoplásticos o elastómeros, inducen mecanismos de absorción de energía en la resina epoxi, inherentemente frágil, mejorando el comportamiento mecánico de la matriz epoxídica [12].

Por último, las figuras 7a y 7b recogen la evolución del módulo de desgarro con la temperatura para EPBC1 y EPBC2, respectivamente. Para ambos materiales, la resistencia a la propagación estable de grieta decrece a medida que disminuye la temperatura.

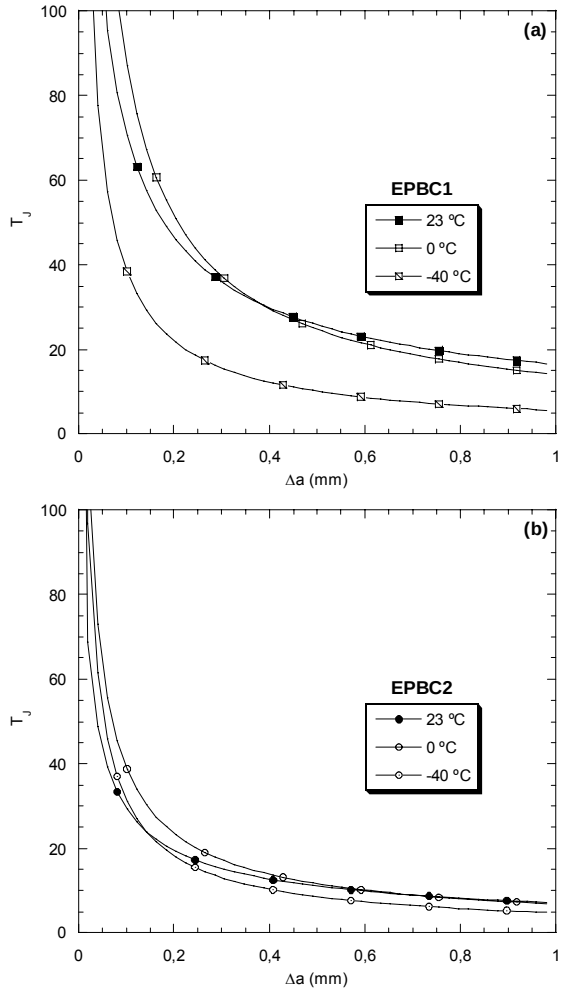


Figura 7. Evolución de los módulos de desgarro, T_J, con la temperatura para (a) EPBC1 y (b) EPBC2.

5. CONCLUSIONES

Al evaluar el comportamiento en fractura de dos copolímeros en bloque con distintos parámetros estructurales en función de la temperatura se extraen las siguientes conclusiones:

- La energía necesaria para iniciar el crecimiento estable de grieta y la resistencia a la propagación estable de grieta aumenta con la masa molecular del sistema.
- La energía necesaria para iniciar el crecimiento estable de grieta presenta los valores más altos para las temperaturas en el intervalo entre las T_gs de la matriz de PP y la de la fase etilénica, ya que los mecanismos de disipación de energía inducidos por las partículas son más efectivos cuánto más frágil es la matriz.
- La resistencia al crecimiento estable de grieta decrece a medida que disminuye la temperatura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Educación la financiación a través del proyecto MAT2006-13354-C02-02 y a REPSOL por el suministro de material.

REFERENCIAS

[1] Ashby M. F., *Multi-objective optimization in materials design and selection*, Acta Materialia 48 (2000), pp. 359-369.

[2] Prabhat, K., Donovan, J. A., *Tearing instability in polypropylene*, Polymer 26 (1985), pp. 1963-1970.

[3] Gámez, J., *Relación estructura-propiedades en placas y láminas de polipropileno y copolímeros en bloque etileno-propileno obtenidas por diferentes procesos de fabricación*, Tesis Doctoral, 255 pag., Barcelona, España, 2006

[4] Sun, Z., Yu, F., *SEM study on fracture behavior of ethylene/propylene block copolymers and their blends*, Macromolecular Chemistry and Physics 192 (1991), pp. 1439-1445.

[5] Doshev, P., Lach, R., Lohse, G., Heuvelsland, A., Grellmann W., Radusch, H. J., *Fracture characteristics and deformation behaviour of heterophasic ethylene-propylene copolymers as a function of the dispersed phase composition*, Polymer 46 (2005), pp. 9411-9422.

[6] Kim, G. M., Michler, G. H., Gahleitner, M., Fiebig, J., *Relationship between morphology and micromechanical toughening mechanism in modified polypropylenes*, Journal of Applied Polymer Science 60 (1996), pp. 1391-1403.

[7] Sugimoto, M., Ishikawa, M., Hatada, K., *Toughness of polypropylene*, Polymer 46 (1995), pp. 3675-3682.

[8] Lapique, F., Meakin, P., Feder, J., Jossang, T., *Relationships between microstructure, fracture-surface morphology, and mechanical properties in ethylene and propylene polymers and copolymers*, Journal of Applied Polymer Science 77 (2000) 2370-2382.

[9] Pavan, A., *Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites*, D. R. Moore, A. Pavan, J. G. Williams editors, Elsevier Science Ltd. And ESIS: The Netherlands, 2001.

[10] Sharobeam, M.H., Landes, J.D., *The load separation criterion and methodology in ductile fracture mechanics*, International Journal of Fracture 47 (1991), pp. 81-104.

[11] Salazar, A., Rodríguez, J., The use of the load separation parameter Spb method to determine J-R curves of polypropylenes, Polymer Testing 27 (2008), pp. 977-984.

[12] Salazar, A., Prolongo, S. G., Rodríguez, J., *Fracture properties of epoxy/poly(styrene-co-allylalcohol) blends*, Journal of Applied Polymer Science 106 (2007), pp. 3227-3236.

FRACTURA Y MORFOLOGIA DE COMPUESTOS DE POLIPROPILENO REFORZADOS CON FIBRA DE CURAUÁ

J. Araújo[1], B. Mano[2], M.-A. De Paoli[2], A.B. Martínez[1]

[1] Centre Català del Plàstic, C/ Colom 114, 08222 Terrassa, España.
antonio.martinez@upc.edu

[2] Instituto de Química - Unicamp,
Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n,
CP 6154, 13083-970-Campinas, SP, Brasil.
E-mail: mdepaoli@iqm.unicamp.br

RESUMEN

En este trabajo demostramos que la preparación de compuestos de polipropileno reforzados con fibra de Curauá es una forma eficaz de se aumentar la resistencia al impacto del polipropileno. La incorporación de 20 wt % de fibras aumentó en 92 % la cantidad de energía absorbida en el ensayo de impacto instrumentado Charpy en comparación al polipropileno. La morfología hecha por SEM comprobó que los compuestos sin PPAM son mas resistentes al impacto mientras los compuestos con cantidades de PPAM por en cima de 2 wt% sufren menor desplazamiento. Las condiciones de manufactura de los compuestos también afectan las propiedades de impacto pos cuando se cambió las rotaciones por minuto de los husillos principales de 300 para 500 rpm, el decaimiento en la razón de aspecto y la degradación termo-mecánica de la matriz causaran pérdida en la resistencia al impacto de los compuestos con 20 wt% de fibras.

ABSTRACT

The aim of this work is to show that the preparation of polypropylene composites reinforced with Curaua fibers is an effective way to increase the impact resistance of polypropylene. The incorporation of 20 wt% of Curauá fibers increases by 92 % the amount of energy absorbed in the impact tests compared to polypropylene. The morphology by SEM confirmed that the composites without PPAM are more resistant to impact while the composites with PPAM in concentrations higher than 2 wt% suffer less displacement. The process conditions of the composites also affect the impact properties because when the screw rotation speed was changed from 300 to 500 rpm, there was a decrease in the aspect ratio of the composite and thermo-mechanical degradation of the matrix occurred, causing loss in the impact resistance of the composites reinforced with 20 wt% of fibers.

PALABRAS CLAVE: Compuestos, Resistencia al Impacto, Fractura.

1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de materiales compuestos con fibras cortas se ha ampliado en las aplicaciones económicas de los materiales poliméricos principalmente en piezas que requieren un alto rendimiento junto con un buen acabado superficial. El nombre "fibra corta" entiende que las fibras tienen una longitud hasta 15 mm [1]. Esta longitud máxima distingue las llamadas "fibras cortas" de aquellas que son consideradas "fibras largas" y también hace una distinción entre los compuestos que pueden ser procesados por procesos automatizados en gran escala como extrusión y moldeo por inyección, de los procesos no automatizados o semiautomatizados como rotomoldeo, moldeo por compresión, termoformado, etc. En este sentido, la producción de compuestos poliméricos reforzados con fibras vegetales presenta buenas perspectivas de crecimiento ya que estos pueden ser producidos a través de procesos automatizados y en gran escala y sin generación de residuos después de la manufactura.

El objetivo principal de la incorporación de fibras lignocelulosicas como refuerzo en termoplásticos es mejorar las propiedades mecánicas de los polímeros tales como resistencia mecánica y módulo de elasticidad [2]. Estos materiales reforzados, al presentar buenas propiedades, son clasificados como materiales de ingeniería. Otro factor interesante es que las fibras vegetales tienen una menor densidad comparadas con las fibras inorgánicas, por tanto su incorporación proporciona la obtención de un material final con menor densidad. Las fibras de vidrio, por ejemplo, tienen densidad de 2500 kg/m^3 y son más caras que las fibras

naturales, que por otro lado tienen densidad entre 810 y 1400 kg/m^3 [3,4]. Además, las fibras naturales siendo materias primas renovables tienen disponibilidad ilimitada con muy bajo consumo de energía. Las fibras más utilizadas como refuerzo son: yute, lino, cáñamo, bagazo de caña de azúcar, coco y sisal [5,6,7]. Sin embargo, hubo una preferencia por el uso de la fibra de vidrio y cargas minerales como refuerzos de alto rendimiento, pues las fibras naturales tienen como desventaja su baja estabilidad térmica y una alta absorción de humedad. Otro inconveniente de las fibras naturales es su baja temperatura de degradación térmica, lo que impide su mezcla con polímeros que requieren temperaturas de procesamiento por encima de los 220 ºC [8].

Las fibras de Curauá estudiadas en este trabajo se extraen de las hojas de una planta llamada Ananas erectifolius que se cultiva en la región Amazónica (Brasil). La composición química del Curauá es de 73,6 % de celulosa, 9,9 % de hemicelulosa, 7,5 % de lignina y 0,9 % de cenizas [9]. Sus hojas miden 1,7 m de largo, 4 cm de ancho y son erectas con la superficie plana. Estas fibras tienen como ventaja sus propiedades mecánicas específicas muy similares a las fibras de vidrio utilizadas como refuerzo en termoplásticos, como poliamida, polietileno y polipropileno. En este trabajo demostramos que la preparación de compuestos de fibras de Curauá con polipropileno utilizando una extrusora de doble husillo proporciona no solo una buena dispersión como también una buena adhesión entre las fibras lignocelulosicas y la matriz modificando las propiedades mecánicas en impacto.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Preparación de los compuestos

Se utilizó polipropileno (PP) con índice de fluidez (MFI) de 10 g.10 min^{-1} suministrado por Braskem y fibras de Curauá producidas por EMBRAPA-PA (Brasil). Las fibras fueron lavadas, secadas en una estufa durante 4 h a 100 ºC y molidas en un molino de cuchillos en el cuál se utilizó un colador para obtener una longitud media de 7 mm. Los compuestos, con las composiciones mostradas en la tabla 1, fueron preparados en una extrusora de doble husillo corrotante interpenetrante Coperion ZSK-26 (L/D = 44 y D = 24 mm) con el perfil de temperatura de 160 a 180 ºC. La velocidad de rotación de los husillos principales fue de 300 rpm y 250 rpm en el *side-feeder* excepto en las que se indica que se ha variado de 250 a 500 rpm y de 200 a 450 rpm en el *side-feeder* para satisfacer las mejores condiciones de proceso para el material. Se utilizó el sistema de salida de gases en todos los procesos. Se utilizaron husillos diseñados especialmente para la producción de compuestos, figura 1, y temperaturas que permiten una buena productividad y un bajo tiempo de residencia. Para promover la adhesión interfacial, fueron ensayados algunos compuestos con un 0,5-10 wt% de una poliolefina modificada con anhídrido maleico como agente de acoplamiento suministrada por Megh Ind. Com. Ltda (100-130 mg KOH). Las propiedades de impacto fueron obtenidas cambiándose la cantidad de fibras en el compuesto, de 5-30 wt% de fibra de Curauá. El contenido de fibra en la alimentación de la extrusora fue controlado a través de la relación entre la velocidad de rotación del *side-feeder* y de los husillos principales y determinado en el producto por medio de análisis elemental y medidas de densidad. La granja de los compuestos fue secada en estufa a 100 ºC durante 1 h e inyectada en una inyectora Arburg, All Rounder M-250 en forma de probetas prismáticas (127x12,7x3,3 mm) con las siguientes condiciones: perfil de temperatura de 180, 190, 200, 205 y 200 ºC de la alimentación hasta el punto de inyección, presión de inyección y presión de mantenimiento de 1200 e 800 bar respectivamente, velocidad de inyección de 25 cm^3/s, temperatura del molde de 20 ºC y tiempo de enfriamiento de 10 s.

Tabla 1. Composición de las muestras en wt % donde PP = polipropileno, FC = fibra de Curauá, PPAM = polipropileno injertado con anhídrido maleico.

Muestra	PP	FC	PPAM
PP	100	-	-
FC5	95	5	-
FC20	80	20	-
FC30	70	30	-
PPAM0,5	79.6	20	0.4
PPAM1	79.2	20	0.8
PPAM2	78.4	20	1.6
PPAM4	76.8	20	3.2
PPAM6	75.2	20	4.8
PPAM8	73.6	20	6.4
PPAM10	72	20	8
250-500 rpm	80	20	-

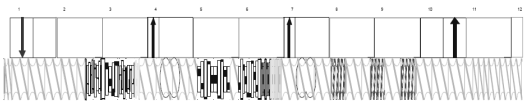


Figura 1. Diseño del husillo utilizado en la extrusora Coperion ZSK-26.

2.2. Ensayos de Impacto

Los ensayos de impacto fueron realizados a temperatura ambiente empleando un péndulo Charpy marca Ceast cuya masa efectiva del martillo es de 3664 gramos, equipado con un transductor para medición de fuerza y a una velocidad de 1 m/s. La distancia entre apoyos (span) fue de 52 mm. Las probetas de 63,5x12,7x3,3 mm, mitad de las inyectadas, fueron entalladas con una profundidad de entalla de 2 mm.

2.3. Microscopia Eletrónica de Barrido (SEM)

La morfología de los compuestos fue examinada a través de micrografías que se obtuvieron por microscopia electrónica de barrido (SEM) en un microscopio JEOL JSM 5610 utilizando un voltaje de 10 kV. Las muestras fueron obtenidas de la región de fractura de las probetas del ensayo de impacto instrumentado Charpy y las muestras fueron recubiertas de oro que mejora la conductividad.

2.4. Medidas de las dimensiones de las fibras

Para las medidas de las dimensiones de las fibras, estas fueron separadas de las matrizes por extracción con xileno caliente por 1 hora y entonces el solvente fue evaporado a 130 ºC. Las imágenes se obtuvieron en un microscopio óptico (Nikon E-800) acoplado a una camera digital. El software Image Pró-Plus fue utilizado para las medidas de la longitud, diámetro y esbeltez de las fibras. Los cálculos estadísticos fueron hechos tomándose las medidas de 100 fibras.

3. RESULTADOS

3.1. Influencia del contenido en fibra

A fin de estudiar la influencia de la cantidad de fibra, se realizaran ensayos de impacto instrumentado del PP y de los compuestos con 5, 20 y 30 % en peso de fibras de Curauá.

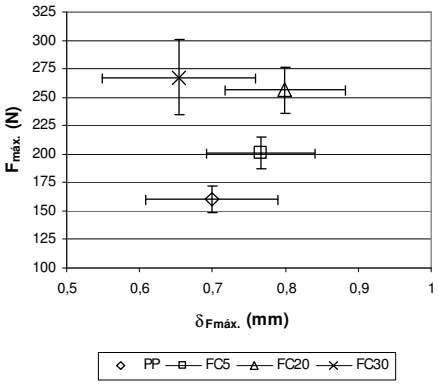


Figura 2. Fuerza máxima versus el desplazamiento para el PP y compuestos con diferentes cantidades de fibras.

En la figura 2 se representa la fuerza máxima registrada en función de su desplazamiento correspondiente, mientras que en la figura 3 se representa la energía máxima absorvida dividida por el área de ligamento en función de su correspondiente desplazamiento.

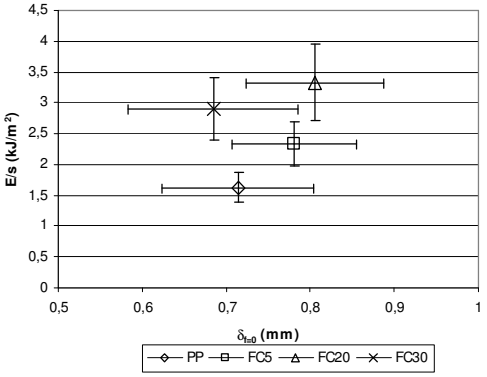
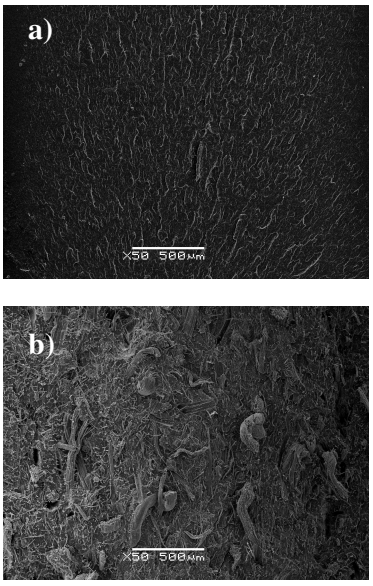


Figura 3. Energía sobre el área de la sección transversal versus el desplazamiento para el PP y compuestos con diferentes cantidades de fibras.

En ambos gráficos se observa que al añadir fibras hasta el 20 % en peso, aumentan: la fuerza máxima, el desplazamiento y la energía absorvida. Sin embargo cuando hay un 30 % en peso de fibras, la fuerza máxima aumenta, pero el desplazamiento es incluso menor que el correspondiente al PP, y la energía absorvida es algo menor que la del 20 %.

En la figura 4 se presentan las micrografías de las superficies de fractura del PP, y de los compuestos con 20 y 30 % en peso de fibras. Puede observarse la mayor rugosidad de las micrografías con fibras lo que explica el aumento de la energía de impacto [10,11].



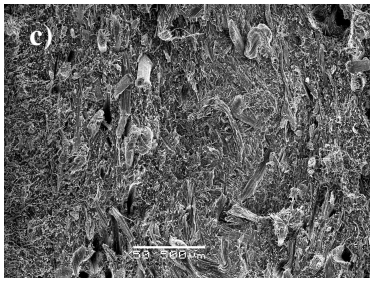


Figura 4. Micrografías hechas por SEM de: a) PP, b) FC20 y c) FC30.

Las fibras de Curauá, como otras fibras vegetales, se componen de un conjunto de microfibrillas de celulosa conectadas por lignina [12,13]. Dependiendo del grado de cizallamiento durante la transformación, se obtiene una mejor dispersión de las microfibrillas. En la figura 5 se observa la disgregación en microfibrillas de una fibra de Curauá.

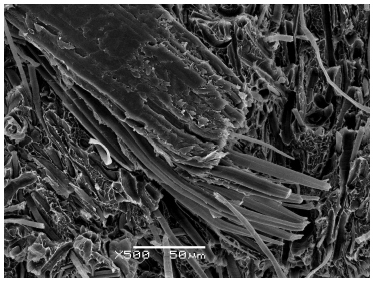


Figura 5. Micrografía hecha por SEM muestreando la disgregación de las fibras de Curauá.

Comparando las figuras 4 b y 4 c, se observa una mejor dispersión de microfibrillas cuando hay un 20 % de fibras en relación con el 30 % de fibras, y es esta mayor disgregación de las fibras en microfibrillas lo que explica el mejor comportamiento frente al impacto al 20 % de fibras.

3.2. Influencia del agente de acoplamiento

A fin de mejorar la adhesión en la interfase entre las microfibrillas de Curauá y la matriz de PP, se prepararán compuestos de PP con un 20 % en peso de fibras a los que se añadió: 0,5, 1, 2, 4, 6, 8 y 10 % en peso sobre el PP, de un polipropileno injertado con anhídrido maleico (PPAM).

En las micrografías mostradas en la figura 6 puede observarse el incremento de la adhesión en la interfase PP/fibra que tiene lugar al aumentar la cantidad de polipropileno injertado con anhídrido maleico. También se observa la reducción en el número de fibras rotas que tiene lugar con el aumento de la adhesión.

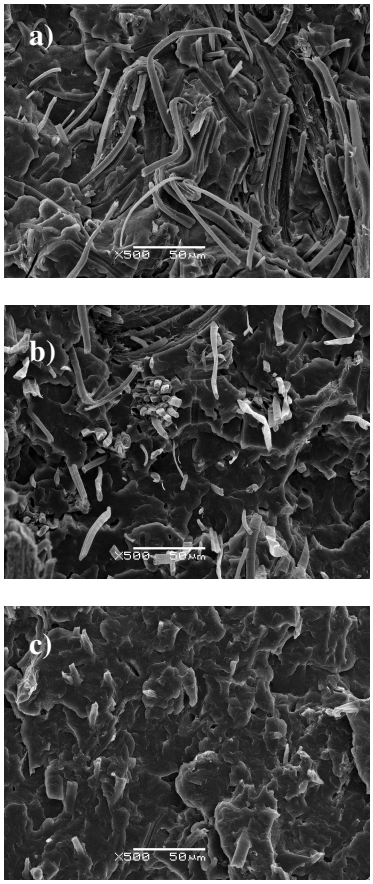


Figura 6. Micrografías hechas por SEM de: a) FC20; b) PPAM0,5 y c) PPAM8.

En la figura 7 se muestran los valores de la fuerza máxima en función del correspondiente desplazamiento y en la figura 8 los valores de la energía por unidad de área de ligamento en función de su desplazamiento correspondiente.

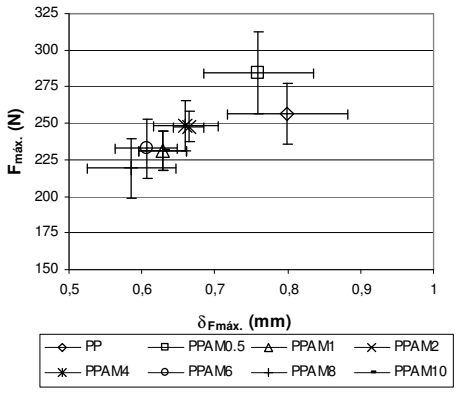


Figura 7. Fuerza máxima en versus el desplazamiento para compuestos con diferentes porcentajes de PPAM.

En la figura 7 se observa que a medida que aumenta la adhesión interfacial, disminuye el desplazamiento, tal como cabe esperar de fibras bien adheridas que limitan la deformación de la matriz, y ello implica la reducción en la energía como puede observarse en la figura 8.

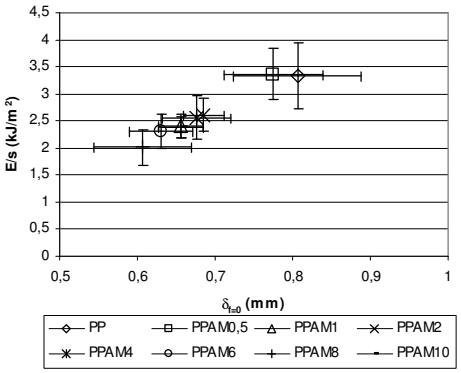


Figura 8. Energía sobre el área de la sección transversal versus el desplazamiento para el PP y compuestos con diferentes cantidades de fibras.

También puede observarse en la figura 7, que al añadir un 0.5 % de polipropileno injertado con anhídrido maleico, la fuerza máxima es mayor que cuando no se ha incorporado ninguna cuantidad, sin embargo, a medida que aumenta la cantidad de polipropileno injertado con anhídrido maleico, la fuerza máxima disminuye. Este aspecto puede explicarse por la menor orientación de las fibras que tiene lugar durante la inyección de las probetas al aumentar la cantidad de polipropileno injertado con anhídrido maleico y que puede observarse en las micrografías de la figura 6. A menor orientación en la dirección transversal a la propagación de la grieta, menor refuerzo [14].

3.3. Influencia del proceso de mezclado

Durante el proceso de mezclado en la extrusora de doble husillo, se genera un alto grado de cizalla y como consecuencia del trabajo mecánico se genera calor que aumenta la temperatura del material.

A mayor grado de cizallamiento, es mayor el grado de mezcla, y se favorece la dispersión de las microfibrillas que constituyen la fibra de Curauá, lo que también lleva aparejado a una reducción de la longitud de las microfibrillas [15]. Por otra parte, a medida que aumenta el grado de cizallamiento, aumenta la temperatura del compuesto y favorece la degradación del polímero.

A fin de estudiar la influencia del grado de cizallamiento, se realizaran mezclas de PP con 20 % en peso de fibras a diferentes revoluciones, 250, 300, 350, 400 y 500 rpm, de la extrusora de doble husillo. En la tabla 2 se presentan los valores de la longitud, diámetro y esbeltez de las microfibrillas, observándose la gran influencia del grado de cizallamiento.

Tabla 2. Efecto de la rotación de los husillos en la longitud, diámetro y esbeltez de las fibras.

Rotación (rpm)	Longitud (mm)	Diámetro (mm)	Esbeltez
250	0.90	0.073	15
300	0.70	0.060	15
350	0.54	0.046	13
400	0.50	0.047	11
500	0.28	0.040	9

En las figuras 9 y 10 se presentan los resultados obtenidos al ensayar en el impacto instrumentado estos compuestos obtenidos variando solamente el grado de cizallamiento.

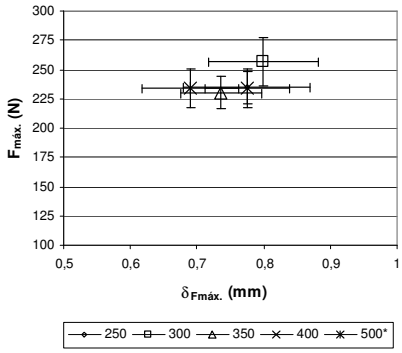


Figura 9. Fuerza máxima versus el desplazamiento para los compuestos con 20 wt% de fibras preparados en varias rotaciones de husillos.

Al pasar de 250 a 300 rpm, aumentan la fuerza máxima, la energía y los desplazamientos, sin embargo, a partir de 350 rpm estos valores disminuyen. Esto se explica por el aumento del cizallamiento llevar a la degradación de las fibras debido al aumento de la temperatura en la extrusora cuando se procesan las mezclas con rotaciones superiores a 350 rpm.

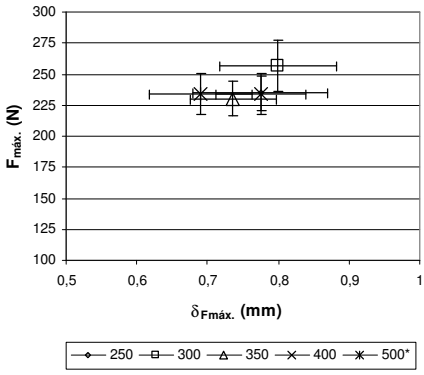


Figura 10. Energía/área de la sección transversal versus el desplazamiento cambiándose las revoluciones.

A partir de 350 rpm, la temperatura en la extrusora llega a alcanzar 205 ºC y la fibra de Curauá se empieza a degradar en estas temperaturas [16].

El grafico de energía por área de la sección transversal versus el desplazamiento (figura 10), muestra la misma tendencia que el grafico de fuerza máxima versus desplazamiento lo que indica que la mejor condición para preparar compuestos reforzados con fibras de Curauá es utilizando 300 rpm en los husillos principales y 250 rpm en el *side-feeder*. Estas condiciones producen compuestos con menor degradación, bajo tiempo de residencia y consecuentemente mejores propiedades mecánicas.

4. CONCLUSIONES

La incorporación de fibras de Curauá es eficaz en reforzar el PP lo que se pone de manifiesto en el aumento de la resistencia al impacto.

La adhesión en la interfase reduce los valores de las características a impacto y cambia la orientación de las fibras.

El grado de cizalla producido durante la mezcla de los compuestos afecta de manera importante la microestructura de las microfibrillas, y esta limitada por el incremento de temperatura que al alcanzarse alrededor de 200 ºC degrada las fibras de Curauá.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a Fapesp/Brasil (becas 06/58342-0, 06/58343-7 y proyecto 04/15084-6).

REFERENCIAS

[1] Jones, R., *Guide to short fiber reinforced plastics*, Hanser/Gardner Publications, Ohio, 1998.

[2] Canevarolo Jr., S.V., Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros, Artliber, São Paulo, 2004.

[3] Bledzki A.K., Gassan J., "Composites reinforced with cellulose based fibres" *Prog. Polym. Sci.* **24** (1999) 221-274.

[4] Silva Spinacé M.A., Lambert CS, Fermoselli KKG, De Paoli MA, Characterization of lignocellulosic curaua fibres, submitted.

[5] Kumar, A.P., Singh, R.P., Sarwade, B.D. Mater. "Degradability of composites, prepared from ethylene-propylene copolymer and jute fiber under accelerated aging and biotic environments" *Chem. Phys.* **92** (2005) 458-469.

[6] Satyanarayana, K.G., Guimarães, J.L., Wypych, F. "Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications" *Compos.: Part A* **38** (2007) 1694-1709.

[7] Mohanty, S., Nayak, S.K. "Interfacial, Dynamic Mechanical, and Thermal Fiber Reinforced Behavior of MAPE Treated Sisal Fiber Reinforced HDPE Composites" *J. Appl. Polym. Sci.* **102** (2006) 3306-3315.

[8] Santos, P.A., Spinacé, M.A.S., Fermoselli, K.K.G., De Paoli, M-A "Polyamide-6/vegetal fiber composite prepared by extrusion an injection molded" *Compos. A* **38** (2007) 2404-2411.

[9] Caraschi, J.C., Leão, A.L. "Curauá fibers in the automobile industry – a sustainability assessment" *Journal of Cleaner Production* **15** (2007) 1032-1040.

[10] Panthapulakkal S., Sain M., "Injection - Molded Shorted Hemp Fiber/Glass Fiber - Reinforced Polypropylene Hybrid Composites - Mechanical, Water Absortion an Thermal Properties" *J Appl. Polym. Sci.* **103** (2007) 2432-2441.

[11] Dányádi, L., Renner, K., Szabó, Z., Nagy, G., Móczó, J., Pukánszky, B. *Polym. Adv. Technol.* **17** (2006) 967-974.

[12] Alvarez, V., Iannoni, A., Kenny, J.M., Vazquez, A. "Influence of Twin-Screw Processing Conditions on the Mechanical Properties of Biocomposites". *J. Compos. Mater.* **39** (2005) 2023-2038.

[13] Iwamoto, S., Nakagaito, A.N., Yano, H. "Nano-fibrilation of pulp fibers for the processing of transparent nanocomposites" *Appl. Phys.* **89** (2007) 461-466.

[14] Von Turkovich, R., Erwin, "Fiber Fracture in Reinforced Thermoplastic Processing" *Polym. Eng. Sci.* **23** (1983) 743-749.

[15] Iannace, S., Ali, R., Nicolais, "Effect of Processing Conditions on Dimensions of Sisal Fibers in Thermoplastic Biodegradable Composites" *J. Appl. Polym. Sci.* **79** (2001) 1084-1091.

[16] Araújo, J.R., Waldman, W.R., De Paoli, M-A., "Thermal properties of high density polyethylene reinforced with natural fibres: effect of the coupling agent" *Polym. Degrad. Stab.* **93** (2008) 1770-1775.

MECHANICAL BEHAVIOR OF COMPOSITE MATERIALS IN SHEAR: EXPERIMENTS AND SIMULATIONS

E. Totry[1], C. Gonzalez[1, 2] and J. Llorca[1,2]

[1] Departamento de Ciencia de Materiales, E. T. S. de Ingenieros de Caminos Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, Spain.
E-mail: totryess@mater.upm.es

[2] Instituto Madrileño de Estudios Avanzados en Materiales (IMDEA-materiales), E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, Spain.
E-mail: cgonzalez@mater.upm.es; jllorca@mater.upm.es

ABSTRACT

The mechanisms of in-plane shear deformation in a cross-ply glass fiber-epoxy laminate were studied through a combination of experiments and simulations. Shear deformation parallel and perpendicular to the fibers led to very different deformation and fracture patterns. Deformation was localized in a matrix shear band parallel to the fibers in the former, while fiber rotation and widespread plastic deformation in the matrix were dominant in the latter. The differences in the mechanical response between both orientations increased with the applied strain and it was shown that the cross-ply laminate response was the given by the averaged contribution of both. The relevance of this behavior for the development of continuum damage mechanics models is noted.

Key Words: Experimental, composites, computational micromechanics.

1. INTRODUCTION

The mechanics of non-linear deformation and fracture of fiber-reinforced polymers (FRP) presents major challenges because of the macroscopic anisotropy and of the presence of two different materials (matrix and fibers) with a large mismatch in properties at the microscopic level. One consequence of these features is that FRP laminates show five different physical mechanisms of fracture depending on the loading mode [1]. In addition, the development and propagation of damage is sometimes controlled by the orientation of the microstructure and, for instance, matrix cracks always grow along directions perpendicular or parallel to the fibers regardless of the stress state. As the different failure mechanisms interact with each other, this leads to complex fracture patterns even under simple loading conditions.

As a result, standard properties which are well defined for homogeneous and isotropic materials are not always so in the realm of FRP. One example is the in-plane shear strength, which can be measured using different procedures [2, 3, 4, 5], several of which have become ASTM standards (D5379, D4255, D2344, D3518, D7078). Most tests methods were developed to overcome the experimental difficulties in subjecting unidirectional composite lamina and laminates to a pure and uniform shear stress state. However, they do not always provide equivalent results because the same nominal stress state (pure shear) can lead to the activation of different failure modes or of the same modes with a different sequence according to the ply orientation or of the laminate lay-up. Thus, it is important to study in detail the processes of deformation and fracture to understand which factors control the composite shear strength in each type of test, and this can only be achieved through a combination of experiments and simulations.

This strategy is employed in this paper to study the shear behavior of a cross-ply glass fiber-epoxy laminate whose in-plane shear strength was determined through the V-notched rail shear test [6]. Tests on undirectional lamina with the fibers parallel and perpendicular to the notch plane were carried out in addition to the standard tests, and the corresponding fracture mechanisms were determined from the analysis in the scanning electron microscope of composite sections obtained from tests stopped at different loads. In parallel, numerical analyses were performed using computational micromechanics to ascertain the dominant deformation micromechanisms under in-plane shear parallel and perpendicular to the fibers. The results of the experiments and simulations provided novel information on the microscopic mechanisms which determine the shear strength in this test. In addition, they showed that the macroscopic response of unidirectional lamina in the non-linear regime depends on the orientation of shear stress with respect to the fibers. This is an important finding to develop homogenization models (i.e. those used in the framework of continuum damage mechanics) which can predict the failure of FRP components.

2. MATERIALS AND EXPERIMENTAL TECHNIQUES

Pre-impregnated sheets of E-glass/MTM 57 epoxy resin were purchased from Advanced Composite Group (UK). Rectangular panels of 350 x 300 mm^2 were heated at 3^o C/min and consolidated at 120^o C and 0.64 MPa in an autoclave for 30 minutes. They were cooled at the same rate of 3^o C/min and the internal pressure was released at 80^o C. Two different laminate configurations were manufactured: cross-ply ($[0/90]_{4S}$) and unidirectional ($[0]_{14}$). The nominal fiber volume fraction was 54%. Panels were inspected to ensure that they were free of initial delaminations or other defects.

V-notched shear specimens were machined from the rectangular panels of cross-ply laminates according to the ASTM standard D7078. 90^o V-notches with a notch root radius of 1.3 mm were machined in the specimens using special tools to avoid damage and delamination during milling. The V-notched specimens were tested in shear in a servo-hydraulic mechanical testing machine under stroke control at constant cross-head speed of 1 mm/min. The applied load was measured continuously with a 25 kN load cell. The displacement field on one side of each specimen was measured through digital image correlation (VicSNAP, Correlated Solutions, Inc.). To this end, one of the specimen surfaces was painted in white and then sprayed in black to create a random pattern of black dots over the white background. The digital image correlation system acquired a high-resolution image of the surface every two seconds and tracked the displacement of the black dots to create a map of the displacement field on the specimen surface and strains were obtained from the displacements. The accuracy of the digital image correlation was checked with two strain gages glued at the center of the specimen and oriented at ±45^o.The difference between the readings of both strain gages provided the shear strain at the center of the specimen, which was equivalent to that obtained by digital image correlation until the strain gages were detached from the specimen. In addition to the cross-ply laminates, V-noched shear specimens were also prepared from unidirectional panels. They were tested using the V-notch rail shear fixture with the fibers parallel and perpendicular to the applied shear strain. Although these configurations are not recommended in the ASTM Standard D7078, they provided interesting information to understand the deformation and fracture patterns that take place when testing cross-ply laminates.

3. EXPERIMENTAL RESULTS

Four V-notch shear tests were carried out in the E-glass/ MTM57 cross-ply laminate according to the ASTM 7078 standard. The average in-plane shear stress within the ligament, τ_{12}, was computed from the readings of the load cell and the cross sectional area of the ligament neglecting the effect of the stress concentration at the notches. The corresponding shear strain, γ_{12} was determined by averaging the shear strain field obtained with digital image correlation over a region of interest of 30x2 mm^2 (Fig. 1a). This region of interest was centered along the ligament of the specimen and provided a virtual strain gage during the whole test. It should be noted that the in-plane shear strain was fairly constant within this region despite of the presence of the notches at both ends of the specimen.

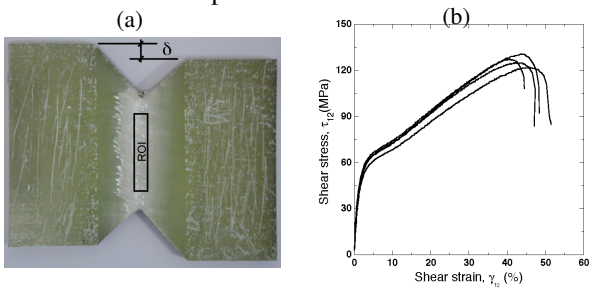


Figura 1. (a) Cross-ply laminate tested using the V-notch rail shear fixture. The region of interest (ROI) over which the strain is averaged to compute the stress-strain curve is shown. (b) Stress-strain curves corresponding to four different cross-ply specimens.

The in-plane shear strain-stress curves until failure corresponding to the tests are plotted in Fig. 1b and they present similar features. The behavior was initially linear and the slope of the τ_{12}-γ_{12} curve was used to compute the in-plane shear modulus of the laminate, G_{12}. The elastic zone was followed by a non-linear transition when the shear strain was in the range ≈ 3 to 8%. This region ended with a change in the sign of the curvature and it was followed by a zone in which the strain hardening rate was practically constant until failure was noted by a sudden drop in the load. Obviously, the three regions in the stress-strain curve point to three deformation and/or failure micro-mechanisms which become dominant successively during the test. The ASTM standard D7078 establishes that the in-plane shear strength, S_L, is determined as the lower of the ultimate or the load at 5% shear strain divided by the cross section of the laminate between the notches. The load at γ_{12} = 5% was the lower in this case and the average values and standard deviations of G_{12} and S_L are given in Table 1. Optical inspection of the broken samples showed a large residual shear displacement δ between the grips (Fig. 1a), which was indicative of a very ductile fracture process. In addition, it confirmed that damage was concentrated in the central region of the specimen between the V notches. Rotation of the fibers due to the large shear strain at failure (between 40 and 50%) was also evident and the whitish appearance of the central region of the specimen was indicative of damage in the matrix.

Tabla 1. Shear properties of the $[0/90]_{4S}$ composite laminate.

G_{12} (GPa)	S_L (MPa)
3.7±0.2	64.5±2.4

Additional specimens of the $[0/90]_{4S}$ laminate were tested under cyclic loading to obtain more information about the development of damage in the composite upon non-linear deformation. Unloading-reloading cycles

were applied to the laminate at intervals of 1 kN (Fig. 2a). The cross-head speed of the machine during the unloading-reloading cycle was the same as in the monotonic tests. These results show that most of the shear strain was inelastic, indicating that the plastic deformation of the epoxy matrix was one of the factors controlling the behavior of the laminate. The hysteresis loops presented similar shapes, regardless of the stress level, but the amount of energy dissipated during the cycle increased with the stress level. The average slope of the unloading-reloading cycles, which was computed from the coordinates of the points at the beginning and at the minimum load in the cycle (Fig. 3a) [7, 8], was used to establish the degradation of in-plane shear modulus of the laminate upon loading as a function of the applied strain (Fig. 3b). Clearly, two different regimes were observed; the first one is characterized by a rapid degradation of the shear stiffness of the composite up to $\gamma_{12} \approx 7\%$. The shear stiffness remained practically constant for higher values of the applied shear strain.

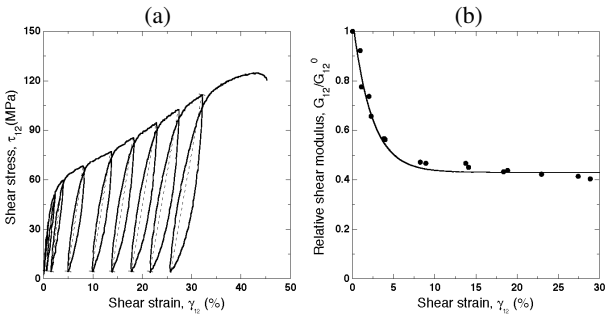


Figura 2. (a) Stress-strain curve of the $[0/90]_{4S}$ composite laminate subjected to successive unloading-reloading cycles. (b) Degradation of the shear modulus of the $[0/90]_{4S}$ composite laminate, G_{12} as a function of the applied shear strain, γ_{12}. G_{12}^{o} stands for the initial modulus.

Tests were also carried out in unidirectional laminates ($[0]_{14}$) with the fibers parallel or perpendicular to the applied shear stress. The corresponding stress-strain curves are plotted in Fig. 3a, while the macroscopic appearance of the broken samples can be seen in Figs. 3b and 3c, respectively, for the lamina with fibers parallel or perpendicular to the applied shear loading. The specimens loaded in shear parallel to the fibers failed at very low strains by the propagation of a crack parallel to the fibers through the matrix. This failure mode is triggered by the stress concentration at the notch root and, for this reason, it is not recommended to obtain the shear strength of composite lamina [8]. Nevertheless, the tests showed significant non-linearity before fracture which can be attributed to the high ductility of the epoxy matrix and this is important because it provides a good estimate of the in situ matrix shear strength, ≈ 60 MPa. The stress-strain curves of the specimens tested with the fibers perpendicular to the shear direction presented the three regions found in the cross-ply laminates, but the strain hardening rate and the failure strain were significantly lower. In addition, the curves presented a sudden drop in stress at the onset of non-linear deformation (marked with an arrow in Fig. 3a), which was due to the nucleation of two splitting cracks parallel to the fibers from the notch roots, as shown in Fig. 3c. These cracks grew stably during the test and modified the stress state at the ligament and the compliance of the specimen, so the mechanical response of the unidirectional lamina followed the behavior of a short beam clamped at both ends. Thus, it was not possible to obtain the shear strength perpendicular to the fibers from these tests but it is interesting to notice the differences in the deformation and failure mechanisms with the samples tested with the fibers parallel to the notch plane. Fiber rotation and extensive matrix damage in the ligament between the notches were dominant in the specimens tested with the fibers perpendicular to the notch plane prior to fracture.

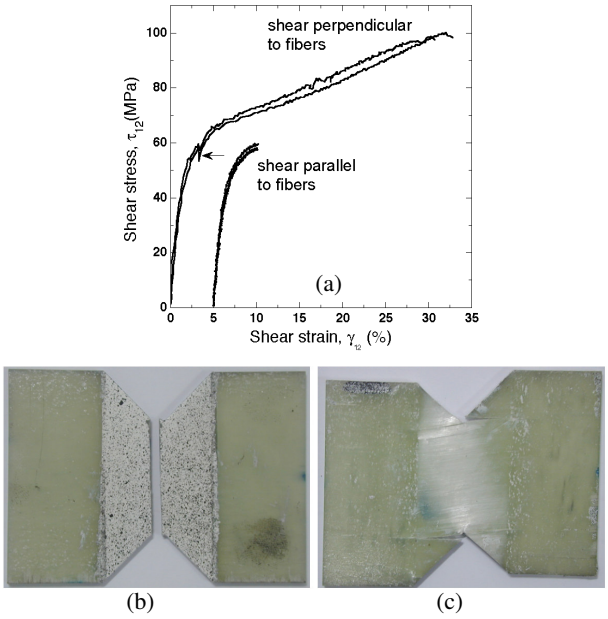


Figura 3. (a) Stress-strain curve of the unidirectional laminate composites ($[0]_{14}$) loaded in shear in directions parallel and perpendicular to the fibers. The curves corresponding to shear parallel to the fibers are offset by 5% for clarity. (b) Macroscopic view of the specimen loaded in shear parallel to the fibers. (c) Macroscopic view of the specimen loaded in shear perpendicular to the fibers.

4. NUMERICAL MODEL

The results in the previous section demonstrate the complexity of the deformation and failure mechanisms which take place under shear, and the need for detailed simulations which help to understand and interpret the behavior of the cross-ply laminate. This goal can be achieved by using computational micromechanics, which has demonstrated its potential in previous investigations to simulate the micromechanisms of deformation and fracture and the macroscopic behavior of composites [9, 10, 11]. The strategy to analyze the behavior of the cross-ply laminate subjected to shear is depicted in Fig. 4a and includes two different numerical

simulations: the first one stands for the behavior of the lamina subjected to shear parallel to the fibers ($\tau_{12}^{\parallel}$) while shear is applied perpendicular to the fibers ($\tau_{12}^{\perp}$) in the second one. Both loading conditions can be simulated using the same representative volume element (RVE) to model the microstructure of the unidirectional lamina, which includes a homogeneous and random distribution of thirty circular fibers in a rectangular prism of dimensions t×L×L in a 1,2,3 reference system (Fig. 4b). 30 fibers of 10 µm in diameter were generated in the 23 plane using the random sequential adsorption algorithm [12] until the nominal volume fraction of fibers (54%) was reached. It was assumed that the lamina microstructure was given by an indefinite translation of this RVE along the 2 and 3 axes to eliminate surface effects. The RVE was very thin (t) along the 1 axis because no deformation gradients occur along this axis during in-plane shear deformation (either γ_{12} or γ_{13}). The prismatic RVE was discretized for the analysis with the finite element method. The model volume (matrix and fibers) was meshed using modified quadratic 10-node tetrahedra (C3D10M in [14]) using an adaptive automatic meshing algorithm.

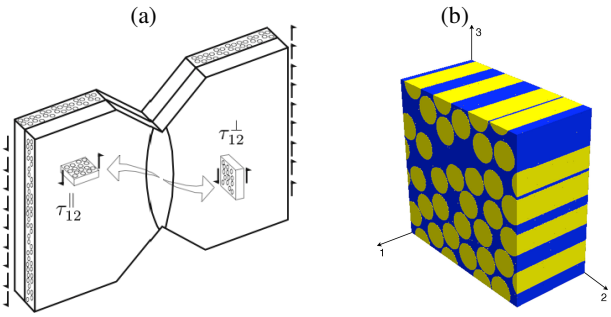


Figura 4. (a) Schematic of the simulation strategy to model the shear behavior of the composite lamina along direction parallel ($\tau_{12}^{\parallel}$) and perpendicular ($\tau_{12}^{\perp}$) to the fibers. (b) Representative volume element of the lamina microstructure.

Tabla 2. Shear properties of the $[0/90]_{4s}$ composite laminate.

	E (GPa)	ν
E-Glass fibers	74	0.2
MTM57 Epoxy matrix	3.35	0.35

E-glass fibers were modeled as linear, elastic and isotropic solids and their elastic constants are given in Table 2. The MTM57 epoxy matrix was assumed to behave as an isotropic, elasto-plastic solid and its elastic constants (provided by the prepreg supplier) are also given in Table 2. Plastic deformation of the epoxy matrix was governed by the Mohr-Coulomb criterion. The cohesion c was taken to be equal to 60 MPa, the in-plane shear strength of the lamina tested parallel to the fibers (Fig. 3a) because these laminae failed through the matrix after plastic deformation has occurred and Φ = 15° was chosen for the MTM57 matrix in this investigation. More details about the integration of the plasticity equations are not given here for the sake of brevity but they can be found in [13]. Periodic boundary conditions were applied to the RVE surfaces to ensure continuity between neighboring RVEs (which deform like jigsaw puzzles). Simulations were carried out with Abaqus/Standard within the framework of finite deformation/displacement theory. The average finite element model comprised approximately 25000 elements and 55000 nodes.

5. NUMERICAL RESULTS AND DESCUSSION

The stress-strain curves of the numerical simulations of RVE deformed under in-plane shear parallel and perpendicular to the fibers are plotted in Fig. 5a, together with the experimental ones obtained from the tests on unidirectional laminae. The numerical results are in perfect agreement with the experimental ones in the elastic region, in which there are no differences between shear perpendicular and parallel to the fibers. The experimental results in both orientations are, however, different after matrix yielding and this is captured by the numerical simulations. They revealed that laminae sheared parallel to the fibers tend to concentrate the deformation within the matrix in a shear band approximately parallel to the 12 plane (Fig. 6a). The fibers do not contribute significantly to the composite strengthening as the deformation is localized within this plane and the stresses borne by the fibers are only slightly higher than those carried by the matrix (Fig. 6b). As a result, the strength of the composite is equivalent to that of the matrix shear strength.

Conversely, the strength of the laminae sheared perpendicular to the fibers increased after the onset of matrix yielding and it was higher than that measured under shear parallel to the fibers. This effect was captured by the simulations, and the numerical stress-strain curve was in very good agreement with the experimental curves up to $\gamma_{12} \approx 8\%$. The deformation pattern of the lamina sheared perpendicular to the fibers at γ_{12} = 4% is plotted in the contour plot of Fig. 7a, which shows the accumulated plastic strain in the matrix. The plastic strain in the matrix was not localized in single band (as it was the case under shear parallel to the fibers, Fig. 6a) but the regions of maximum plastic strain are spread throughout the RVE and found between fibers very close to each other along the shearing (vertical) direction. This pattern of plastic deformation in the matrix is compatible with the load transfer from the matrix to the fibers, and this is in fact the case, as shown in the contour plot of the in-plane shear stress, τ_{12} (Fig. 7b). The shear stresses borne by the fibers are much higher than those of the matrix. As a result of the mechanisms, the unidirectional composite lamina presents different values of the initial yield strength in shear when loaded parallel or perpendicular to the fibers. The differences between the two shear modes became more prominent as deformation progressed.

Further deformation under shear parallel to the fibers only led to the formation of a shear band in the matrix while the shear stress borne by the lamina remained constant. Conversely, shear deformation perpendicular

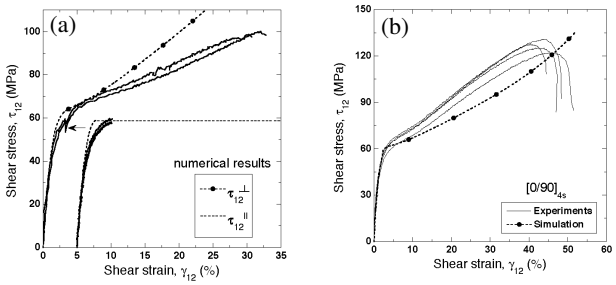


Figura 5. (a) Numerical simulations and experimental results of the stress-strain curve of unidirectional lamina subjected to in-plane shear parallel ($\tau_{12}^{\parallel}$) and perpendicular ($\tau_{12}^{\perp}$) to the fibers. The curves corresponding to shear parallel to the fibers are offset by 5% for clarity. (b) Comparison between numerical predictions and experimental results of the stress-strain curve of the cross-ply laminate loaded in shear.

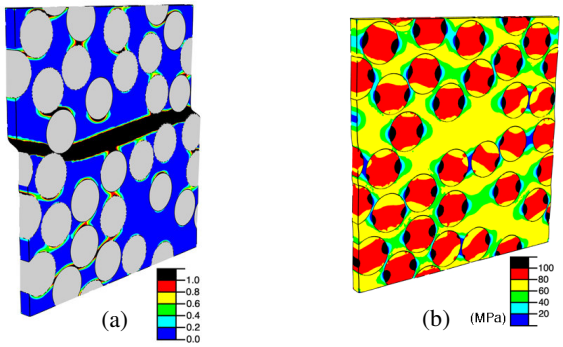


Figura 6. (a) Contour plot of the accumulated plastic strain in the matrix for the lamina deformed under in-plane shear parallel to the fibers. (b) Contour plot of the shear stress, τ_{12} for the lamina deformed under in-plane shear perpendicular to the fibers. The far-field applied strain was $\gamma_{12}^{\parallel} = 7.1\%$.

to the fibers spread the plastic deformation in the matrix throughout the whole RVE and shear bands with different orientation grew from the strain concentration regions and interacted with each other (Fig. 8a). In parallel, the elastic fibers have to accommodate the large plastic deformation of the matrix by rotation (Fig. 8c) and this can only be accomplished by taking up very large shear stresses, as shown in Fig. 8b. This led to the continuous strain hardening upon shear deformation, which is not found under shear parallel to the fibers. The shear tests perpendicular to the fibers on unidirectional laminates showed the same deformation mechanisms, namely spread plastic deformation in the matrix and extensive fiber rotation (Fig. 3c). In addition, the stress-strain curves showed similar features but the numerical model presented a much higher strain hardening rate, which has to be primarily attributed to the development of splitting cracks parallel to the fibers from the notch roots in the experiments. It should be finally noted that the numerical models did not include any damage mechanisms in the form of fiber, matrix or interface failure. They could not predict the strain to failure but were able to capture fairly well the main deformation

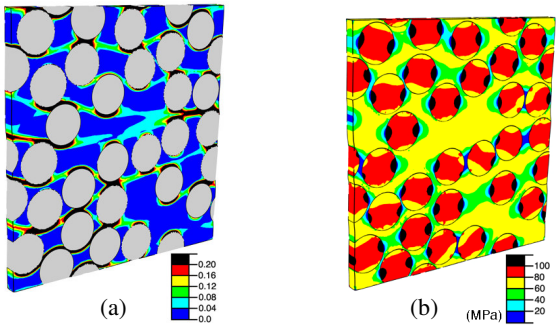
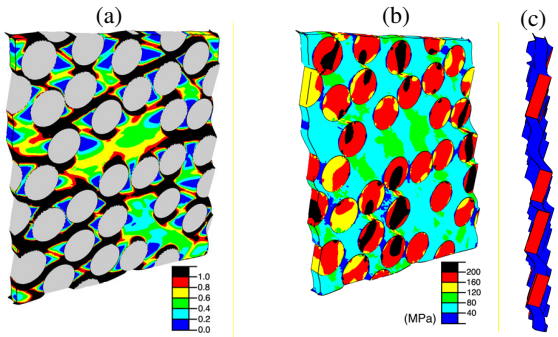


Figura 7. Contour plot of the accumulated plastic strain in the matrix for the lamina deformed under in-plane shear perpendicular to the fibers. (b) Contour plot of the shear stress, τ_{12} for the lamina deformed under in-plane shear perpendicular to the fibers. The far-field applied strain was $\gamma_{12}^{\perp} = 4\%$.



Contour plot of the accumulated plastic strain in the matrix for the lamina deformed under in-plane shear perpendicular to the fibers. (b) Contour plot of the shear stress, τ_{12} for the lamina deformed under in-plane shear perpendicular to the fibers. (c) Lateral view of the composite lamina, which shows the rotation of the fibers (in red) after extensive shear perpendicular to them. The far-field applied strain was $\gamma_{12}^{\perp} = 30\%$.

mechanisms under in-plane shear either parallel or perpendicular to the fibers. In addition, the numerical results could also be used to predict the stress-strain curve of the cross-ply laminate. The microscopic inspection of the cross-ply laminates did not show any damage by delamination between 0^o and 90^o plies before final fracture (Fig. 4). Thus, it is reasonable to assume an isostrain approach to model the behavior of the cross-ply laminate, in which the average $\tau_{12} = (\tau_{12}^{\perp} + \tau_{12}^{\parallel})/2$ as there is the same number of laminae oriented at 0^o and 90^o degrees. The result of this approximation (Fig. 5b) is in reasonably good agreement with the experiments, taking into account experimental scatter and simplifications under the isostrain hypothesis. Obviously, the absence of damage mechanisms in the model impeded predicting the strain to failure of the cross-ply laminate and thus the maximum load carried by the laminate under in-plane shear.

6. NUMERICAL RESULTS AND DESCUSSION

The results of the experimental analyses and numerical simulations presented in this paper showed that the shear

behavior of a [0/90] cross-ply laminate is given by the averaged contribution of the laminae parallel and perpendicular to the shear stress. They present identical responses in the elastic regime but differences in the deformation and damage mechanisms begin as the matrix behavior becomes inelastic. In particular, shear parallel to the fibers led to the localization of deformation in the matrix in a shear band parallel to the fibers. Shear perpendicular to the fibers promoted a more complex deformation pattern, as matrix deformation could not progress independently of the fibers. Fiber rotation was necessary to accommodate the shear strain in the matrix and this led to a marked hardening of the lamina during non-linear deformation. These differences in the shear response of the lamina parallel and perpendicular to the fibers are not taken into account in laminate theory but it is obvious that they cannot be ignored because, to a large extent, they control the maximum shear load borne by the laminate.

In addition, these differences are also important from the viewpoint of developing of homogenization models for FRP which include damage. Continuum damage mechanics is widely used to predict the onset and evolution of damage at the ply level in composites and it assumes that the constitutive response of the ply is the same when sheared perpendicular or parallel to the fibers. Under this hypothesis, the direction of failure propagation in shear (either parallel or perpendicular to the fibers) will be controlled by the stress concentration at the particular point considered. Nevertheless, the results above show that this is not the case because shear parallel to the fibers is rather easier than shear perpendicular to the fibers, and the direction of failure propagation under in-plane shear is mainly controlled by the orientation of the fibers and will not always follow the direction dictated by the maximum stress concentration. These phenomena underlie the current limitations of continuum damage mechanics to simulate damage in FRP and have to be addressed to develop better models.

AGRADECIMIENTOS

This investigation was supported by the Ministerio de Eduaci\'on y Ciencia de Espa\~na through the grant MAT 2006-2602, by the Comunidad de Madrid through the program ESTRUMAT-CM (reference MAT/0077), by the European Union through the project MAAXIMUS and by ANCI (Asociaci\'on Nacional de Constructores Independientes). The composite materials used in this investigation were manufactured at INTA (Instituto Nacional de T\'ecnica Aerospacial), and the authors want to express his gratitude to Dr. J. M. Pintado to Dr. M. A. de la Torre

REFERENCIAS

[1] Hinton, M. J., Soden, P. D., Kaddour, A. S., 2004. Failure criteria in fiber-reinforced polymer composites: *the World Wide Failure exercise*. Elsevier.

[2] Adams, D. F., Lewis, E. Q., 1994. Current status of composite material shear test methods. *SAMPE Journal* 31, 32--41.

[3] Adams, D. F., Walrath, D. E., 1987. Further developments of the iosipescu shear test method. *Experimental Mechanics* 27, 113--119.

[4] Adams, D. O., Moriarty, J. M., Gallegos, A. M., 2007.The V-notched rail shear test. *Journal of Composite Materials* 41, 281--297.

[5] Chamis, C. C., Sinclair, J. H., 1977. Ten-deg off-axis test for shear properties in fiber composites. *Experimental Mechanics* 17, 339--346.

[6] D7078, 2005. D7078 Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by V-Notched Rail Shear Method. *ASTM International*.

[7] Lafarie-Frenot, M. C., Touchard, F., 1994. Comparative in-plane shear behaviour of long-carbon-fibre composites with thermoset and thermoplastic matrices. *Composites Science and Technology* 52, 417--425.

[8] Paepegem, W. V., Baere, I. D., Degrieck, J., 2006. Modelling the non-linear shear stress-strain response of glass fibre-reinforced composites. Part I: Experimental results. *Composites Science and Technology* 66, 1455--1464.

[9] González, C., LLorca, J., 2006. Multiscale modeling of fracture in fiber-reinforced composites. *Acta Materialia* 54, 4171--4181.

[10] González, C., Segurado, J., LLorca, J., 2004. Numerical simulation of elasto-plastic deformation of composites: Evolution of stress microfields and implications for homogenization models. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 52, 1573--1593.

[11] Segurado, J., LLorca, J., 2006. Computational micromechanics of composites: the effect of particle spatial distribution. *Mechanics of Materials* 38, 873--883.

[12] Segurado, J., LLorca, J., 2002. A numerical approximation to the elastic properties of sphere-reinforced composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids,* 50, 2107{2121.

[13] Totry, E., González, C., LLorca, J., 2008. Prediction of the failure locus of c/peek composites under transverse compression and longitudinal shear through computational micromechanics. *Composites Science and Technology*, 68, 3128--3136.

[14] Abaqus, 2008. Users' Manual, version 6.7. ABAQUS, Inc.

FRACTURA A VELOCIDADES DE IMPACTO DE DISTINTOS GRADOS DE COPOLÍMEROS DE PROPILENO-ETILENO

A. B. Martínez[1], A. Segovia[1], S. Illescas[1], M. Sánchez-Soto [1]

[1] Centre Català del Plàstic, CCP, Universitat Politècnica de Catalunya,
C/Colom, 114 08222 Terrassa, España
E-mail: antonio.martinez@upc.edu

RESUMEN

Se han inyectado probetas de 9 mm de espesor de dos copolímeros de propileno-etileno. A estos espesores estos copolímeros cumplen los requisitos de la LEFM. Se ha determinado K_{IC} en un equipo de impacto pendular y se han relacionado los valores obtenidos con su estructura, considerando para el mismo contenido de etileno la influencia de la cristalinidad y la masa molecular. También se estudian los efectos de la agudización de la entalla. Las entallas se han agudizado mediante el sistema convencional con cuchilla de afeitar, y también mediante ablación con un femtoláser. Los resultados muestran que la agudización de la entalla no afecta significativamente el valor de K_{IC} en probetas de este espesor, mientras que un aumento en la masa molecular incrementa el factor crítico de intensidad de tensión.

ABSTRACT

Specimens of 9 mm in thickness were injected from two different polypropylene-ethylene copolymers; with these specimen thicknesses the LEFM requirements are met. The K_{IC} value has been determined by an impact pendulum and these values have been matched with its structure, considering for the same content of ethylene, the influence of crystallinity and molecular mass. The notch sharpening effects are also being studied. Sharpening has been made by the conventional method, using a razor blade, and also by femtolaser ablation. The results show that the notch sharpening does not affect the K_{IC} value significantly in specimens with this thickness, whereas the increase in molecular mass enhances the critical stress intensity factor.

PALABRAS CLAVE: LEFM, Polímeros

1. INTRODUCCIÓN

El polipropileno es un termoplástico semicristalino muy versátil que puede transformarse por varios métodos además de ser uno de los más baratos, lo que lo convierte en uno de los plásticos de mayor consumo. Sin embargo, posee una temperatura de transición vítrea de 0^oC que hace que se limiten sus aplicaciones a bajas temperaturas o a impacto ya que su comportamiento se vuelve frágil.

Para mejorar su resistencia tanto a bajas temperaturas como a velocidades de impacto se han seguido dos alternativas: una es la mezcla del polipropileno con un caucho de etileno-propileno y polietileno que muestra una morfología bifásica o multifásica dependiendo de los contenidos en caucho y polietileno, y una segunda alternativa mediante la copolimerización en bloque de polipropileno con diferentes contenidos de etileno que muestra una morfología heterofásica.

El comportamiento a fractura de copolímeros en bloque de etileno-propileno en forma de películas o láminas ha sido estudiado mediante la técnica del Trabajo Esencial de Fractura (EWF) en función del contenido de etileno. [1,2] y del método de transformación del material [3,4] utilizando el método convencional de agudización mediante cuchilla de afeitar. Recientemente se ha ensayado un mismo copolímero en bloque con las entallas agudizadas mediante cuchilla de afeitar (G) y también mediante ablación por femtoláser (F), resultando diferentes valores del trabajo esencial de fractura, pero un mismo valor en el término plástico, es decir, el método de agudización de la entalla afecta de manera muy importante el trabajo esencial de fractura, reduciéndose en magnitud cuando se entalla con el femtoláser, como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de fractura de los copolímeros estudiados por el método del EWF.

Material		w_e (kJ/m^2)	βw_p (MJ/m^3)
B8	F	59.18 ± 7.61	14.01 ± 0.60
	G	115.97 ± 6.56	14.02 ± 0.51
B9	F	100.22 ± 14.78	18.30 ± 1.20
	G	160.58 ± 5.67	17.46 ± 0.43

En este trabajo se estudia el comportamiento a fractura de probetas inyectadas de estos mismos copolímeros en bloque a relativamente altas velocidades de solicitación cuando la agudización de la entalla se efectúa con una

hoja de afeitar y también con femtoláser. En estas condiciones ambos copolímeros cumplen los requisitas de la Mecánica de la Fractura Elástico Lineal (LEFM) en deformación plana.

2. MATERIALES

La tabla 2 resume las características más importantes de los materiales comerciales empleados B8 y B9 determinadas por Resonancia Magnética Nuclear (RMN), Índice de Fluidez (MFI) y Cromatografía por Permeabilidad en Gel (GPC). Nótese que la diferencia entre ambos copolímeros se debe principalmente a la mayor masa molecular media que presenta el B9.

Tabla 2. Propiedades básicas de los materiales usados.

Técnica	Propiedad	Valor B8	Valor B9
RMN	Contenido de Etileno (% wt)	8.5	8.5
	Índice de Isotacticidad (%)	84.2	85.4
MFI	Virgen (g/10min)	11.6	7.8
	Procesado (g/10min)	13.1	7.8
GPC	$M_n \cdot 10^4$ (Da)	5.6	6.6
	$M_w \cdot 10^4$ (Da)	30.2	35.3
	$M_z \cdot 10^4$ (Da)	88.2	102.6
	Polidispersidad (M_w/M_n)	5.39	5.37

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

3.1 Ensayos de fractura

Para los ensayos de Mecánica de la Fractura se inyectaron barras prismáticas de 9 x 18 x 78 mm de dimensión nominal guardando las relaciones geométricas establecidas en los protocolos de norma de la ESIS [5]. Las barras fueron inyectadas en una máquina de inyección MATEU & SOLÉ Meteor 440/90 de 90 Tn de fuerza de cierre. Las temperaturas del husillo variaron entre 190 y 220 ºC, y el molde atemperado con agua a 40 ºC. Para llevar a cabo los ensayos de impacto, se prepararon probetas con geometría tipo SENB (Single Edge Notched Bend) representadas en la figura 1. La longitud de las entallas varió entre 5.5 y 11.5 mm, correspondiente a una variación de a/W de 0.3 a 0.7.

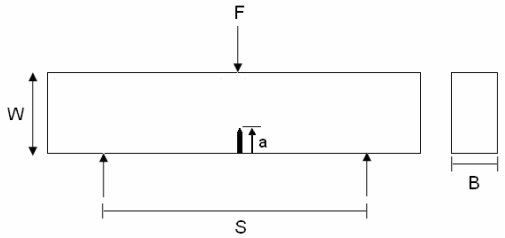


Figura 1. Probeta SENB para ensayos de fractura.

Antes de los ensayos las entallas fueron agudizadas por los siguientes métodos:

Tipo G: Manualmente deslizando una cuchilla de afeitar de acero nueva.

Tipo F: Usando el proceso de ablación por pulsos de láser (femtoláser), con pulsos de 120 fs a una frecuencia de 1kHz mediante un sistema basado en un oscilador Ti:zafiro (Tsunami-Spectra Physics), acoplado a un amplificador de energía del pulso (Spitfire, Spectra Physics). Para obtener entallas de 500 μm de profundidad se utilizó una velocidad de barrido de 130 μm/s, una energía de pulso de 0.07 mJ y 8 pasadas.

La ablación por femtoláser ha surgido recientemente como una técnica exitosa para hacer incisiones precisas minimizando los daños que pueden ser causados alrededor del área removida ya que al irradiar energía en tan pequeños intervalos el material puede ser removido reduciendo al mínimo la disipación de calor y por tanto previniendo daños como deformaciones plásticas que pueden ser producidas con otros métodos convencionales [6].

La medición de la longitud de entalla se realizó tras la fractura de la probeta mediante una lupa equipada con un micrómetro, tomando el promedio de las dos partes de la probeta. Los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente empleando un péndulo Charpy marca Ceast cuya masa efectiva del martillo es de 3664 gramos, equipado con un transductor para medición de fuerza y a una velocidad de 1.25 m/s. La distancia entre apoyos (span) fue de 72.6 mm, correspondiente a 4W establecido por la norma [7], considerando el promedio de W de las mediciones de 5 probetas. Todas las probetas fueron amortiguadas a de fin de minimizar los efectos dinámicos.

3.2 Comportamiento a tracción

La evaluación del comportamiento a tracción se llevó a cabo de acuerdo a la norma ASTM D-638 utilizando probetas halterio del tipo I obtenidas también por moldeo por inyección. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente en un mínimo de 5 probetas por material a una velocidad de 5 mm/min. Se utilizó una máquina de ensayos universales Galdabini Sun 2500 equipada con una celda de 25kN. La deformación fue medida con un videoextensómetro Mintron OS-65D CCD utilizando el software Messphysik.

3.3 Calorimetría Diferencial de Barrido

El análisis calorimétrico se realizó en un equipo Mettler-Toledo DSC30, utilizando atmósfera de nitrógeno. La masa para todas las muestras fue de 8 mg, cortadas a partir del centro de la probeta inyectada. Se realizó un primer calentamiento de 30 a 200^{o}C , seguido de un borrado, cristalización y posterior fusión a una tasa de calentamiento de 10 ^{o}C/min, asumiendo el valor teórico

de la entalpía de fusión de 207 J/g para el polipropileno 100% cristalino. [8]

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Calorimetría Diferencial de Barrido

La caracterización térmica se llevó a cabo con la finalidad de observar cambios en la cristalinidad debidos al procesamiento y que pudieran afectar significativamente el comportamiento a fractura.

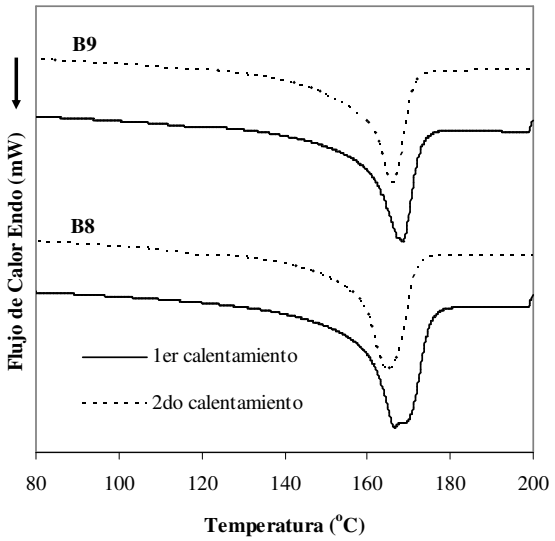


Figura 2. Termogramas de fusión: a) historia térmica, b) fusión posterior

En la figura 2 se observan los termogramas de fusión de la historia térmica y fusión posterior para ambos copolímeros. Durante el primer calentamiento que corresponde a la historia térmica del material, se observa la aparición de dos picos de fusión. A causa del gran espesor de las probetas, la velocidad de enfriamiento durante la inyección es mucho más lenta en el centro que en la superficie, lo cual influye que tenga lugar un fenómeno de recristalización de aquellos cristales menos perfectos y es por ello que se promueve la formación de un segundo pico de fusión. [9]

Tabla 1. Propiedades térmicas de los materiales estudiados.

Material	Primer calentamiento		Segundo calentamiento	
	T_{m1} (°C)	X_{c1} (%)	T_{m2} (°C)	X_{c2} (%)
B8	166.9	40.6	164.0	43.4
B9	167.6	36.4	165.1	39.8

La tabla 1 muestra los resultados de las propiedades térmicas para ambos materiales. Obsérvese que no hay diferencias significativas entre el primero y segundo calentamientos, tanto en los valores de los porcentajes de cristalinidad (X_c) o en las temperaturas pico de fusión (T_m), indicando que ambos materiales son muy parecidos por lo que no parece que ello pueda afectar el comportamiento a fractura de los mismos.

Las diferencias de cristalinidad entre ambos materiales pueden ser debidas a la distribución de los contenidos de etileno y las diferentes masas moleculares, en donde a mayor masa molecular, se aumenta el número de enredos de las cadenas lo cual dificulta la formación de cristales.

3.2 Comportamiento a tracción

En la tabla 3 se observan los valores de módulo elástico (E) y tensión a la cedencia (σ_y) para los materiales estudiados, a una razón de deformación de 0.00167 s^{-1}. Se observa que para ambos materiales los valores del módulo elástico son muy similares. En tanto que la tensión a la cedencia es ligeramente mayor para el copolímero B9, lo cual puede ser consecuencia de la orientación por cizalla de las moléculas en dirección del flujo del fundido cuyo efecto es mayor en polímeros con masas moleculares más altas. [10]

Tabla 3. Propiedades mecánicas de los materiales de partida.

Material	E (GPa)	σ_y (MPa)
B8	1.23 ± 0.03	24.3 ± 0.04
B9	1.24 ± 0.03	25.0 ± 0.05

3.3 Comportamiento a fractura

A partir del valor de la tensión a la cedencia uniaxial σ_y de los ensayos de tracción se verificó si las dimensiones de las probetas utilizadas cumplían las condiciones de deformación plana, en donde:

$$(W-a), a, B > 2.5(K_Q/\sigma_y)^2 \quad (1)$$

Así mismo se verificó que las curvas cumplieran con el criterio de linealidad, tomando la carga máxima P_{Max} como el valor de carga de iniciación de fractura (P_Q). El valor de la tenacidad a la fractura se calculó a partir de la siguiente ecuación [7,11]:

$$K_Q = f\frac{P_Q}{BW^{\frac{1}{2}}} \quad (2)$$

Donde f es el factor geométrico de calibración que depende de la relación de la longitud de grieta α=a/W y que de forma adimensional, cuando la relación de S/W=4 se representa por [12]:

$$f(\alpha)=\frac{3}{2}\left(\frac{S}{W}\right)\frac{\sqrt{\alpha}}{(1+2\alpha)(1-\alpha)^{3/2}}\left[1.99-\alpha(1-\alpha)(2.15-3.93\alpha+2.7\alpha^2)\right] \quad (3)$$

Cumpliendo los criterios de aplicabilidad de la LEFM, el factor crítico de intensidad de tensiones K_{IC}, pudo determinarse representando P_{Max} frente a $BW^{1/2}/f$ para diferentes longitudes de grieta, siendo su pendiente el valor de K_{IC} [13,14].

En la figura 3 se presentan los registros experimentales en los que la única variación es el tipo de agudizado de las entallas, ya que se han considerado longitudes de entalla muy similares. Se observa que la probeta entallada con el método F presenta menor valor en la fuerza máxima y por tanto de energía en comparación al tipo G. Si las diferencias fueran debidas al tamaño de entalla se esperaría que el valor de la fuerza máxima de la entalla tipo F fuera mayor.

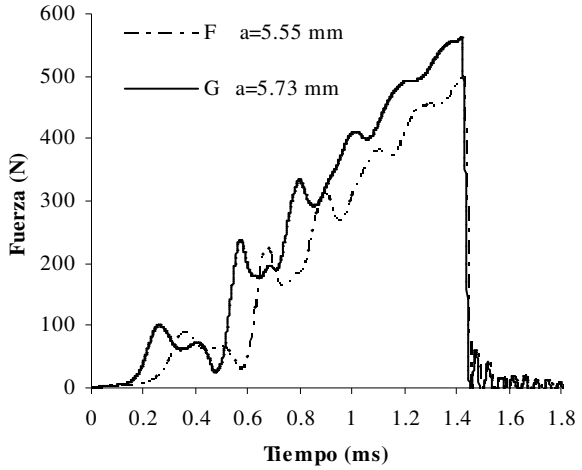


Figura 3. Curvas fuerza-tiempo del copolímero B8 de los dos tipos de entalla con longitudes similares.

La figura 4 representa la fuerza máxima (P_{max}) en función de $BW^{1/2}/f$ donde las pendientes corresponden al valor de K_{IC} en $MPa \cdot m^{1/2}$ para cada copolímero con ambos métodos de agudización. Al calcular K_{IC}, tomando en cuenta diferentes longitudes de ligamento y considerando el factor geométrico de calibración, se obtiene que para los dos materiales el valor de K_{IC} es también ligeramente menor en las entallas agudizadas por el tipo F en comparación al método G. Así mismo, en la figura 4, se observa que los valores de K_{IC} con ambos métodos de agudización son mayores para el material B9 en comparación con los obtenidos con el copolímero B8.

El hecho de que los valores de K_{IC} sean ligeramente inferiores cuando se agudiza con el femtoláser respecto a cuando se ha agudizado con la cuchilla de afeitar se puede atribuir a que al entallar con la hoja de afeitar deslizando en el tipo G, es poca la fuerza que se aplica considerando la sección de la probeta y por tanto no se produce suficiente deformación plástica como para incrementar significativamente el valor de K_{IC} a diferencia de lo que ocurre con la agudización de las entallas en las películas de 0.5 mm de espesor, en donde la deformación plástica producida al agudizar con la cuchilla de afeitar aumenta de forma considerable los parámetros de fractura obtenidos por la técnica del EWF. [15]

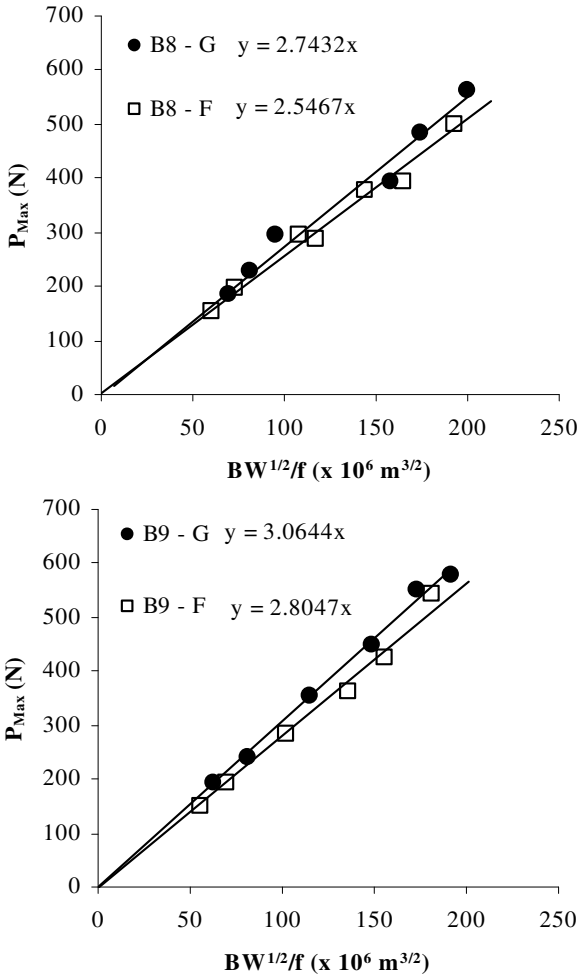


Figura 4. Evaluación de K_{IC} de los materiales estudiados para ambos tipos de entalla. .

En la figura 5 se presentan las entallas después de la fractura para cada método de agudización. La figura 5a corresponde a la entalla agudizada de forma convencional, además de presentar cierta deformación plástica, se observa que la profundidad de agudización, es mucho menor que la producida con el femtoláser (5b). Esto indica que la agudización que se realiza con el femtoláser es mucho más fina, lo cual proporciona valores más reales en el cálculo de K_{IC}. También en la figura 5b se observa que en las entallas agudizadas por el tipo F, se produce un patrón de relieve, al final de la agudización lo cual podría explicar que se obtenga un valor menor en la fuerza máxima a pesar de tener longitudes de entalla similares como se observa en el gráfico de la figura 3.

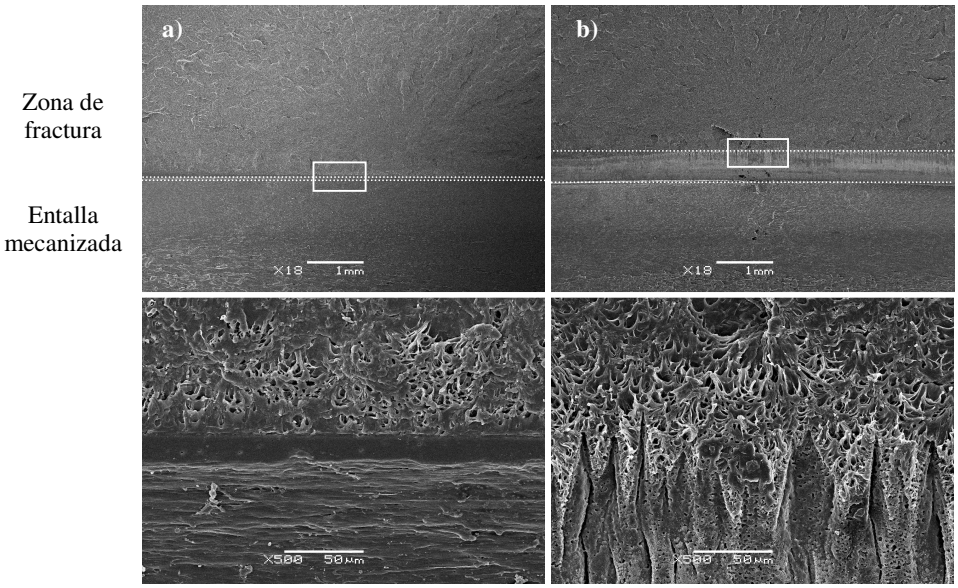


Figura 5. Micrografías de las entallas a diferentes aumentos a)Tipo G, b)Tipo F. Las líneas punteadas encierran la banda de la agudización.

La figura 6 muestra las superficies de fractura de ambos copolímeros, se observa que prácticamente no hay diferencias entre ellas. Si bien los valore de K_{IC} del copolímero B9 son superiores a los del B8, considerando que ambos copolímeros poseen la misma microestructura al tener el mismo contenido de etileno y que las diferencias en los porcentajes de cristalinidad son muy pequeñas, el mayor K_{IC} del copolímero B9 cabe atribuirlo a la mayor masa molecular que éste posee respecto al copolímero B8.

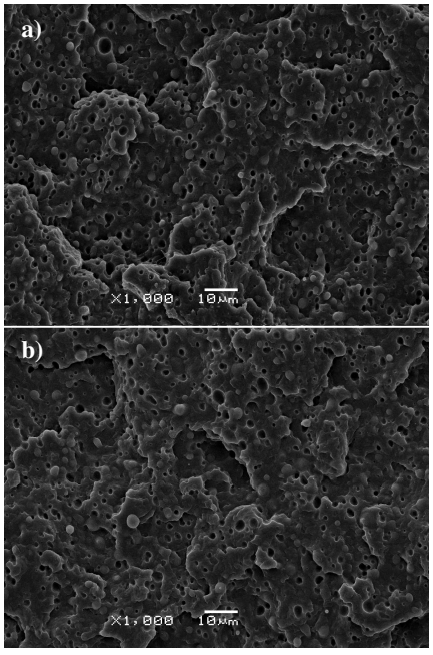


Figura 6. Micrografías de las superficies de fractura de los copolímeros estudiados: a) B8, b) B9

5. CONCLUSIONES

La influencia del tipo de agudización de la entalla para probetas de gran espesor no afecta significativamente los parámetros de fractura obtenidos mediante la LEFM, al contrario de lo que sucedió en el caso de películas del mismo material al ser evaluadas con el método del EWF.

Las diferencias en el factor crítico de intensidad de tensión de los materiales son debidas a la diferente masa molecular.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al MEC la financiación de este trabajo dentro del proyecto MAT2006-13354. A. Segovia agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) de México por la financiación de una beca doctoral.

REFERENCIAS

[1] ML Maspoch, J Gámez-Pérez, A Gordillo, M Sánchez-Soto, JI Velasco. Characterisation of injected EPBC plaques using the essential work of fracture (EWF) method, Polymer,. 43 (2002) 4177-4183.

[2] D Ferrer-Balas, ML Maspoch, AB Martinez, E Ching, RKY Li, Y- Mai. Fracture behaviour of polypropylene films at different temperatures: assessment of the EWF parameters, Polymer,. 42 (2001) 2665-2674.

[3] J Gamez-Perez, P Munoz, JI Velasco, AB Martinez, ML Maspoch. Determination of essential work of fracture in EPBC sheets obtained by different

transformation processes, J.Mater.Sci. 40 (2005) 1967-1974.

[4] J Gamez-Perez, P Munoz, OO Santana, A Gordillo, ML Maspoch. Influence of processing on ethylene propylene block copolymers (II): Fracture behavior, J Appl Polym Sci. 101 (2006) 2714-2724.

[5] Moore D.R., Pavan A., JG Williams, Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites, 1st ed., Elsevier, Kindlingon, Oxfrod, UK, 2001, pp. 367.

[6] P Moreno, C Méndez, A García, I Arias, L Roso. Femtosecond laser ablation of carbon reinforced polymers, Applied Surface Science. 252 (2006) 4110-4119.

[7] J Williams. A Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) Standard for Determining K c and G c for Plastics, ESIS Protocol. (1990).

[8] B Wunderlich, Thermal analysis, Academic Press, SanDiego, CA. USA, 1990,.

[9] Z Bartczak, V Chiono, M Pracella. Blends of propylene-ethylene and propylene-1-butene random copolymers: I. Morphology and structure, Polymer. 45 (2004) 7549-7561.

[10] CA Avila-Orta, C Burger, R Somani, L Yang, G Marom, FJ Medellin-Rodriguez, et al. Shear-induced crystallization of isotactic polypropylene within the oriented scaffold of noncrystalline ultrahigh molecular weight polyethylene, Polymer,. 46 (2005) 8859-8871.

[11] C Grein, H- Kausch, P Béguelin. Characterisation of toughened polymers by LEFM using an experimental determination of the plastic zone correction, Polymer Testing. 22 (2003) 733-746.

[12] A Bakker. Compatible compliance and stress intensity expressions for the standard three-point bend specimen, Fatigue Fract.Eng.Mater.Struct. 13 (1990) 145-154.

[13] JI Velasco, JA Saja, AB Martinez. Fracture behaviour of untreated and silane-treated talc-filled polypropylene composites, Fatigue Fract.Eng.Mater.Struct. 20 (1997) 659-670.

[14] RG Cocco, PM Frontini, JE Perez Ipiña. Threshold toughness of polymers in the ductile to brittle transition region by different approaches, Engineering Fracture Mechanics. 74 (2007) 1561-1578.

[15] AB Martinez, A Segovia, J Gamez-Perez, ML Maspoch. Influence of femtolaser notch sharpening technique in the determination of Essential Work of Fracture (EWF) parameters. Eng.Fract.Mech. (2008). In Press.

INFLUENCIA DE LAS IMPUREZAS Y DEL AMBIENTE EN EL COMPORTAMIENTO MECANICO DE LA POLIAMIDA REFORZADA RECICLADA

S. Diego, J. A. Casado, I. A. Carrascal, J. A. Polanco y F. Gutiérrez-Solana

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales.
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria
Avda. Los Castros s/n, 39005-Santander, España.
soraya.diego@unican.es

RESUMEN

En una investigación previa se llevó a cabo un estudio de las características físicas, térmicas y mecánicas de placas acodadas de sujeción de vía férrea de poliamida 6.6 reforzada con un 35% en peso de fibra de vidrio, recicladas hasta tres veces con material no puesto en servicio. En dicho estudio se concluyó que el primer reciclaje del material sería viable dado que las pérdidas de prestaciones no eran muy acusadas y se mantendrían dentro de un rango de seguridad aceptable para las condiciones de servicio en vía. Como complemento y seguimiento a la investigación anterior, en este trabajo se ha realizado un estudio del reciclado con placas recogidas en vía. La diferencia entre reciclar placas provenientes de vía y material de piezas defectuosas o sobrantes que no han sido puesta en servicio se debe, básicamente, a la presencia de impurezas y al envejecimiento que el material ha sufrido por condiciones ambientales. Se analizó el comportamiento físico, térmico, mecánico y la microestructura del material reciclado a partir de las placas defectuosas y las de vía. Los resultados alcanzados en los ensayos mecánicos estáticos y dinámicos fueron concluyentes, el reciclaje junto a la exposición a los rayos UV del sol e impurezas provocan que la resistencia a tracción y a la fatiga disminuya y el material se haga mucho más deformable, acortándose su vida útil.

ABSTRACT

In a previous research, there was carried out a study of the physical, thermal and mechanical characteristics of leaned plates of subjection of railroad of polyamide 6.6 reinforced by 35 % in weight of glass fiber, recycled up to three times by material not place in service. In the above mentioned study one concluded that the first recycling of the material would be viable provided that the losses of performance levels were not very marked and they would be kept inside a range of acceptable safety for the conditions of service in route. As complement and follow-up to the previous investigation, in this work there has been realized a study of the recycling with plates gathered in route. The difference between recycling plates from route and material of defective or remaining pieces that have not been put in service owes, basically, to the presence of impurities and to the aging that the material has suffered for environmental conditions. There was analyzed the physical, thermal, mechanical behavior and the microstructure of the recycled material from the defective plates and those of route. The results reached in the mechanical static and dynamic tests were conclusive, the recycling close to the exhibition the beams UV of the Sun and impurities they provoke that the tensile and fatigue strength diminishes and the material become great more deformable, being slow its useful life.

PALABRAS CLAVE: Poliamida reforzada, reciclado, impurezas, tracción, fatiga.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVO

Las empresas ferroviarias utilizan en sus infraestructuras placas de origen polimérico. Una parte de las piezas producidas para tal fin son desechadas por no superar los controles de calidad, éstas junto con el material sobrante de las mazarotas de la inyección y el necesario para la puesta a punto de la inyectora, constituyen casi el 10 % de la producción total. El 90 % restante corresponde a las placas para la puesta en vía que tras su ciclo de vida son retiradas. La recuperación del material para su posterior reutilización supondría un gran ahorro tanto económico como medio ambiental.

En estudios previos [1] se analizó el efecto que provocaba el proceso de reciclado reiterado sobre la estructura de la poliamida 6.6 reforzada con fibra de vidrio. Dichas investigaciones partían de material nuevo de primera inyección procedente de fábrica compuesto por una matriz de poliamida reforzada con fibra de vidrio y anexionadas por una interfase.

En la etapa de trituración, la fibra sufría un acortamiento de su longitud ocasionando la generación de nuevos extremos de fibra, que se identificaban como puntos de concentración de tensiones, y la aparición de fragmentos desprendidos de vidrio sin entidad de fibra que actuaban como impurezas. Se producía la pérdida del agente adherente en los extremos rotos y en las fracciones

desprendidas, acompañada de la degradación de la matriz por rotura de las cadenas poliméricas. Además, se observaba incorporación de restos de hierro procedente del acero de las cuchillas del molino. En la etapa de inyección, se originaba la desorientación de las fibras atricionadas más cortas con respecto de la dirección del flujo y la rotura de cadenas poliméricas de la matriz por cizalla, obteniéndose un material reciclado con presencia de fragmentos de vidrio e hierro. Los resultados concluyeron que un primer reciclado era viable.

En este trabajo se ha estudiado el comportamiento térmico, físico y mecánico del material reciclado de poliamida 6.6 reforzada con un 35 % en peso de fibra de vidrio recogido de vía tras su vida en servicio. Las placas de vía han estado sometidas no sólo al proceso de fabricación, sino también a un desgaste propio del uso, propiciado por grasas/aceites, rayos UV, variaciones térmicas, efectos mecánicos, acumulación de suciedad.

La experiencia demuestra que la diferencia de comportamiento más acusada lo marca la fatiga. Al tratarse de un material termoplástico cuando se somete a fenómenos mecánicos fluctuantes se calienta pudiendo alcanzar su temperatura de transición vítrea (T_g). No obstante, se requiere una caracterización convencional con ensayos estáticos donde la pérdida de prestaciones se debe a dos factores: al reciclado mecánico mencionado cuyo efecto es conocido y al envejecimiento sufrido en vía aún desconocido.

El objetivo marcado en esta investigación es averiguar si también es posible reciclar el material polimérico procedente de vía para su reutilización.

2. MATERIAL OBJETO DE ENSAYO

El presente trabajo se llevó a cabo empleando probetas de tracción normalizadas según la norma UNE 53.280-79 [2] y placas acodadas ligeras [3] conformadas con PA 6.6 reforzada con un 35% en peso de fibra de vidrio reciclada. Las placas acodadas a reciclar tuvieron dos orígenes; material rechazado, identificado como "Piezas Defectuosas" (D), y recogido directamente de la vía colocadas en traviesas MR-90, en el área de mantenimiento de la estación de RENFE en Fuencarral, Madrid, procedentes de Córdoba con 7 años en servicio, identificado como "Piezas Vía" (V) (Figura 2).

Pieza vía (V)

Pieza defectuosa (D)

Figura 2:.Placas acodadas para reciclar

El esquema seguido en el proceso de reciclado se muestra en la Figura 3.

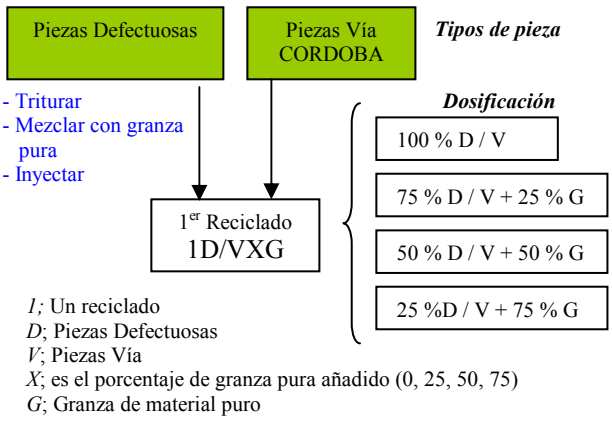


Figura 3: Esquema de reciclado seguido

3. EXPERIMENTACIÓN Y EQUIPAMIENTO

A continuación se describen las técnicas experimentales utilizadas para la caracterización.

3.1. Caracterización física y térmica

Para caracterizar las propiedades físicas se evaluó la densidad, el número de viscosidad y el contenido de refuerzo de fibra de vidrio del componente en función del grado de mezcla con material virgen, según las normas vigentes [4].

La determinación del grado de cristalinidad, de la temperatura de cristalización y de la temperatura de transición vítrea del polímero reforzado se realizó empleando la técnica DSC (Differential Scanning Calorimeter) con un calorímetro diferencial de barrido, modelo Setaram 131.

3.2. Caracterización mecánica

Las propiedades mecánicas de las probetas en tracción y fatiga, así como las de las placas en fatiga fueron determinadas utilizando máquinas servohidráulicas universales de ensayos, marca INSTRON de ± 100 kN y ± 250 kN de capacidad respectivamente. Para el cálculo

de las propiedades del material en condiciones estáticas de tracción se aplicó sobre las probetas un desplazamiento del actuador hasta provocar su rotura a una velocidad de 1 mm/min.

Para la caracterización en fatiga, se realizó el ensayo acelerado Locati [5-6], que consiste en aplicar una fuerza máxima escalonada y creciente (P_{max}) a partir de un valor inferior al límite de fatiga, durante un número constante de ciclos a una frecuencia determinada. En el estudio de las probetas se aplicaron bloques de ondas senoidales de 20.000 ciclos a la frecuencia de 5 Hz La carga mínima (P_{min}) se mantuvo constante en todos los ensayos e igual a 0,5 kN. En las placas acodadas se aplicaron bloques de 25.000 ciclos de onda cuadrada a 5 Hz y manteniendo una carga mínima de 5 kN con el utillaje adecuado [7]. La Tabla 1 muestra los parámetros empleados en el ensayo de las probetas y de las placas. En la misma se indica el número del escalón de carga, el intervalo de ciclos y la fuerza máxima (P_{max}) aplicada.

Esta prueba se presenta como alternativa a la curva de Wöhler, para estimar con un único ensayo, el límite de fatiga o endurancia del material en estudio.

Tabla 1: Parámetros del ensayo Locati

Escalón	PROBETAS		PLACAS	
	ciclos ($\cdot 10^3$)	P_{max} (kN)	ciclos ($\cdot 10^3$)	P_{max} (kN)
1	0-20	1,5	0-25	37,5
2	20-40	1,75	25-50	40
3	40-60	2	50-75	42,5
4	60-80	2,25	75-100	45
…	…	…	…	…

Los ensayos mecánicos se efectuaron con material seco. En los ensayos dinámicos se registró la temperatura del material con una cámara termográfica IRISYS 1011.

3.3. Caracterización de impurezas

Para la determinación de posibles impurezas en las placas acodadas se utilizó las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Rayos X, Espectroscopía de Infrarrojos, Análisis Termogravimétrico (TGA) y Difracción de Rayos X.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

A continuación se presentan los resultados obtenidos en los ensayos de caracterización realizados sobre el material compuesto y su discusión.

4.1. Caracterización física y térmica

La exigencia de la densidad especificada en la norma para las placas acodadas [7] es 1,40 ± 0,03 g/ml. Los valores de densidad obtenidos (Figura 4) cumplen lo establecido, si bien las densidades de las placas defectuosas presentan números ligeramente superiores, bajo condiciones de fabricación idénticas.

La viscosidad de la granza virgen se encuentra alrededor de 141,16 ± 4 ml/g dependiendo del fabricante (DSM, DuPont, BASF). Por otra parte, la E.T. de las placas acodadas recoge la exigencia de: $\eta_{placa} \geq 0{,}90\eta_{granza.}$ En la Tabla 3 se muestran los valores de viscosidad obtenidos. En la Figura 5 se aprecia que el material disminuye su viscosidad con el conformado, el reciclado y la procedencia. El material reciclado defectuoso ha soportado un triturado y una segunda inyección, mientras que el material reciclado de vía además ha sufrido una exposición ambiental y mecánica. El proceso de fusión en la inyección y los tratamientos posteriores ocasionan una modificación en la longitud de las cadenas poliméricas. Este hecho se constata por la menor resistencia del material a fluir por el capilar del viscosímetro que define su número de viscosidad.

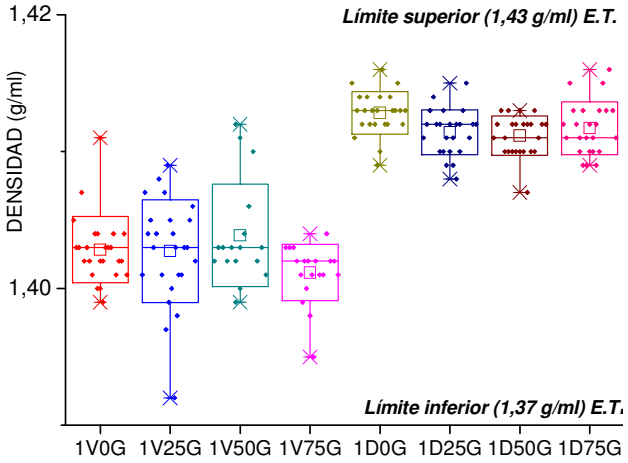


Figura 4: Densidad de las placas acodadas recicladas

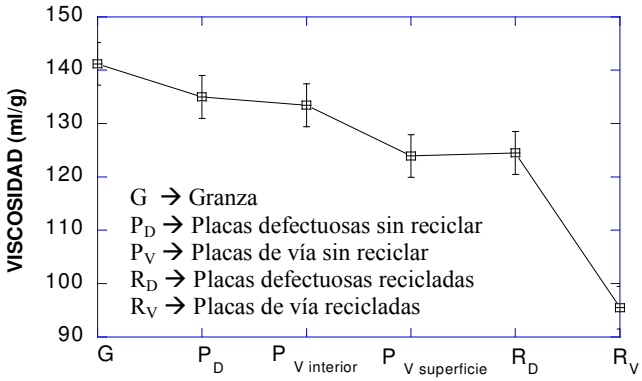


Figura 5: Evolución de los valores de viscosidad

Tabla 3: Viscosidad de las placas acodadas en (ml/g)

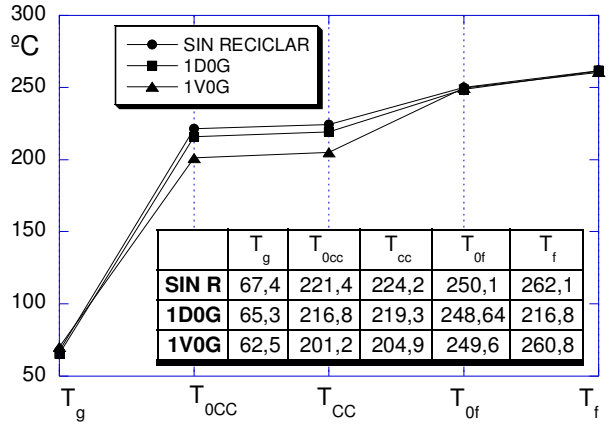
1V0G	1V25G	1V50G	1V75G
94,50	95,98	93,91	96,90
1D0G	1D25G	1D50G	1D75G
124,39	124,39	124,50	124,91

El porcentaje de fibra obtenido se muestra en la Tabla 4. No se observa pérdida de fibra de vidrio con el reciclado.

Tabla 4: Porcentaje de fibra de vidrio

1V0G	1V25G	1V50G	1V75G
35,09	35,11	34,74	34,85
1D0G	1D25G	1D50G	1D75G
35,08	34,77	35,03	34,85

En la Figura 6 se aprecia que las temperaturas de transición vítrea (T_g), inicio de fusión (T_{0f}) y fusión (T_f) no varían sustancialmente. Sin embargo, las temperaturas de inicio de cristalización (T_{0CC}) y cristalización (T_{CC}) del material disminuyen al reciclarlo y al exponerlo a condiciones ambientales. Por otro lado, el grado de cristalización desciende en el material reciclado defectuoso un 3 % y un 0,4 % en el reciclado de vía, respecto al material sin reciclar (67,44 %). Los resultados para las dosificaciones intermedias quedan comprendidos entre los valores extremos aquí presentados.



	T_g	T_{0cc}	T_{cc}	T_{0f}	T_f
SIN R	67,4	221,4	224,2	250,1	262,1
1D0G	65,3	216,8	219,3	248,64	216,8
1V0G	62,5	201,2	204,9	249,6	260,8

Figura 6: Variación de las temperaturas características

El descenso de la temperatura de cristalización podría alterar las condiciones de procesado del material ya que, en este caso, el moldeo por inyección requiere de un calentamiento hasta una temperatura de transformación elevada determinada, que establece una fluidez de cadenas macromoleculares definida y ajustada.

4.2. Caracterización mecánica

Los ensayos de tracción realizados muestran que el material reciclado procedente de vía presenta las mayores pérdidas de resistencia, ductilidad y de capacidad de absorción de energía, con respecto del material de referencia. Estos resultados se plasman en la Figura 7 y en la Tabla 5. Del descenso global del 44% de capacidad de absorción de energía registrado, el 26% se debe al proceso de reciclado (P/D) y el 18% restante se asocia al daño ambiental y mecánico (D/V).

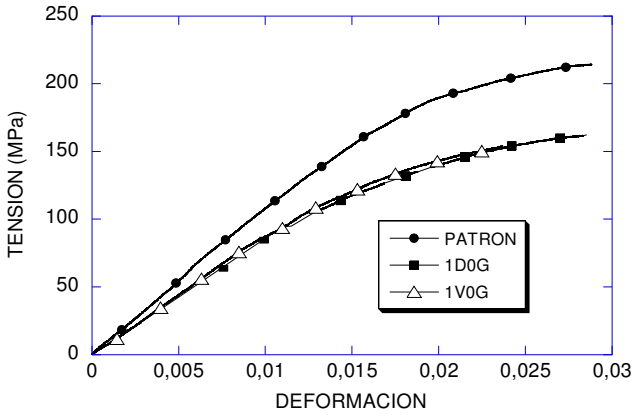


Figura 7: Comparativa de ensayos de tracción

Tabla 5: Comparativa de los datos de tracción

Probeta	$\sigma_{y\,(0,2\,\%)}$ (MPa)	σ_m (MPa)	ε_R (%)	Energía (J)
PATRON	189,58	214,00	2,87	3,86
1D0G	132,64	162,31	2,85	2,86
1V0G	129,86	153,67	2,36	2,18

Tras la realización del ensayo Locati de fatiga acelerada sobre las probetas y placas se obtienen las Figuras 8 y 9 que muestran la envolvente de las ondas de deformación máxima experimentada por las piezas, así como las temperaturas alcanzadas frente al número de ciclos aplicado.

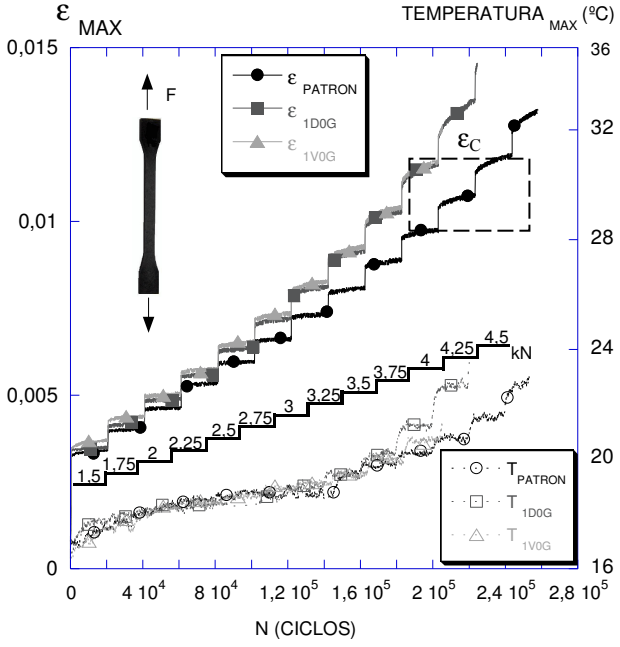


Figura 8: Prueba Locati para probetas

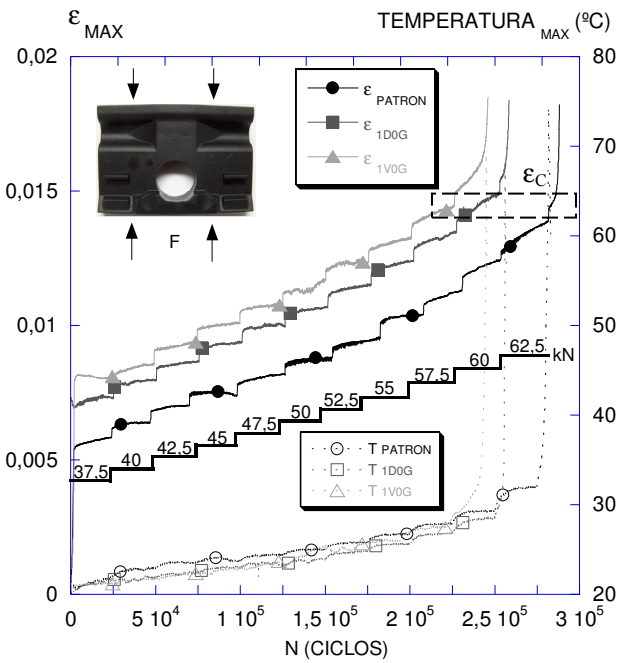


Figura 9: Prueba Locati para placas

Tabla 6: Valores de fatiga de probetas y placas

P: placa T: probeta	Escalón crítico	$P_{máx}$ (kN)	$\Delta\sigma_e$ (MPa)	ε_c
$PATRON_P$	11	62,50	67,83	0,0138
$1D0G_P$	10	60,00	65,12	0,0149
$1V0G_P$	9	57,50	62,41	0,0145
$PATRON_T$	12	4,25	108,25	0,0119
$1D0G_T$	11	4,00	99,45	0,0135
$1V0G_T$	10	3,75	93,14	0,0117

Se observa que la deformación crece lentamente a medida que aumenta el número de ciclos y la carga aplicada en cada escalón. Sin embargo, se advierte que a partir de un nivel de esfuerzos la curva de deformación crece de forma acusada, denotada por el crecimiento de la velocidad de deformación medida. Bajo este nivel de esfuerzos, denominado escalón crítico, la probeta y la placa presentan síntomas de inestabilidad, acompañado por un incremento térmico que en el caso de la placa alcanza y rebasa la T_g. A este nivel se le asocia el límite de fatiga o endurancia de material [10] bajo las condiciones de ensayo establecidas ($\Delta\sigma_e$). El escalón del límite de fatiga se considera que sea el correspondiente al anterior del de rotura.

En cualquier caso, se detecta que ambas condiciones de reciclado y patrón presentan como característica común, su deformación crítica que se establece en un intervalo de 1,4 ± 0,1 % para las placas y de 1,2 ± 0,1 para las probetas. Este parámetro crítico (ε_C) una vez alcanzado, independientemente de la calidad del material y/o del nivel tensional aplicado, conduce a la rotura del material, que para el caso del material de vía se produce con un menor número de ciclos.

4.3. Caracterización de impurezas

Los resultados logrados a través de las distintas técnicas nos indican la existencia de impurezas en el material reciclado tanto el procedente de material defectuoso como del recogido en vía. Por un lado, la MEB reveló la presencia de partículas de hierro y de poros en la línea de soldadura del material en las placas (Figura 10 y 11). Las radiografías (Figura 10) mostraron defectos de llenado principalmente en las intersecciones de los nervios de las placas.

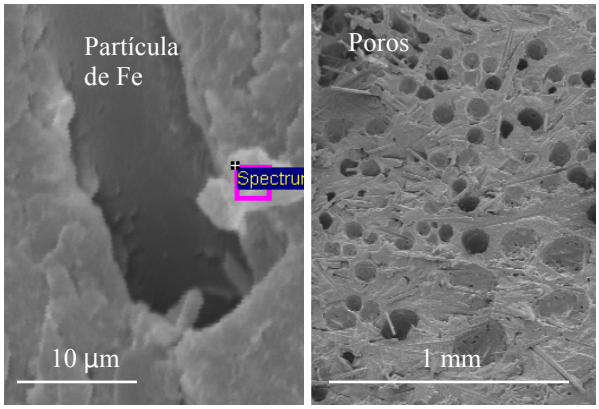


Figura 10: Micrografías de la línea de soldadura

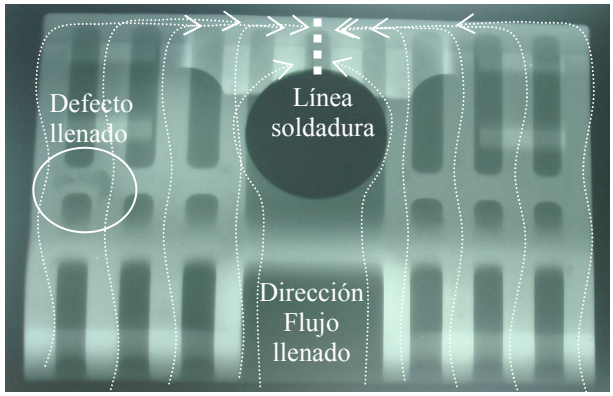


Figura 11: Radiografía de una placa reciclada de vía

La técnica TGA, la difracción de rayos X y la espectroscopía de IR revelaron impurezas de hierro. Como ejemplo se muestra en el diagrama de IR de la Figura 12 los espectros de las fibras de vidrio D, V y patrón junto con el de una mezcla de óxidos de hierro concreta. Se aprecia que en las fibras D y V aparecen restos de partículas de hierro, marcado por la variación de la absorbancia en el entorno de 1500 cm^{-1}.

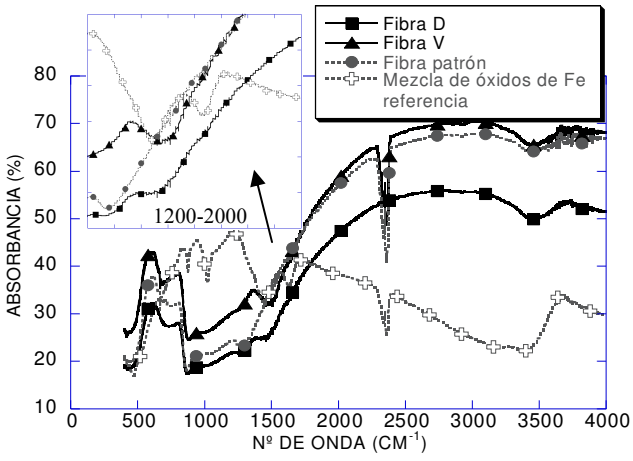


Figura 12: Espectros de infrarrojos

5. CONCLUSIONES

Del estudio realizado se pueden extraer las siguientes conclusiones:

1. Los valores de densidad de las placas a acodadas se encuentran dentro de los límites indicados en la E.T. No obstante, las placas acodadas de material procedente de vía son menos densas, indicando una presencia de poros, tras su reinyección, superior al del material no usado.

2. El número de viscosidad de la granza es el valor de referencia. Las placas sin reciclar defectuosas sufren un descenso del 4,4 %, las de vía del 5,5 % en su interior y del 12,2 % en superficie. Por otro lado, el material reciclado de las placas defectuosas padece de una pérdida del 11,8 % y del 32,5 % cuando procede de vía. Este valor es inadmisible conforme a la normativa.

3. Los análisis térmicos realizados muestran que tras el reciclado y la exposición ambiental, la temperatura de transición vítrea (T_g) y la de fusión (T_f) no varían y, sin embargo, la temperatura de cristalización (T_{CC}) sí lo hace. Esta variación pudiera condicionar los parámetros de presión y de temperatura requeridos en los procesos de moldeo por inyección si se deseara reciclar el material compuesto. El grado de cristalización disminuye sensiblemente en el material reciclado.

4. Los ensayos mecánicos de tracción desvelan con respecto del material patrón una importante caída de la resistencia a tracción cercana al 24 % para el material reciclado defectuoso y del 28 % para el de vía. Bajo cargas cíclicas que generan incrementos térmicos el material reciclado muestra una disminución de su resistencia a la fatiga, medida a través del método locati, del 4 % para el material reciclado defectuoso .y del 8 % para el de vía. Se ha observado que para el material en placa independientemente de su calidad (Patrón, D o V) la máxima deformación admitida es de $1,4 \pm 0,1$ %.

5. El conjunto de las técnicas utilizadas nos dan constancia de la presencia de impurezas aisladas de hierro en el material reciclado, y que su concentración es mayor en el de vía. Estas partículas proceden de las cuchillas del molino triturador y de los carriles de la vía. El óxido de hierro no es higroscópico, pero puede llegar a absorber agua en forma de grupos hidroxilo (- Fe – OH) [7]. Para las fibras de vidrio, estas impurezas son sólo un colorante que proporciona una tonalidad residual (roja) [8] y pueden producir un posible aumento de la conductividad térmica de la fibra sin que esta peculiaridad influya negativamente en los aspectos mecánicos [9]. No obstante, estas partículas además podrían actuar como inclusiones que aportan discontinuidades o heterogeneidades en el material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo, desean expresar su más sincera gratitud a la empresa ARIES INDUSTRIAS DEL PLASTICO por su colaboración en el conformado de las piezas necesarias para poder desarrollar el estudio realizado.

REFERENCIAS

[1] Casado, J. et al. *Efecto del reciclado de poliamida reforzada en el comportamiento mecánico de placas de sujeción de vía de ferrocarril para AVE*. MATCOMP-07. pp. 811- 818, 2007.

[2] UNE-EN ISO 527 – 4. Plásticos. *Determinación de las propiedades en tracción. Parte 4: Condiciones de ensayo para plásticos compuestos isotrópicos y ortotrópicos reforzados con fibras*. AENOR abril 1997.

[3] RENFE. *Mantenimiento de infraestructura. Plano P 16.4961.00. Placa acodada ligera de sujeción A2*.

[4] UNE-EN ISO 307. *Determinación del número de viscosidad*. *Ácido fórmico 90%.* AENOR noviembre 1998.

[5] Locati, L. *La Fatica dei Materiali Metallici*. Ulrico Hoepli. Milano (1950).

[6] Locati, L. *Programmed Fatigue Test, Variable Amplitude Rotat*. Metallurgia Italiana. Vol 44, nº 4. 135-144. (1952)

[7] RENFE. *Especificación Técnica de Placas Acodadas Ligeras de Sujeción*. E.T. 03.360.578.3. Mantenimiento de infraestructura Primera edición: mayo 1998.

[8] Derek Hull. *Materiales compuestos*. Professor of Materials Engineering, University of Liverpool. Editorial Reverté, S.A. (1987).

[9] Samuel J. Schneider, Technical Chairman*, Ceramics and glasses*, Engineered materials handbook. Vol. 4, ASTM International. Handbook Committee. 1987 ISBN 0-87170-282-7, SAN 204-7586.

[10] Casado J. A. *Comportamiento en fatiga de poliamidas reforzadas con fibra de vidrio corta*. Tesis Doctoral. Departamento de Ciencia e Ing. del Terreno y de los Materiales. Universidad de Cantabria. Santander, abril 2001.

EXTRACTING IN-SITU THE MECHANICAL PROPERTIES OF THE POLIMERIC MATRIX IN COMPOSITES THROUGH IN-SITU NANOINDENTATION TESTS.

M. Rodriguez[1,*], J.M. Molina-Aldareguia[1], C. Cabeza[1], C. González[1,2] and J. Llorca[1,2]

[1]IMDEA-Materials, c/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid (Spain)
E-mail: m.rodriguez@imdea.org

[2]Dept of Materials Science, Escuela de Ingenieros de Caminos, Polytechnic University of Madrid, c/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid (Spain)
E-mail: cgonzalez@mater.upm.es

RESUMEN

La nanoindentación es un método experimental único para medir las propiedades mecánicas *in-situ* de la matriz y de la intercara fibra-matriz de un material compuesto. Sin embargo, aunque existen numerosos estudios en materiales cohesivos elastoplásticos con el objetivo de medir propiedades mecánicas mediante nanoindentación, éstos no se pueden aplicar a materiales poliméricos, fundamentalmente por la dependencia de sus propiedades plásticas con la presión hidrostática. El objetivo de este trabajo ha sido la realización de un estudio numérico del proceso de indentación cónica en materiales elastoplásticos con una dependencia de la presión hidrostática tipo Drucker-Prager. Los resultados muestran que el ángulo de fricción tiene una marcada influencia en las curvas carga-descarga de indentación y en la presión de indentación, pero que el problema inverso (es decir, la extracción de propiedades a partir de una única indentación) no es posible sin conocer información adicional del material.

ABSTRACT

The nanoindentation technique is a unique experimental method to extract in-situ the mechanical properties of the matrix and the matrix-fiber interface in a composite material. However, although many studies have been carried out with the objective of extracting mechanical properties through indentation in cohesive elasto-plastic materials, these studies cannot be directly extended to polymers due to their frictional behavior (hydrostatic pressure dependent plasticity). The aim of this work is to carry out a thorough numerical study by Finite Element modeling of the process of sharp indentation in cohesive frictional materials. The results show that the friction angle (hydrostatic pressure dependency) has a marked influence on the loading-unloading indentation curves and on indentation pressure, but that the inverse problem (i.e. extracting the friction angle from a single indentation) is not possible without knowledge of additional information.

KEYWORDS: *Nanoindentation, FEM, Polymer Matrix Composites, Drucker Prager*

1. INTRODUCTION

The application of virtual testing techniques composite materials requires the use of multi-scale modeling approaches in order to predict the mechanical behavior of a composite from its constituents: matrix, fibers and interface. In the case of the matrix material, it is possible that its properties may be altered due the boundary constraints imposed by the fiber confinement, during both manufacturing and operation. In addition, for the prediction of the mechanical behavior of composite materials under hot-wet conditions, the hot-wet condition of each of the constituents must be characterized in-situ, because it is possible that the behavior inside the composite may differ from that encountered in the bulk. However, the in-situ mechanical characterization of the matrix in a composite material requires new experimental techniques, since conventional tests cannot be used in such conditions.

The instrumented nanoindentation method [1] is a unique micromechanical test that can be used for this purpose. In instrumented indentation, an indenter is used to produce a permanent imprint on the surface of a material, during which the load is measured continuously as a function of penetration of indenter. The hardness represents the mean pressure of indentation and although its physical meaning remains even now unclear, it can be considered as a measure of the plastic properties of the material. In the case of pyramidal indenters, Tabor [2] showed that the mean

pressure can be related to the yield stress of the material by a simple constraint factor in rigid perfectly plastic materials. Since then, the indentation of isotropic elasto-plastic materials has been widely investigated with the objective of determining the mechanical properties (Young`s modulus E, yield stress Y and strain hardening exponent n) for nanoindentation tests. However, contrary to most metals, the deformation and the failure stress of polymers are greatly affected by the hydrostatic pressure, leading to an increase of the yield stress [3, 4]. A one-parameter yield criterion, such as Tresca and Von Mises, does not represent the polymeric behavior adequately since they cannot describe the dependency of the plastic behavior on the hydrostatic part of the stress tensor. Both, the Mohr-Coulomb and Drucker-Prager criteria, used for polymers, predict that the critical stress can occur in any plane and depends linearly on the normal stress in such plane. The locus of these criterions is either a pyramid or a cone respectively, which shows a good match with the experimental polymer behavior measured under pressure.

Several studies [5, 6] have shown that the pressure sensitivity has a marked influence on the indentation process, but this studies focus on spherical indentation and/or rigid plastic materials. The aim of this work is to carry out a thorough numerical study by Finite Element modeling of the process of sharp indentation in cohesive frictional elasto-plastic materials, with the final objective of extracting the mechanical properties of polymers from nanoindentation tests. For this, the process of conical indentation of a Drucker-Prager solid has been modeled. For practical reasons, two different conical indenters have been considered: 70.30º and 42.27º, since those have been found to be representative of pyramidal Berkovich and Cube-Corner indenters respectively, the two indenter geometries that are more commonly used in nanoindentation .

2. THEORETICAL BACKGROUND

One of the first objectives of this study has been to explore whether some of the basic hypothesis that are usually made to analyze indentations in cohesive materials can be extended to frictional cohesive materials. In the following sections, the basic methods of determination of hardness and modulus by instrumented indentation and the physical meaning of hardness in cohesive elasto-plastic materials are briefly reviewed.

2.1. Determination of hardness and modulus.

Determining hardness and modulus from instrumented nanoindentation requires a method to estimate the contact area of indentation. The Oliver and Pharr method [7] is the most widely used and it relies on the estimation of the contact area from the stiffness of the unloading curve *S* (See figure 1).

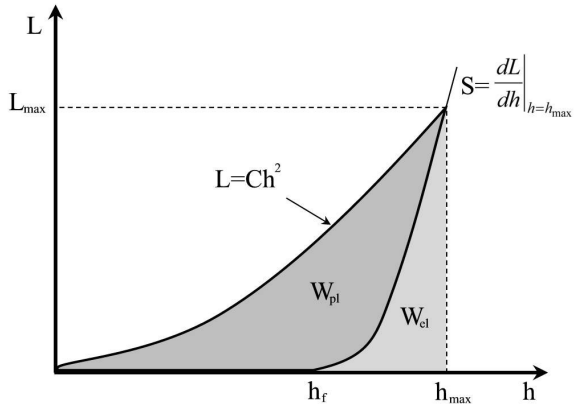


Figure 1.Indentation load-displacement curve showing the most important parameters that define the curve.

However, the main limitation of the Oliver&Pharr method is that it does not take into account the pile-up/sink-in behavior of the material, as schematically represented in figure 2.

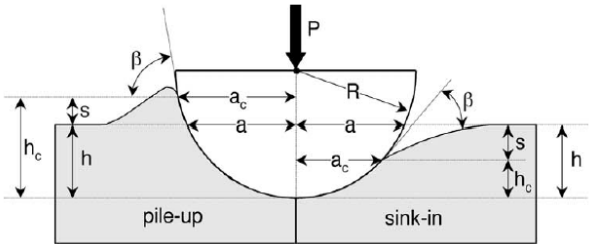


Figure 2. Schematic diagram showing pile-up/sink-in effects affecting the contact area of indentation. These effects are not considered by the Oliver and Pharr method. From Taljat et al. [8]

The pile-up can be defined by the parameter:

$$c = \frac{A_c}{A_{\max}} \tag{1}$$

where A_c is the contact area and A_{max} is the apparent contact area at the maximum indentation depth (as measured from the initial height of the surface). Hence, when pile-up takes place, c > 1 and the Oliver and Pharr method underestimates the contact area, giving rise to errors as large as 50% on the estimated hardness.

To overcome this problem, Cheng and Cheng [9] found out that for cohesive materials, the ratio of the elastic stored energy W_{el}/W_{total} of indentation (measured from the areas below the loading and unloading indentation curves, see figure 1), is proportional to the

H/E ratio, which can be used together with the following equation:

$$\frac{H}{E^2} = \frac{4}{\pi}\frac{L_{\max}}{S^2} \quad (2)$$

to correct for pile-up/sink-in effects. The current study analyzes whether the observation of Cheng and Cheng can also be extended to cohesive frictional materials, in order to determine hardness and modulus from instrumented indentation in this type of materials.

2.2. Physical meaning of hardness.

It is generally observed in hardness testing that the mean contact pressure beneath an indenter is larger than the uniaxial compressive yield stress Y_c of the material. If yielding occurs due to shear, then the mean contact pressure undergone when the bulk is yielding in an indentation test, is higher than the stress required for a uniaxial compressive test because of the confining pressure generated by the surrounding elastically strained material in the indentation stress field. The ratio between the indentation mean contact pressure and the uniaxial compressive yield stress is called the constraint factor, *C*. For ductile metals, a value of *C*~2.5-3 is generally considered to be appropriate [10], but this value is only valid when the indenter is in the fully plastic regime.

For elasto-plastic materials, Johnson [11] concluded that the constraint factor depends on the parameter $(Y/E)\cdot\tan\beta$, where β is the angle between the indenter face and the material surface. For small values, the indentation is in the fully plastic regime for which the constraint factor of 2.5 is valid. However, for larger values, the elastic deformation is no negligible anymore and the constraint factor decreases. For cohesive frictional materials, a few studies exist analyzing the constraint factor applied to spherical indentations [5] and pyramidal indentations [6], but the latter only considers very soft materials (small *Y/E*). The current study attempts to extent these observations to a wider range of materials (i.e. wider range of *Y/E* values).

3. FINITE ELEMENT MODEL DESCRIPTION.

Two-dimensional four node linear axisymmetric elements with complete integration have been used for the finite element simulations. The processes have been carried out using ABAQUS®/*Standard*. When the element distortion was unacceptably large, an adaptive remeshing strategy was followed using ABAQUS®/*Explicit* and in this case, elements with reduced integration and hour-glass control were employed.

Two different rigid conical indenters for the simulations: one, with a semi-apex angle θ of 70.30º and another with a semi-apex angle θ of 42.27º. This semi-apex angles were chosen so that the results can be considered as representative of indentation using two commonly use real pyramidal indenters: a Berkovich indenter, very blunt, and a Cube-Corner indenter, with a more acute angle. The chosen conical indenters have the same area to depth ratio than the corresponding pyramidal indenters. The specimen dimensions are large enough to neglect boundary effects and the mesh has been refined in the indented area as it can be seen in Figure 3. The mesh size in each case was selected to maintain the same number of nodes in contact at maximum depth. In all cases, the contact between the indenter and the sample was assumed to be frictionless.

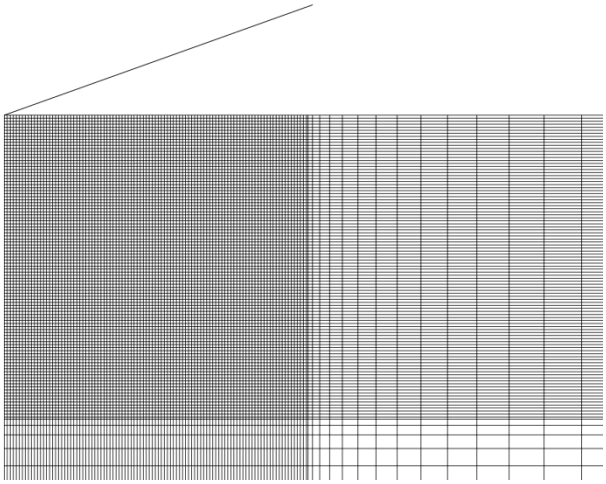


Figure 3. Finite Element Mesh employed to model a conical indenter according to a Berkovich tip.

To simulate the indented material, an elasto-plastic constitutive material model without hardening was employed, as representative of polymeric materials. The hydrostatic pressure dependency of plasticity can be modeled using either a Mohr-Coulomb or a Drucker-Prager yield criterion. In this case, the latter was used because the former involves numerical singularities leading to convergence problems when an implicit formulation is employed in the calculations.

In order to study the influence of the friction angle ϕ of the Drucker-Prager yield criterion as a function of Y_c/E, 30 different materials have been modeled with Y_c/E ranging from $5\cdot10^{-3}$ to 10^{-1} and friction angles ranging from 0º to 24º. The results were assumed to depend on the elastic modulus only through Y_c/E.

4. RESULTS.

4.1 Determination of hardness and modulus.

Figure 4 shows that the value of pile-up *c* is independent of the friction angle, and it only depends on the fraction of reversible stored energy during indentation. The Oliver and Pharr method only predicts accurately values of pile-up $c < 0.8$, indicating that the use of this method, for soft materials, may lead to errors

as large as 30% on the estimation of the contact area of indentation. The values of pile-up obtained are in good agreement with those obtained by Cheng and Cheng [9] for non-frictional materials without strain hardening, and thus, this is a valid method to determine hardness and modulus in non-hardening frictional materials. This is important because in other types of materials, such as strain hardening materials, Alkorta et al [12] have demonstrated that the value of pile-up depends on the strain hardening exponent, invalidating the Cheng and Cheng approach for strain-hardening materials.

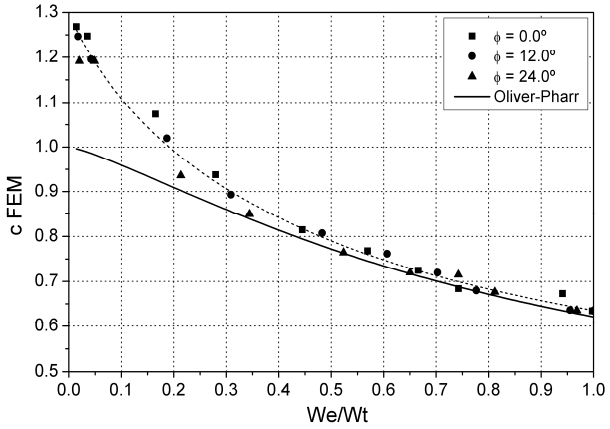


Figure 4. c pile-up parameter as a function of the reversible stored energy for three materials with different Drucker-Prager friction angles (the predicted pile-up value by the Oliver and Pharr method is included for comparison).

4.2. Effect of friction angle.

The friction angle has a large effect on the indentation curve, as shown in figure 5 with three indentation curves for materials having the same Y_c/E ratio, but different Drucker-Prager friction angles ranging from 0º to 24º.

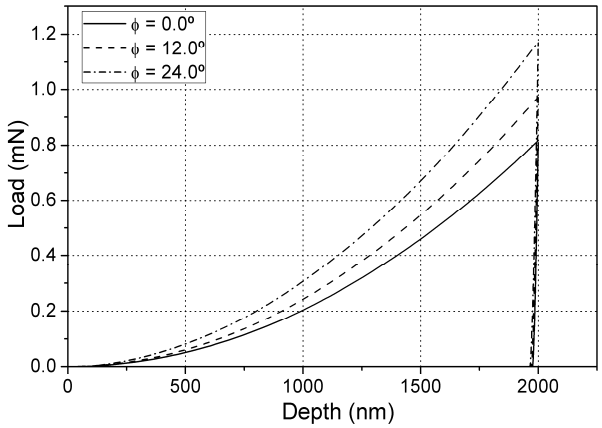


Figure 5. Indentation load-displacement curves for three materials displaying identical Y_c and E, but different Drucker-Prager *friction angles.*

Figure 6 shows the hardness to yield stress ratio H/Y_c versus the ratio Y_c/E for materials with different friction angles when they are indented with a Berkovich indenter (θ=70.30º). The figure shows that for materials displaying a Y_c/E ratio larger than 0.1, the indentation is purely elastic and therefore, the hardness (understood as the mean pressure of indentation) is independent of the plastic properties. For Y_c/E values lower than 10^{-3}, the indentation is in the fully plastic regime and a constant constraint factor is achieved. For values of Y_c/E in between, the indentation is in the elasto-plastic regime and the pressure of indentation depends on both the elastic and plastic response.

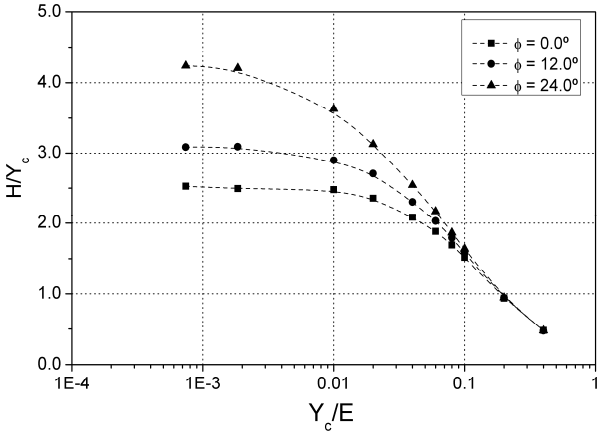


Figure 6. H/Y_c constraint factor as a function of Y_c/E for materials with different Drucker-Prager friction angles (θ=70.3º)

More importantly, Figure 6 clearly shows that the constraint factor (H/Y_c ratio) increases considerably with the friction angle of the material, due to the effect of the hydrostatic pressure. This can also be noted in the equivalent stress contours of Figure 7, showing higher stress levels in the areas subjected to higher hydrostatic stresses.

The effect of the friction angle on the constraint factor is very large. For instance, for rigid-plastic materials ($Y_c/E<10^{-3}$), the indentation contact pressure (hardness) changes from the well known rule-of-thumb value of $2.5Y_c$ for a non-frictional material (Von Mises type) to $4.2Y_c$, for a Drucker-Prager friction angle of 24º. Similar changes can also be found for smaller indenter apex angles (θ=42.27º), as shown in figure 8, although the constraint factors are somewhat smaller and the transition from the plastic to the elasto-plastic regime occurs for larger Y_c/E ratios. This occurs because the confining pressure generated by the surrounding material is more localized for smaller indenter apex angles.

Unfortunately, there is not a univocal correspondence between the indentation loading-unloading curve and the friction angle of the material since different combinations of Y_c and ϕ can give rise to the same indentation curve. Consequently, if one needs to extract the mechanical properties from an indentation test, it is necessary to gather additional

independent information. In the following sections, two possible approaches are discussed.

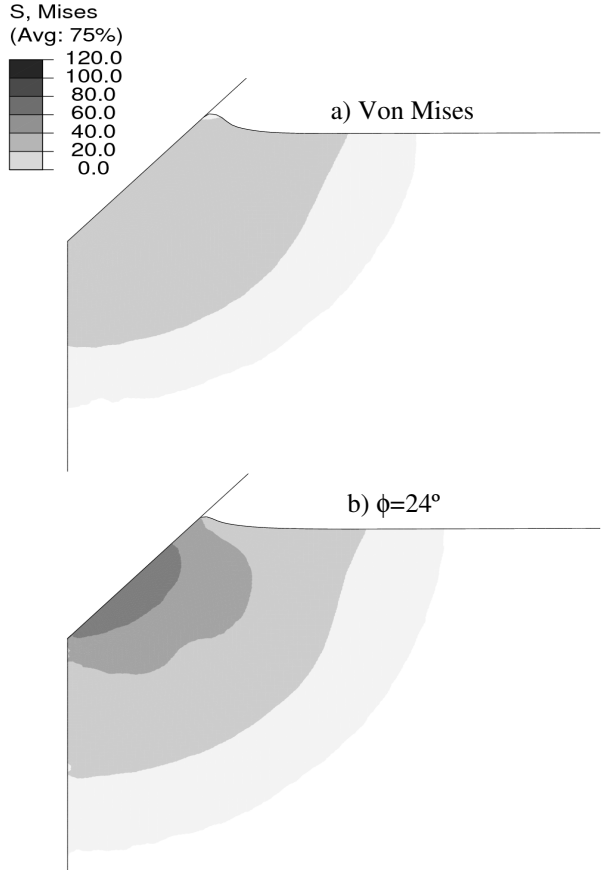


Figure 7. Von Mises stress contours with Berkovich indenter for (a) non-frictional material and (b) frictional material with Drucker-Prager angle of 24º

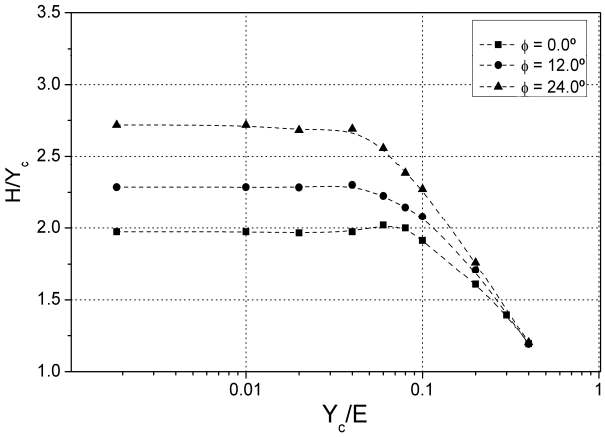


Figure 8. H/Y_c constraint factor as a function of Y_c/E for materials with different Drucker-Prager friction angles (Cube-corner indenter).

4.2.1 Knowledge of Y_c

If one has access to additional information about the mechanical properties of the material, such as the compressive yield stress Y_c, then the friction angle can be extracted from a single indentation experiment using Figures 6 and 8, by calculating the constraint factor H/Y_c.

4.2.2. Dual indentation technique

Some authors have proposed extracting the friction angle by using a dual sharp indentation approach [6]. Based on figures 6 and 8 this should be possible as the constraint factor depends on both the indenter semi-apex angle and the friction angle. Therefore, by computing the ratio between the hardnesses obtained with two sharp indenters (for instance, a Berkovich and a Cube-corner indenter) one should be able to compute the friction angle of the material. However, this must be done with great care since this is only possible when the indentations are in the fully plastic regime for both indenters, as shown in figure 9, i.e., at Y_c/E ratios below 0.002. For larger values, only the prior knowledge of Y_c allows measurement of the friction angle.

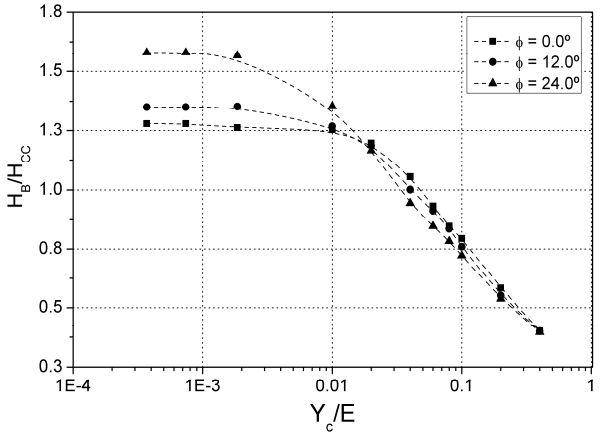


Figure 9. Hardness ratio (Berkovich over Cube Corner) as a function of Y_c/E for materials with different Drucker-Prager friction angles.

Figure 10 replots the values obtained in Figure 9 for a fully-plastic material ($Yc/E < 2 \cdot 10^{-3}$). For the limit case ($\phi = 0º$: Von Mises material), the hardness ratio is around 1.3 and it increases non-linearly in the interval $\phi \in [0º, 30º]$. This result differs from that obtained by Ganneau *et al.* [6] for the case of Mohr-Coulomb materials using yield design theorems.

Finally, it should be pointed out that all the results shown have been obtained assuming negligible friction between the indenter and the material. When friction is considered, a decrease in the Berkovich to Cube Corner hardness may be expected since friction affects the constraint factor more pronouncedly for smaller indenter apex angles [11]. Therefore, the friction coefficient between the indenter and the material should be taken into account for a precise comparison between hardnesses obtained with different indenters. This feature is in agreement with the experimental indentation results obtained in PMMA and PC, both materials having Y_c/E ratio below 0.03 [13].

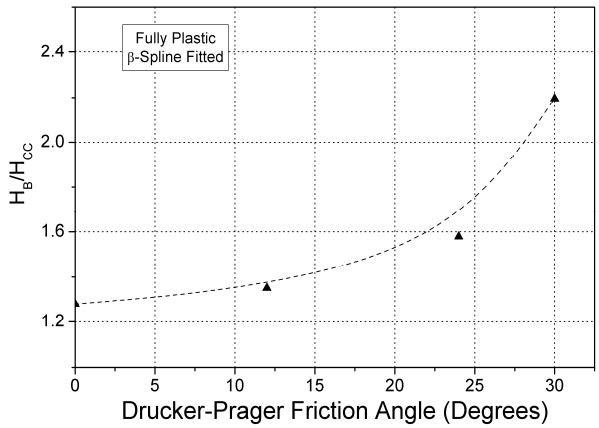


Figure 10. Hardness ratio (Berkovich over Cube Corner) as a function Drucker-Prager friction angle for materials in the fully plastic regime ($Y_c/E < 2\ 10^{-3}$)

5. CONCLUSIONS

This work attempts to extent the study of the indentation constraint factor *C*, to elastoplastic materials with Drucker-Prager pressure dependence in a Y_c/E range from $5{\cdot}10^{-3}$ to 10^{-1} and friction angles from 0º to 24º. For this purpose, different finite element simulations were carried out employing two different rigid conical indenters with semi-apex angles of θ=70.3º and θ=42.27º to obtain numerical data representative of Berkovich and Cube-Corner indenters respectively.

The frictional angle was found to have a large effect on the indentation process, increasing the load needed to achieve the same penetration as well as the constraint factor H/Y_c. Smaller apex-angles of the indenter produce smaller and more localized stress fields and consequently, the fully plastic regime extents to larger Y_c/E ratios with lower hardness values. However, no univocal correspondence has been found between indentation response and the frictional angle of thematerial.

The analysis shows that the frictional angle of the material can be computed, without prior knowledge of Y_c, using a dual indenter approach, provided that $Y_c/E < 2{\cdot}10^{-3}$. However, further calculations must be done in order to introduce friction between the indenter and material surfaces, to match the experimental results achieved in polymers.

ACKNOWLEDGEMENTS

The funding of the European FP7 MAAXIMUS project is gratefully acknowledged.

REFERENCES

[1] Loubet J.L., Georges J.M., Meille G. *Vickers indentation curves of elastoplastic materials.* American Society for Testing and Materials, Philadeliphia (1986), pp 72-89

[2] Tabor D. *The hardness of metals,* Oxford University Press (1951), London,.

[3] Sternstein S.S. and Ongchin L., *Yield criteria for plastic deformation of glassy high polymers in general stress fields.* American Chemistry Society Polymer (preprint) (1969), **10** pp. 1117–1124.

[4] Rabinowitz S., Ward I.M. and Perry J.S.C. *The effect of hydrostatic pressure on the shear yield behavior of polymers.* Journal of Materials Science (1970), **5** pp. 29–39.

[5] Narasimhan R., *Analysis of indentation of pressure sensitive plastic solids using the expanding cavity model,* Mechanics of Materials (2004)**, 36** pp. 633–645,.

[6] Ganneau F.P., Constantinides G. and Ulm F.-J., Dual-Indentation technique for the assessment of strength properties of cohesive-frictional materials, *International Journals of Solids and Structures* (2006) **43**, pp. 1727-1745,.

[7] Oliver W.C. and Pharr G.M., An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic-Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments, *Journal of Materials Research* (1992) **7**, pp. 1564-1583.

[8] Taljat B., Zacharia T. and Pharr G.M., *Pile-up behavior of spherical indentations in engineering materials* in *Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology*; Materials Research Society Symposium Proceedings (Warrendale, PA, 1998), *Vol. 522*, pp. 33-38.

[9] Cheng Y.-T., Cheng C.-M., *Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation*, Applied Physics Letters, (1998), **73** pp. 614-616

[10] Fisher-Cripps A.C., *Elastic-plastic behaviour in materials loaded with a spherical indenter*, Journal of Materials Science (1997), **32** pp. 727-736.

[11] Johnson K.L., *Normal contact of inelastic solids* in *Contact mechanics*, Cambridge University Press, (1985), pp. 153-184.

[12] Alkorta J., Martinez-Esnaola J.M. and Gil Sevillano J. *Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load-penetration data*, J. Materials Research (2005), **20** pp. 432-437

[13] Kermouche G., Loube J.L., Bergheau J.M., Johnson K.L., *Extraction of stress-strain curves of elastic-viscoplastic solids using conical/pyramidal indentation testing with application to polymers*., Mechanics of Materials (2008), **40,** pp. 271-283.

PROPIEDADES MECANICAS Y TERMICAS DE LAS ALEACIONES PC/ABS

Valea,A*.; Mondragón,I.; González,M.L

UNIVERSIDAD DEL PAIS VASCO-EUSKAL HERRIKO UNIBERTSITATEA
Escuela Ingeniería Técnica Industrial (Plaza La Casilla, 3)(48012-BILBAO)
Dpto. Ingeniería Química y del Medio Ambiente de la EUITI Bilbao
* e-mail: iapvapea@lg.ehu.es

RESUMEN

En los últimos años las necesidades del mercado por encontrar materiales plásticos hechos a medida con bajo costo han impulsado el mezclado y la aleación de los polímeros hasta convertirlo en la actualidad en uno de los principales sectores de investigación académica e industrial. La mayoría de las mezclas poliméricas se preparan mediante mezclado mecánico por su simplicidad y bajo costo. Precisamente ésta ha sido la técnica utilizada en este trabajo para obtener aleaciones de policarbonato (PC) con el terpolímero acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS). Se estudia la influencia del porcentaje del PC en la aleación y el efecto de utilizar diferentes pesos moleculares del PC sobre las propiedades térmicas y propiedades mecánicas de la aleación. También se estudian mezclas con dos tipos de ABS (con diferente contenido en butadieno).

ABSTRACT

In the last years, the need of the market to find cheap tailor-made plastic materials has impulsed the mixing and blending of polymers, so is that nowadays it is one of the most important sector of academic and industrial investigation. Most polymeric mixtures are prepared by mechanical mixing because of its simplicity and cheapness. This has been the used technique in this work to obtain polycarbonate (PC) - terpolymer acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) blend. It has been studied the influence of the PC percentaje in the blend and the effect of using different molecular weights of PC on the thermal properties and mechanical properties of the blends. Also it have been studied blends with two grades of ABS (with different content of butadiene).

PALABRAS CLAVE: Polycarbonate; Acrylonitrile/butadiene/styrene (ABS) copolymer; blends; mechanical properties of blends PC/ABS; thermal properties of blends PC/ABS

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años las necesidades del mercado por encontrar materiales poliméricos con nuevas aplicaciones(1,2) o con propiedades a medida (3), han impulsado el mezclado y aleación de los polímeros hasta convertir esta técnica en uno de los principales sectores de investigación académica e industrial (4-6).

La mayoría de las mezclas poliméricas se preparan mediante mezclado mecánico debido fundamentalmente a su simplicidad y bajo costo (3). Precisamente esta ha sido la técnica seguida en este trabajo.

Para mezclas poliméricas la miscibilidad no es por sí misma un criterio de utilidad, ya que existen numerosas mezclas poliméricas comerciales con aplicaciones útiles y específicas que presentan comportamiento de dos fases.

Sin embargo la determinación de la miscibilidad, de las propiedades mecánicas y térmicas (7-9) son necesarias en orden a establecer solidamente los campos de aplicación de los blends.

En una aleación PC/ABS se puede tomar en consideración el efecto del PC bajo múltiples puntos de vista (10,12):

Considerando el porcentaje del PC en la aleación.

Considerando el peso molecular del PC utilizado en la aleación PC/ABS.

En el presente trabajo se referencian algunos resultados de un amplio estudio realizado sobre estas aleaciones que incluyen ambas líneas de trabajo.

2. EXPERIMENTAL

2.1.- Materiales

Se han utilizado diferentes grados de policarbonato (PC) suministrados por Bayer, S.A. cuyos indices de fluencia en fundido (MFI) se indican a continuación:

PC15 (MFI = 15,0); PC20 (MFI = 20,0);
PC60 (MFI = 60,1) PC10 (MFI = 10,3);
PC6 (MFI = 6,3); PC3 (MFI = 3,2)

El terpolímero acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) corresponde a un Cycolac, suministrado por G.E.P.

Se ha utilizado un blend de policarbonato / acrilonitrilo-butadieno-estireno (PC/ABS) suministrado por Bayer que ha sido caracterizado por nosotros resultando ser PC/ABS ÷ 65/35.

Como desmoldeante se ha utilizado 1,1,1 – tricloroetano.

2.2.- Procesado

El ABS (porcentaje entre 20-95 %w) y PC se han mezclado en rodillos calefactados (180-195 ºC, dependiendo de la formulación) y a continuación se ha procedido a la compresión en caliente en una prensa Moebius Prototipos, para obtener placas a partir de las cuales se han cortado y mecanizado las probetas. Se han estudiado previamente un extenso ámbito de las condiciones de presión, temperatura y tiempo de procesado para optimizar las propiedades de los materiales obtenidos.

2.3.- Ensayos

Los ensayos en tracción se han llevado a cabo en una máquina universal de ensayos Ibertest mod. ELIB W50. La velocidad de ensayo ha sido de 1mm/min según la norma UNE-53023 para ensayo de tracción y UNE-53022 para el de flexión.

Las propiedades termomecanicodinámicas se han llevado a cabo sobre un equipo de DMTA Polymer Lab. mod. Mark II con un cabezal de flexión y un sistema criogénico por N_2(líq).

Los ensayos de índice de fluencia en fundido (M.F.I) se han llevado a cabo en un equipo Ray Ran Ltd. según norma UNE 53200 – DIN 53735.

En todos los casos se ha tenido en consideración lo previsto por UNE 53006 – ISO291 referente al acondicionamiento de probetas y atmósferas relativas a los ensayos.

3. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

3.1.- Efecto del porcentaje (en peso) de policarbonato en la aleación PC/ABS.

El policarbonato (PC) fundido presenta una elevada viscosidad y resistencia en fundido, sin embargo el ABS es mas fluido. La presencia del ABS en proporción incluso del 20% es capaz de reducir significativamente la viscosidad de la aleación PC/ABS. Para concentraciones de ABS igual o superior al 35% se observan resultados de viscosidad del fundido para la aleación PC/ABS cercanos o incluso inferiores a los del ABS puro (dependiendo del tipo de ABS y particularmente de la cantidad de polibutadieno - PB - presente en el ABS).

En la Tabla 1 se recogen los valores de las temperaturas de transición vitrea (Tg) correspondientes a las aleaciones PC/ABS en todo el ámbito de composiciones. El PC utilizado tiene un MFI = 15,0 g/10min y una Tg = 146,7ºC, mientras que el ABS utilizado tiene una Tg =101.1ºC. Como puede verse la Tg de la fase rica en PC disminuye al aumentar el contenido en ABS, mientras que la Tg de la fase rica en ABS aumenta al hacerlo el PC en la aleación, como cabe esperar.

Tabla 1.- Valores de Tg para cada una de las fases correspondientes a las aleaciones PC/ABS con diferentes porcentajes de PC.

Composición de la aleación (PC/ABS)	Fase rica en PC. Tg (PC) (ºC)	Fase rica en ABS. Tg (ABS) (ºC)
100/0	146,7	---
80/20	140,4	---
65/35	138,6	111,2
50/50	135,3	110,6
35/65	131,7	109,7
20/80	130,3	107,7
0/100	---	101,1

3.2.-*Efecto de los diferentes pesos moleculares del pc sobre las propiedades de la aleación PC/ABS = 65/35.*

La aleación PC/ABS 65/35 es una de las mejores soluciones para este tipo de sistemas PC/ABS, por lo que se utilizará esta composición de referencia para estudiar en este trabajo la influencia que tienen diferentes pesos moleculares del PC (en sentido práctico diferentes MFI y viscosidades) sobre las propiedades de esta aleación.

En la Tabla 2 se presentan los valores de Tg para aleaciones PC/ABS 65/35 en las que la variable ha sido el peso molecular del PC, utilizándose seis (6) niveles de variación de esta variable (MFI = 3,2; 6,3; 10,3; 15,0; 20,0 y 60,1 g/10min).

Tabla 2.- Valores de Tg para aleaciones PC/ABS = 65/35 que tienen diferentes pesos moleculares (diferente MFI) del PC en las aleaciones.

Material / MFI	**Tg (PC) (ºC)**	**Tg (ABS) (ºC)**	**Variación en la (por adición del 2º polímero)**	
			Tg (PC) fase rica PC	**Tg (ABS) fase rica ABS**
PC3	153,2	---		
PC3/ABS	141,3	107,7	11,9	6,6
PC6	149,4	---		
PC6/ABS	139,0	108,6	10,4	7,5
PC10	149,0	---		
PC10/ABS	138,9	110,3	10,1	9,2
PC15	146,7	---		
PC15/ABS	138,6	111,3	8,1	10,2
PC20	148,5	---		
PC20/ABS	139,7	109,9	8,8	8,8
PC60	143,5	---		
PC60/ABS	135,8	108,6	7,7	7,5
ABS	-	101,1	---	---

Como puede verse en la Tabla 2 el valor de *Tg* (PC) tiene una dependencia importante con el peso molecular (MFI) del PC utilizado, de forma que al aumentar el peso molecular del PC disminuye, en general, la *Tg* (PC) aunque parece haber un comportamiento singular para el PC15.

Los mayores pesos moleculares del PC producen una disminución en la Tg (PC) de la fase rica en PC y un aumento en la Tg de la fase rica en ABS como consecuencia de la solubilización del SAN en la fase PC.

El incremento en la Tg (ABS) de la fase rica en ABS es máximo cuando el PC que entra a formar parte de la aleación tiene MFI = 15.

3.3.- *efecto de los diferentes pesos moleculares del pc sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones PC/ABS = 65/35.*

En la Tabla 3 se presentan los resultados obtenidos para las propiedades mecánicas sobre aleaciones PC/ABS = 65/35 que se diferencian en los pesos moleculares (diferentes MFI).

Como puede verse en la Tabla 3 los módulos y la resistencia (en tracción y flexión) parecen ser esencialmente independientes del peso molecular del PC, excepción hecha de la aleación PC-3 /ABS que presenta un alargamiento en tracción anormalmente alto comparado con otras aleaciones PC/ABS. Esto ciertamente es lo que cabe esperar, lo que sorprende es la cuantía del efecto.

Tabla 3.- Propiedades en tracción y flexión para aleaciones PC/ABS = 65/35 con PC de diferentes pesos moleculares (diferente MFI) que se citan.

PROPIEDADES	Tipos (MFI) del PC utilizado en la aleación PC/ABS = 65/35				
	PC3	PC6	PC10	PC15	PC20
- TRACCION					
• Módulo (MPa)	1880,0	1880,0	1840,0	1850,0	1870,0
• Resistencia (MPa)	62,6	60,3	59,2	63,6	61,8
• Alargamiento (%)	88,0	33,0	31,0	35,1	26,0
- FLEXION					
• Módulo (MPa)	2050,0	2190,0	2020,0	2020,0	2170,0
• Resistencia (MPa)	88,0	91,2	89,1	84,0	89,0

3.4*.- Efecto del porcentaje de butadieno (a dos niveles) en el ABS sobre las propiedades de la aleación PC/ABS = 65/35.*

Como ya se ha indicado, un aumento en el porcentaje de ABS en la aleación PC/ABS disminuye la viscosidad y por tanto mejora las condiciones de procesado. Sin embargo un aumento en el porcentaje del butadieno en el ABS conduce a un aumento de la viscosidad, tanto del propio ABS como de las aleaciones de las que forma parte.

En la Tabla 4 se presentan los valores de las temperaturas de transición vítrea (Tg) para aleaciones PC/ABS de composiciones variables en ABS, pero que incorporan unos ABS con dos niveles diferentes de polibutadieno (concretamente 20% y 30% respectivamente), que se citan con la cifra que acompaña ABS en la Tabla 4 siguiente.

Tabla 4.- Valores de Tg en aleaciones PC/ABS conteniendo diferentes porcentajes de polibutadieno (PB) en el ABS.

Composición de la aleación PC/ABS-30	**Transiciones detectadas DMTA (ºC)**		
	Tg (PC)	**Tg (SAN)**	**Tg (PB)**
100/0	142,1	---	---
90/10	140,0	113,1	-72,0
80/20	139,1	115,1	-75,0
70/30	137,6	---	---
60/40	135,2	108,0	-79,1
0/100	---	105,2	- 84,1
Composición de la aleación PC/ABS-20			
85/15	140,2	115,.3	- 76,8
80/20	---	---	---
70/30	139,1	113,1	- 77,2
40/60	138,3	107,2	- 79,1
0/100	---	105,2	- 84,1

Como puede verse en la Tabla 4 la Tg correspondiente a la fase rica en PC disminuye al aumentar el porcentaje de ABS (para los dos tipos de ABS estudiados con 20% y 30% PB respectivamente) como consecuencia de la solubilización mutua. También la Tg correspondiente a la fase rica en SAN parece muy sensible a la composición de la aleación. De manera análoga, también parece haber una disminución sistemática en la Tg correspondiente al polibutadieno de las aleaciones del PC con los ABS-30 y del ABS-20 al aumentar el porcentaje del ABS en la formulación, lo que confirma el efecto que produce la solubilización mutua ya citada.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el soporte económico del MEC a través de MAT2006-13313-CO2-02 y de la UPV-EHU a través del programa de ayudas a grupos de investigación GIU05/34

REFERENCIAS

[1]Kim,B,J,;Choi,C.H.;Xie,X.M.; J.Macromol.n Sci. Physics B35(5), 829-841 (1996)

[2] .Huang,J.Ch.; Wang,M.S.; Advances in Polymer Technology, 9(4), 293-9 (1998)

[3] Patel,N.; G.E.Co Patent USXXAM US6231788B1 20010515 (2001)

[4] Becker,H.G.; Schmidt-Naake,G.; Chemie Ingenieur Technik, 75(7), 900-905 (2003)

[5] Jin,D.W.; Shon,K.H.; Jeong, H.M.; Kim, B.K.; J.Applied Polymer Sci. 69(3), 533(1988)

[6] Huang,X.; Tian,D.; Gao,W.; Fudan Xuebao, 34(5), 501-509 (1998)

[7] Scott,C.; Macosko,C.; "Model experiments for the interfacial reaction between polymers during reactive polymer blending" J.Polym.Sci, vol.XXXII, 2, 205-214 (1994)

[8] Sundaraj,U.; Macosko,C.; Ronaldo,R.J.; Chan,H.T.; "Morphology development in polymer blends" Polymer Engineering and Science, vol.XXXII, 24, 1814-1823 (1992)

[9] Halder,R.S.; Josmi,M.; Misra,A.; "Morphological studies on the blends of poly(buthylene terephthalate) and bisphenol-A polycarbonate " J. Of Applied Polymer Sci., vol XXXIX, 6, 1251-1264 (1990)

[10] Wu,J.S.; Shen,S.C.; Chang,F.C.; "Effect to rubber content in acrylonitrile-butadiene-styrene and additional rubber on the polymer blends of polycarbonate and acrylonitrile-butadiene-styrene". Polymer Journal, vol.XXVI, 1, 33-42 (1994)

[11]Valea,A.; Mondragón,I.; González,M.L.; " Propiedades de una aleación de PC/ABS en función de las condiciones de procesado". Proceed. VIII Congreso Nal. de Materiales (2004)

CONTROL DEL PROCESO DE CURADO DE RESINAS FURÁNICAS PARA USO COMO MATERIALES DE INGENIERÍA

M.L. González; J.C. Miguez; FJ. Juanes; B.González, A. Valea.

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente, Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial, U.P.V.- E.H.U.
Plaza de la Casilla, 3, 48012 Bilbao
[1] e-mail: angel.valea@ehu.es

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es conocer el proceso de curado de las resinas furánicas con el fin de controlar las variables que van a determinar las propiedades mecánicas, térmicas y de diseño que permitan reproducir el producto final. Este producto final, procedente de fuentes renovables se comparará con materiales termoestables más convencionales procedentes del petróleo. El alcance del trabajo se referirá a dos tipos de resinas furánicas de diferente viscosidad inicial, 447 mPa.s y 20640 mPa.s, lo que implica diferentes masas moleculares promedio y distintas funcionalidades, entre otras propiedades. Como catalizadores se han empleado diferentes disoluciones acuosas de ácidos de Lewis. Se han llevado a cabo ensayos dinámicos con diferentes programas para analizar la influencia de los diferentes factores sobre el proceso de curado. Simultáneamente se han realizado estudios TGA para control de los volátiles eliminados durante el proceso.

ABSTRACT

The objective of this work was to study the curing process of furanic resins in order to control the variables that determined the mechanical, thermal and design properties of the final product. This product, obtained from renewable sources, was compared with other thermoset materials that are more conventional and that are obtained from petroleum. The aim of this work was to study two kinds of furanic resins with different initial viscosities, 447 mPa·s and 20,640 mPa·s, and with different average molecular masses and different functionalities. Some aqueous solutions of Lewis acids were used as catalysts. Dinamic tests with different programs were carried out to analyse the influence of various factors on the curing process. Simultaneously, TGA studies were performed to control the volatile substances removed during the process.

PALABRAS CLAVE: Furánicas, Proceso de curado, materias primas renovables

1. INTRODUCCIÓN

La gran cantidad de residuos vegetales que se generan podrían representar una fuente de materias primas renovables, como alternativa al petróleo en la elaboración de materiales plásticos. En particular la hemicelulosa constituye una fuente importante de monómeros tales como el alcohol furfurílico ó el furfural. La polimerización de estos monómeros, en presencia de un catalizador ácido en condiciones adecuadas da lugar a un prepolímero de cadena lineal y de bajo peso molecular, que se comercializa con el nombre de resinas furánicas. Posteriormente en la etapa de procesado se adiciona un agente de curado y en las condiciones adecuadas se transforma en un material termoestable.

Durante el proceso de curado existen dos puntos que modifican el progreso de la reacción, uno es el punto de gel y otro el punto de vitrificación. En cualquiera de ellos, el brusco aumento de la viscosidad impide la movilidad molecular y el proceso de curado pasa a depender de fenómenos difusionales. Las propiedades mecánicas y térmicas del material moldeado dependerán del control cinético del proceso de curado.

La solidificación de la resina furánica, durante el proceso de curado en medio ácido, ocurre preferentemente por reacciones de condensación del grupo metilol de una cadena con el metileno de otra. Aunque a elevadas temperaturas existe en la bibliografía constancia de que también pueden ocurrir reacciones de cicloadición de Diels Alder [1] que contribuyen al entrecruzamiento de las cadenas. Cada vez que se forma

un nuevo enlace por reacción de condensación se libera una molécula de agua que es necesario eliminar del medio de reacción, de lo contrario el material obtenido presentará muchas burbujas y, por consiguiente malas y poco reproducibles propiedades mecánicas, lo que limita de forma importante las posibles aplicaciones del material.

El objetivo de este trabajo es conocer el proceso de curado de las resinas furánicas con el fin de controlar las variables que van a determinar las propiedades mecánicas, térmicas y de diseño que permitan reproducir el producto final. En concreto se ha estudiado el efecto de diferentes parámetros tales como, el tipo de catalizador y la formulación del sistema reactivo sobre la cinética del proceso de curado de la resina furánica con el fin de optimizar los valores de los parámetros del proceso que permitan obtener un material de propiedades comparables a los materiales termoestables convencionales. El estudio cinético se ha realizado a través de las curvas DSC obtenidas con diferentes programas de calentamiento utilizando en modelo de cinética libre, que permite obviar la complejidad de los mecanismos implicados en el proceso de curado.

Con el fin de completar el conocimiento del comportamiento del sistema durante el proceso de curado, se han realizado simultáneamente análisis termogravimétricos (TGA), que nos permitirá cuantificar el porcentaje de pérdida de volátiles durante el proceso de curado, de entre ellos el de mayor proporción es el agua que, como antes se ha indicado, es difícil de eliminar de la masa de reacción y perjudica notablemente las propiedades mecánicas y dimensionales del material moldeado.

Con la información obtenida se persigue optimizar las condiciones de procesado de estas resina para obtener un material monolítico con propiedades mecánicas comparables a los termoestables convencionales.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El alcance del trabajo se referirá a dos tipos de resinas furánicas de diferente viscosidad inicial, 447 mPa.s y 20640 mPa.s, lo que implica diferentes masas moleculares promedio y distintas funcionalidades, entre otras propiedades. Estas resinas han sido suministradas por Transfurans Chem. y se denominarán Biorrez y Biorrez cat, llevando esta última incorporado un catalizador de alta temperatura.

Se han utilizado diferentes tipos de catalizadores ácidos de Lewis en disolución acuosa: ácido p-toluensufónico 65% (PTS), un ácido sulfónico 3 M (S), ácido maleico 3M (M). También se ha estudiado el efecto de otros dos tipos de catalizadores en estado líquido: el anhidrido acético (anh.ac) y el ácido acrílico (ac acr). El mezclado con la resina se ha realizado por agitación mecánica. Las mezclas reactivas estudiadas se reflejan en la tabla 1. Todas las muestras preparadas se han mantenido a -18ºC antes de los ensayos calorimétricos.

Tabla 1. Formulación de las muestras estudiadas

Muestra	Catalizador	Comp (phr)
Biorrez .PTS 1%	PTS	1
Biorrez .PTS 2%	PTS	2
Biorrez .PTS 3%	PTS	3
Biorrez M 3%	M	3
Biorrez S 3%	S	3
Biorrez cat anh ac 10%	anh. acetico	10
Biorrez cat ac.acr 10%	ac. acrilico	10

Para llevar a cabo el estudio cinético utilizando el método isoconversional, se han realizado, para cada sistema reactivo, cuatro ensayos dinámicos con el calorímetro diferencial de barrido METTLER bajo atmósfera de Nitrógeno. Las cápsulas utilizadas han sido de acero de media presión y las muestras de 5-10 mg. Los ensayos dinámicos se han llevado a cabo a 2, 5, 10 y 20 ºC/min en el rango de 10 a 300ºC. El estudio cinético se ha realizado con el programa STAR se METTLER.

Los análisis TGA se han realizado con un equipo TGA de Mettler, utilizando capsulas de alúmina con tapa porosa. Las mezclas reactivas se han sometido a calentamiento dinámico desde 30ºC hasta 800ºC a una velocidad de 10ºC/min.

Para moldear las placas se ha utilizado un molde horizontal colocando la resina entre dos placas de vidrio de espesor controlado.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para analizar el efecto del tipo y cantidad de catalizador sobre la reactividad de la resina se han realizado ensayos DSC dinámicos, a 10ºC/min, sobre las muestras formuladas. Los resultados deducidos de las curvas DSC se reflejan en la tabla 2:

Tabla 2. Resultados de las curvas DSC

Muestra	Tmax (ºC)	Δh_r (J/g)
Biorrez .PTS 1%	117	31
Biorrez .PTS 2%	107	37
Biorrez .PTS 3%	104	57
Biorrez S 3%	105	194
Biorrez M 3%	104	242
Biorrez cat anh ac 10%	133	170
Biorrez cat ac.acr 10%	145	257
Biorrez cat **	162	292

**estudiado en otro trabajo [2]

La temperatura del máximo del pico de reacción se observa que depende del tipo de resina, siendo las de mayor viscosidad (Biorrez cat) la que presenta mayor temperatura. Este desplazamiento del pico puede

deberse a cambios en el mecanismo de reacción, derivado del diferente tamaño molecular de las cadenas activas que existe en ambos tipos de resinas. En las tres primeras muestras la entalpía es muy pequeña lo que podría deberse a que la concentración de protones no ha sido suficiente para completar el proceso de curado.

Las muestras formuladas con ácido maleico y ácido acrílico presentan los valores más altos de la entalpía de reacción. Este aumento podría justificarse por el aumento en el número de grupos funcionales que aportan estos ácidos capaces de reaccionar con los grupos –OH de la propia resina furánica. . Estos hechos conllevarían a una modificación estructural de la resina furánica.

3.1.- Estudio cinético del proceso de curado

A través del análisis cinético de las cuatro curvas DSC obtenidas sometiendo a las muestras a diferentes programas de temperaturas y utilizando el programa STAR de Mettler, basado en el método de cinética libre de Vyazovkin [3], se han calculado las curvas conversión – tiempo para las formulaciones estudiadas.

En la figura 1 se representa la variación de la Energía de activación aparente con la conversión durante el proceso de curado para las formulaciones Biorrez S 3% y Biorrez M 3%, formuladas con la resina de menor viscosidad.

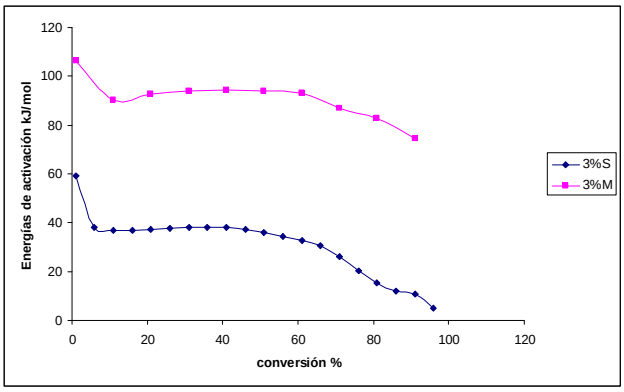


Figura 1. Curvas de la variación de la Energía de activación con la conversión para los sistemas Biorrez 3% S y Biorrez 3%M

En la figura 1 puede observarse que la forma de las curvas de la variación de la Ea con la conversión es similar en ambos casos, aunque para la Biorrez 3% S ocurre con Energía de activación más baja en todo el intervalo. El mayor valor en la energía de activación cuando se utiliza el ácido maleico evidencia un cambio en el mecanismo cinético. La siguiente observación de interés es que, en ambos casos, alrededor del 60% de conversión la Ea desciende. Este descenso es habitual en este tipo de resinas y se asocia a un cambio en el mecanismo limitante del proceso que, debido al brusco aumento en la viscosidad que ocurre en el punto de gel, pasa de ser controlado por mecanismos difusionales.

En la figura 2 se representan las curvas teóricas conversionales obtenidas a través del modelo de cinética libre.

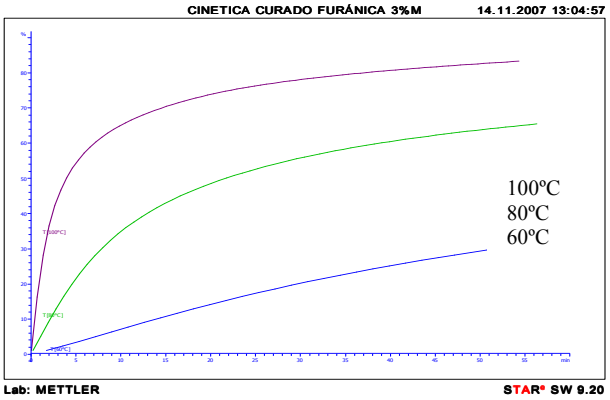


Figura 2. Curvas conversión- tiempo deducidas utilizando el modelo de cinética libre para el sistema Biorrez 3% M

En las curvas teóricas obtenidas puede observarse que a las temperaturas más bajas, en este caso 30ºC, 60ºC y 80ºC, la conversión no alcanza al 100%. Esto ocurre porque la resina alcanza su Tg y pasa a estado vítreo, donde la movilidad es nula y la reacción se para. De forma que sólo a temperaturas de procesado superiores a 100ºC se consiguiría el curado completo.

Para obtener las curvas conversión-tiempo experimentales a diferentes temperaturas se han realizado ensayos isotermos. En la figura 3 se representan las curvas DSC obtenidas y las conversiones calculadas.

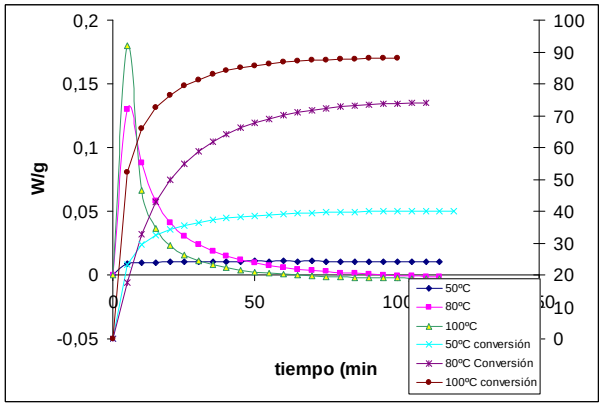


Figura 3. Curvas DSC de ensayos isotermos a 50ºC, 80ºC y 100ºC y curvas conversión- tiempo calculadas para el sistemas Biorrez 3%M.

Las curvas conversión –tiempo derivadas de las curvas DSC isotermas confirman los resultados teóricos y nos permiten calcular los puntos de vitrificación. En este caso durante el curado a 50ºC la resina vitrifica cuando alcanza una conversión de 40% y a 80ºC cuando la conversión llega al 75%.

Las curvas isoconversionales permiten optimizar la temperatura del proceso en función del tiempo de manipulación, siendo este el tiempo que se alcanza el punto de gel (60%). En la figura 4 se representan las curvas isoconversionales (60%) deducidas para los dos sistemas formulados con la resina de menor viscosidad.

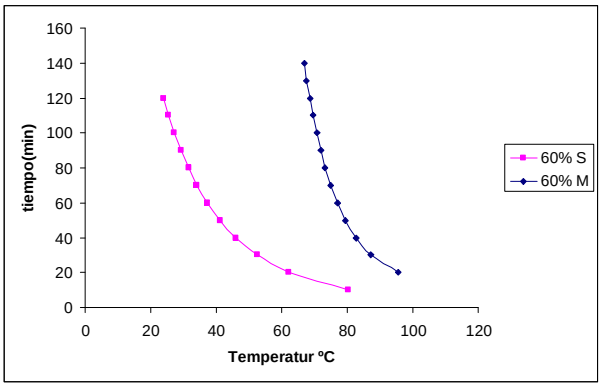


Figura 4. Curvas isoconversionales (60%) deducidas utilizando el modelo de cinética libre para los sistemas Biorrez 3% M y Biorrez 3% S.

Durante el proceso de curado ya se ha mencionado que se desprende agua como producto de reacción y la propia resina y el catalizador contienen agua. Si el proceso de curado se lleva a cabo a temperaturas superiores a 100ºC la solidificación de la resina es demasiado rápida y la eliminación del agua es complicada. Por ello se ha estimado que es conveniente realizar el curado a través de un ciclo combinado. En una primera etapa se realiza un curado parcial a 60ºC y en una segunda etapa se completa el curado a temperatura superior de 100ºC.

Para los otros sistemas formulados con la resina de mayor viscosidad (Biorrez cat) se ha llevado a cabo un estudio cinético similar. En primer lugar se han determinado las curvas de variación de la Energía de activación con la conversión y se han obtenido las curvas de las figura 5.

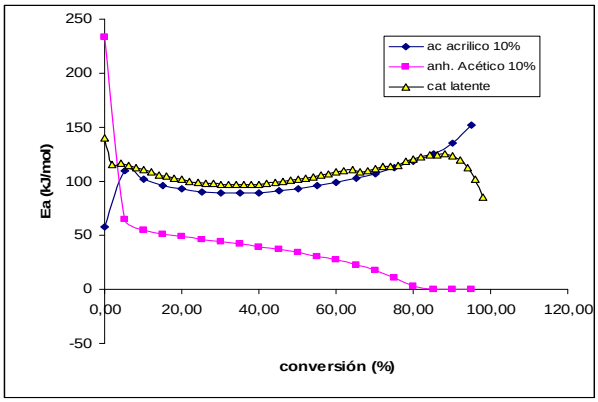


Figura 5. Curvas de variación de la energía de activación con el grado de conversión para los sistemas formulados con la resina Biorrez cat.

En primer lugar se puede observar que los valores de la energía de activación son mayores que en los sistemas formulados con la resina de menor viscosidad, lo que vuelve a evidenciar el cambio de mecanismos de reacción que supone el aumento en el tamaño de las cadenas de las especies activas.

En la figura 6 se representan las curvas conversión – tiempo a varias temperaturas para el sistema formulado con ácido acrílico.

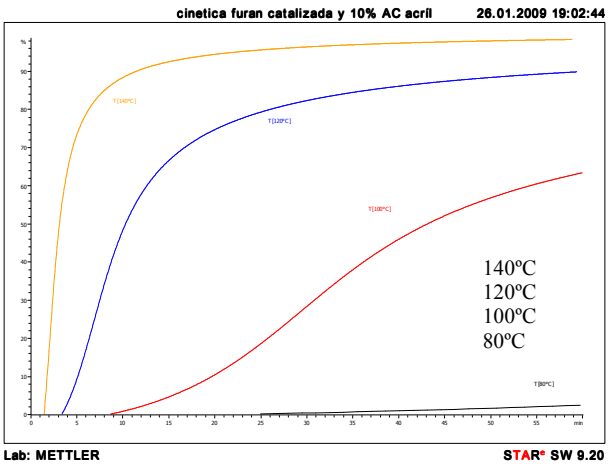


Figura 6. Curvas conversión- tiempo deducidas utilizando el modelo de cinética libre para el sistema Biorrez cat ac.acr 10%

Si se comparan los resultados de la figura 6 con los de la figura 2, puede deducirse que el ácido acrílico, no presenta conversión apreciable hasta temperaturas superiores a 80ºC.

La incorporación de los catalizadores externos a la resina catalizada (Biorrez cat) permite disminuir ligeramente la temperatura de procesado. Se espera que el catalizador externo actúe en el primer ciclo de curado, que permita la liberación del agua, y en la segunda etapa a (> 140ºC) intervendrá el catalizador latente para completar el curado.

3.2.- Análisis Termogravimétricos del proceso de curado

Una vez obtenidas las curvas TGA se ha centrado el estudio en el intervalo de temperaturas en el que ocurre el proceso de curado. En la figura 7 se representan sobre la misma gráfica las curvas DSC y TGA.

En la figura 7 puede observarse que durante el proceso de curado se pierde un 18% de la volátiles. En los sistemas formulados con la resina Biorrez de baja viscosidad la pérdida de masa es aún mayor. En la figura 8 se representan las curvas TGA y DTGA para los dos sistemas Biorrez cat 10% anh.ac y Biorrez cat 10% ac.acr.

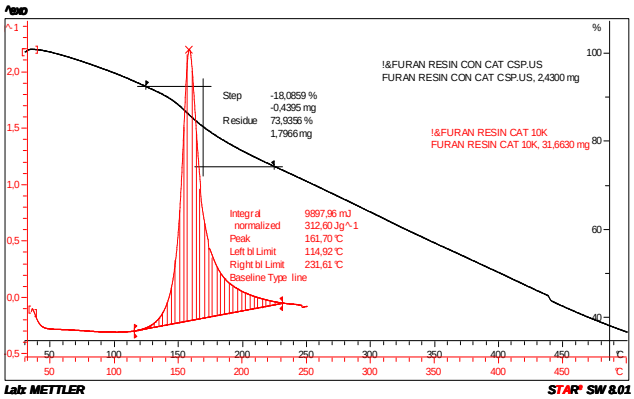


Figura 7. Curvas de variación de la energía de activación con el grado de conversión para los sistemas formulados con la resina Biorrez cat.

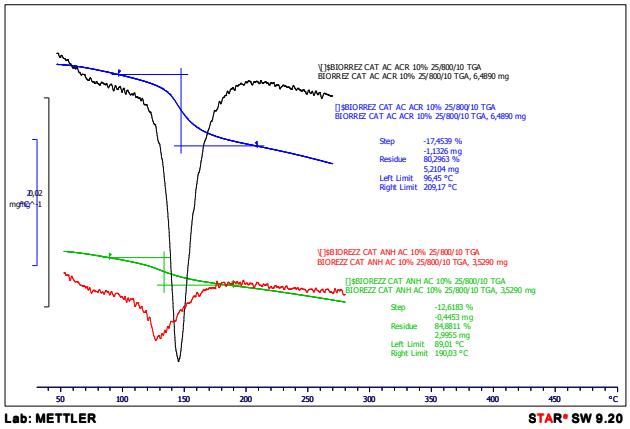


Figura 8: Curvas TGA y DTGA de los ensayos dinámicos a 10ºC/min para los sistemas Biorrez cat 10% anh.ac y Biorrez cat.10% ac.acr.

La utilización de ácido acrílico no modifica la cantidad de volátiles liberados, sin embargo, el anhídrido acético disminuye al 12% la pérdida de volátiles, posiblemente por la reacción del anhídrido acético con el agua para originar el ácido.

3.3.- Placas moldeadas

Antes de adicionar el catalizador se ha procedido a eliminar parte del agua presente del medio de reacción. Una vez adicionado el catalizador y homogeneizada la muestra se introduce la masa en el molde y se le someto al ciclo combinado de procesado optimizado en base a los resultados cinéticos.

En las placas moldeadas siguen apareciendo burbujas, la contracción de la pieza dentro del molde es considerable y una vez desmoldeada se observan muchas tensiones que llegan incluso a producir grietas en el material. Consecuencia de la alta fragilidad del material obtenido. Se han observado mejores propiedades en el material curado en presencia de sustancias que puedan modificar estructuralmente la resina (acido acrílico, ácido maleico). En este sentido se presentará otro trabajo ( ) para confirmar este hecho.

4. CONCLUSIONES

Cuando se utiliza la resina de menor viscosidad el proceso de curado puede llevarse a cabo a temperaturas más bajas, siguiendo un ciclo combinado. En la primera parte es necesario eliminar parte del agua.

El modelo de cinética libre de Vyazovkin permite determinar las condiciones de procesado adecuadas para cada sistema resina/catalizador.

El agua presente en el medio de reacción y la dificultad en su eliminación durante el proceso de curado complica la aplicación directa de las condiciones optimizadas a través del estudio cinético. Es necesaria una posterior optimización teniendo en cuenta la forma del molde y de la masa de la resina a través de la cual debe difundirse.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecen a la Universidad del País Vasco UPV/EHU y al Ministerio de Educación y Ciencia M.E.C sus ayuda para el desarrollo del presente trabajo a través de dos Proyectos I+D+i : UNESCO07/03 y MAT2006-13313-CO2-02, y a Transfurans por suministro de resina.

REFERENCIAS

[1] Nathanael Guigo, Alice Mija, Luc Vincent and Nicolas Sbirrazzuoli. Phys. Chem. Chem.Phys, 2007, 9, 5359-5366.

[2] M.L. González, F.J. Juanes, I. Mondragón, A. Valea. X *Congreso Nacional de Materiales 2008 Donostia-San Sebastian, Vol II, 817-820*

[3] S. Vyazovkiin. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 83 2006, 1, 45-51.

EFECTOS DE LA ADICIÓN DE COMPATIBILIZANTES Y CARGAS EN LA CRISTALINIDAD DE LA POLIAMIDA 6

B. González[1], A. Valea, M.L. González

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente, Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial, U.P.V.-E.H.U., Plaza de la Casilla 3,
48012 Bilbao, España
[1]E-mail: beatriz.gonzalez@ehu.es

RESUMEN

Las mezclas físicas de polipropileno (PP) y poliamida (PA) han recibido mucha atención debido a que combinan las propiedades termodinámicas de la poliamida y la facilidad de procesado del polipropileno. Las poliamidas se caracterizan por unas buenas propiedades mecánicas y térmicas y propiedades especiales derivadas de la formación de puentes de hidrógeno entre las cadenas como la insolubilidad, la resistencia a los agresivos químicos, elevados puntos de fusión. Las mezclas de polímeros poliamida/polipropileno son inmiscibles debido a su diferente polaridad y morfología cristalina, lo que genera compuestos con bajas propiedades mecánicas, limitando así sus aplicaciones. Para lograr un material con propiedades mejoradas es necesario hacer las fases más compatibles utilizando un agente compatibilizante, el cuál generará mayor área interfacial y menor tamaño de grano de la fase dispersada lo que puede modificar el grado de cristalinidad de la misma. En este estudio se analizarán, mediante análisis DSC, la variación del grado de cristalinidad y el tipo de sistemas cristalinos de la poliamida 6 (PA6), a diferentes velocidades de enfriamiento, cuando se aumentan las áreas interfaciales entre ambos polímeros PA6/PP por adición de un compatibilizante y por la incorporación de microesferas de vidrio. Además se realizarán medidas de propiedades térmicas y mecánicas y se observarán las superficies de fractura a través de micrografías SEM para establecer la relación correspondiente y poder establecer en que condiciones se mejoran las propiedades del material.

ABSTRACT

The physical mixtures of polypropylene (PP) and polyamide (PA) have received much attention because they combine the thermodynamic properties of polyamide and the facility of processing of polypropylene. The polyamides characterize by good mechanical and thermal properties and special properties derived from the formation of hydrogen bridges between the chains like insolubility, the resistance to chemical agent and high melting points. The mixtures of polyamide/polypropylene are immiscible due to their different polarity and crystalline morphology, which generates compounds with low mechanical properties, thus limiting its applications. In order to obtain a material with improved properties it is necessary to make the phases most compatible using a compatibility agent, who will generate a major interface area and smaller grain size of the dispersed phase which can modify the crystalline degree of the polymer. In this study the variation of the crystalline degree and the type of crystal systems of polyamide 6 (PA6) will be analyzed, by means of analysis DSC, at different rates of cooling, when the interface areas between both polymers PA6/PP are increased by the addition of a compatible agent and the incorporation of microspheres of glass. In addition, the measures of thermal and mechanical properties will be realised and the surfaces of fracture will be observed through micrographs SEM to establish the corresponding relation and to be able to establish in which conditions could be improved the properties of the material.

PALABRAS CLAVE: Poliamida, cristalinidad, calorimetría

1. INTRODUCCIÓN

La mezcla de poliolefinas con plásticos ingenieriles ha sido de gran interés en la ingeniería de polímeros durante muchos años. De entre ellas, las mezclas físicas de polipropileno y poliamida han captado mucha atención 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 [6-8], 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 [8-10], el cual mejora la adhesión interfacial y la dispersión de fases y, a su vez, la introducción de microesferas de vidrio en el material va a conllevar una mejora en algunas propiedades mecánicas.

En numerosos estudios se ha demostrado que la microestructura, la estabilidad de fases y la adhesión interfacial influyen en gran medida en las propiedades de los compuestos poliméricos.

Las metodologías utilizadas con mayor frecuencia para el seguimiento y control del proceso de cristalización se basan fundamentalmente en la medida del grado de cristalinidad del sistema, bien en función de la temperatura, en el caso de una cristalización dinámica, es decir, utilizando velocidades de enfriamiento, o bien en función del tiempo, a temperatura constante, en el caso de una cristalización isoterma. En este sentido la calorimetría diferencial de barrido, DSC (Differential Scanning Calorimetry), ofrece una respuesta rápida y sensible a los cambios de cristalinidad del polímero.

La formación de una morfología cristalina necesita de dos procesos distintos: la nucleación cristalina y el crecimiento posterior. En la etapa de nucleación, la formación de estos núcleos puede tener lugar de forma espontánea, debido a variaciones estadísticas en el propio fundido, en cuyo caso la nucleación se denomina homogénea y la velocidad de nucleación es constante, o sobre la superficie de una estructura preexistente, ya sean restos de un catalizador, agentes nucleantes, cargas y fibras, en cuyo caso recibe el nombre de nucleación heterogénea, con velocidad variable. La nucleación heterogénea siempre tiene lugar, para un sistema dado, a subenfriamientos inferiores que la nucleación homogénea.

En la cristalización no isoterma, realizada en condiciones de un enfriamiento continuo del sistema, la dependencia entre la temperatura y el tiempo está descrita por la expresión:

$$T(t) = T_i - \Omega(t) \qquad (1)$$

donde T_i es la temperatura inicial del sistema, cumpliéndose que $T_i > T_m$, y $\Omega(t)$ es una función del tiempo, que en el caso más simple en el que la velocidad de enfriamiento, C, sea constante, se cumple que $\Omega(t) = Ct$ [11].

Uno de los hitos fundamentales en la cristalización de polímeros es la enorme dependencia de la velocidad de cristalización con la temperatura de cristalización, es decir, con el subenfriamiento.

A temperaturas de cristalización altas, es decir, a bajos subenfriamientos y, por lo tanto, a temperaturas próximas a las de fusión, el proceso de cristalización es muy lento. La velocidad de cristalización aumenta a medida que disminuye la temperatura de cristalización, hasta alcanzar un valor máximo, para volver a disminuir en la región de grandes subenfriamientos, a temperaturas próximas a la región de transición vítrea.

La velocidad global del proceso de cristalización está controlada por la competencia entre factores cinéticos y termodinámicos. A medida que la temperatura de cristalización disminuye, menor es la difusión de los segmentos moleculares hasta las caras crecientes del cristal, al mismo tiempo que también disminuye la barrera de energía libre necesaria para la formación de un núcleo estable. En otras palabras, los factores cinéticos tienden a disminuir la velocidad, mientras que los factores termodinámicos tienden a aumentarla.

En el caso de los agentes nucleantes, la metodología de la nucleación heterogénea es tecnológicamente muy importante, puesto que modifica no solo los parámetros cristalinos del sistema, sino también las propiedades mecánicas y ópticas, entre otras, del producto final. Aunque el objetivo fundamental es el aumento de temperatura de cristalización, en condiciones de cristalización dinámicas, en general, se desarrollan mayores niveles de cristalinidad y se obtienen superestructuras cristalinas más pequeñas debido al aumento de la densidad de nucleación.

La poliamida 6 muestra un polimorfismo en su estructura que contiene dos tipos de formas cristalinas estables: la monoclínica α y la monoclínica (o pseudohexagonal) γ, las cuales son muy sensibles a la hora de preparar las muestras.

Se ha demostrado además, que una estructura parcialmente desordenada de poliamida 6, la forma mesomórfica β, puede obtenerse mediante el enfriamiento de las muestras rápidamente desde el estado fundido, mientras que la forma cristalina α de la poliamida es como resultado de un enfriamiento lento desde el estado fundido [12].

Las estructuras polimórficas de la poliamida resultan de las diferentes disposiciones espaciales en el enlace de H entre el oxígeno en el grupo carbonilo de una cadena molecular de poliamida y el hidrógeno unido al nitrógeno de la cadena molecular de la poliamida vecina.

La forma cristalina γ de la poliamida se constituye por moléculas de poliamida adoptando la disposición del enlace de H en cadenas paralelas, mientras que las moléculas de poliamida en la forma cristalina

monoclínica α tienen la forma más estable, debido a que los enlaces de H están dispuestos en cadenas antiparalelas. La forma α es más estable que la γ porque los enlaces de H son más cortos. La tercera forma, la forma mesomórfica β, aunque es muy inestable también existe.

Se ha analizado el efecto de la morfología con la técnica de microscopia electrónica de barrido (SEM). También se ha realizado el estudio térmico de la cristalización de las mezclas en condiciones dinámicas mediante la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC), además de otras propiedades térmicas y mecánicas de las mezclas obtenidas, evaluando el efecto que produce la incorporación del compatibilizante (0,5-1,5%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 [13-14], y las microesferas de vidrio que proporcionan una rigidez adicional al sistema.

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 (PA6R) y PA6 (C206) de TECHNYL (PA6T). El polipropileno (PP) Isplen T5 utilizado para realizar las matrices es de REPSOL YPF. Como compatibilizantes para la elaboración de sistemas ternarios se ha empleado el G-3003, un tipo de funcionalizado con anhídrido maleico (AM) proporcionado por EASTMAN CHEMICAL Co. en concentraciones de 0,5 - 1,5% en peso sobre mezclas de polímeros de PA6/PP. Para la elaboración del sistema cuaternario, actuando como carga, se han utilizado microesferas de vidrio de FILLITE INC. Corp.

2.2. Procesado

Previo secado de la granza en una estufa de vacío a 70ºC durante 12 horas, se han preparado mezclas en una extrusora Davies Standard Co. [18], 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 ± 10ºC y 231,5 ± 3,5ºC) 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 $(1070\pm70)*10^5$ Pa y (277,5 ± 7,5)ºC, 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 microscopia 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/G3003.

2.4. Ensayos mecánicos

El módulo de tracción tanto para sistemas binarios, como compatibilizados y/o reforzados, se ha medido en una Máquina Universal de Ensayos Ibertest mod. ELIB 50W (cf. UNE 53023) a 5mm/min, con un extensómetro de 50 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 Jaume 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 ± 0,01 m, la velocidad de calentamiento del ensayo de 50 ºC/h.

2.6. Ensayos térmicos dinámicos

El grado de cristalinidad de cada uno de los polímeros se realizó con un equipo de calorimetría diferencial de barrido (DSC) modelo 822 proporcionado por Mettler Toledo con purga de Nitrógeno gaseoso y sistema de refrigeración por nitrógeno líquido. Los barridos se realizaron en dos pasos: en el primer paso se realizó un barrido de calentamiento desde 25 hasta 300ºC a una velocidad de 10ºC/min seguido de una etapa de enfriamiento de 300 a 0ºC a la misma velocidad. En el segundo paso de lleva a cabo solamente el calentamiento de la muestra a 10ºC/min. Así mismo, para las muestras de PA6 (R) y (T) se analiza el mismo proceso pero a diferentes velocidades de enfriamiento (5-10-20ºC/min).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este trabajo, se ha estudiado la relación existente entre el grado de cristalinidad de los polímeros formados y las propiedades mecánicas de los mismos al variar las cantidades de compatibilizante y carga. Así mismo, también se ha realizado un estudio del grado de cristalinidad de los mismos a diferentes velocidades de cristalización. Para ello se prepararon diversas mezclas variando la composición de poliamida y polipropileno

(100/0 – 60/40), así como el porcentaje de agente de compatibilización (G-3003) y la introducción en algunos compuestos de las microesferas de vidrio (Fillite).

3.1. Estudio térmico dinámico

Para llevar a cabo el estudio térmico dinámico de las muestras se utilizó un calorímetro diferencial de barrido en las condiciones anteriormente vistas. Se ha observado que cuando comparamos la cristalización del material a diferentes velocidades la forma cristalina monoclínica gamma (γ) se ve favorecida a altas velocidades de cristalización, tal como se observa en la figura 1.

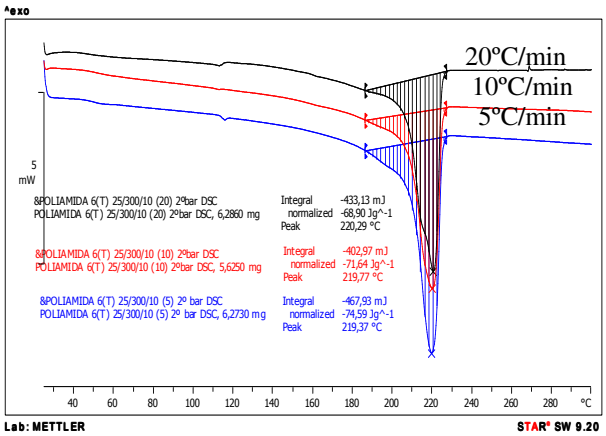


Figura 1. Análisis DSC de la poliamida 6(T). Segundo barrido una vez cristalizado a diferentes velocidades.

El predominio de la forma monoclínica γ de la poliamida 6 hace que el pico de fusión aparezca a temperaturas mayores. A su vez, el hecho de cristalizar a mayor o menor velocidad, implica que el pico de cristalización (figura 2) salga a menor o mayor temperatura, siendo esta diferencia de temperaturas bastante notable.

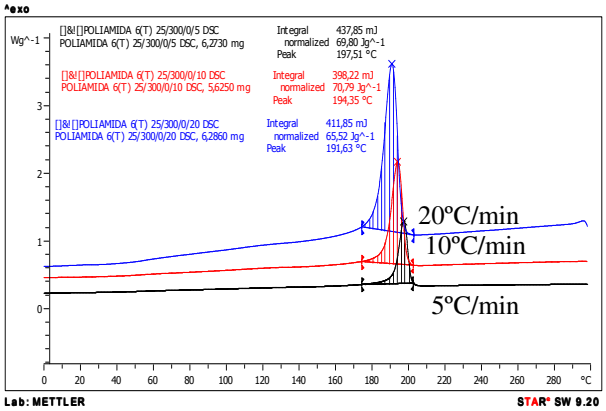


Figura 2. Análisis DSCde la poliamida 6(T). Cristalización a diferentes velocidades.

Si atendemos al grado de cristalización de las mezclas se observa cómo éste grado se ve disminuido a un 60% del inicial por el hecho de haber introducido el polipropileno. Así mismo, la introducción del compatibilizante provoca que el grado de cristalización disminuya a medida que aumentamos la cantidad de éste. Sin embargo, el fillite que se añade al sistema para aportarle rigidez nos crea un aumento de la cristalinidad del material (Tabla 1).

3.2. Estudio mecánico

En los ensayos mecánicos realizados se ven cómo se mejoran las propiedades mecánicas del material (Tabla 2). Hay un aumento del módulo de elasticidad al añadir el compatibilizante e incluso al aumentar la concentración del mismo. La adición de las microesferas de vidrio también mejora este valor.

La resistencia a rotura también se ve incrementada con la adición las microesferas de vidrio y el compatibilizante, aunque, si bien es cierto, alcanza valores inferiores a los obtenidos por la poliamida sola. Lo mismo ocurre con la resistencia a impacto Charpy.

Sin embargo, sí se ve incrementada la dureza Shore D con respecto de la poliamida inicial con la adición tanto del compatibilizante como de las microesferas, aunque se obtienen mejores resultados para los compuestos en los que no se han incorporado las microesferas de vidrio.

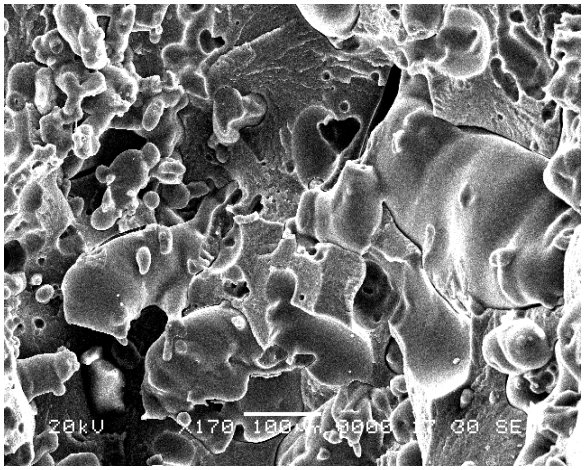
Todo esto nos lleva a pensar que la adición del compatibilizante (G-3003) aunque disminuye el grado de cristalización del polímero mejora sustancialmente las propiedades mecánicas del mismo, al disminuir la tensión interfacial entre el polipropileno y la poliamida. Por otra parte, la introducción de cargas en el sistema eleva el grado de cristalización y aumenta las mismas propiedades mecánicas.

3.3. Estudio morfológico

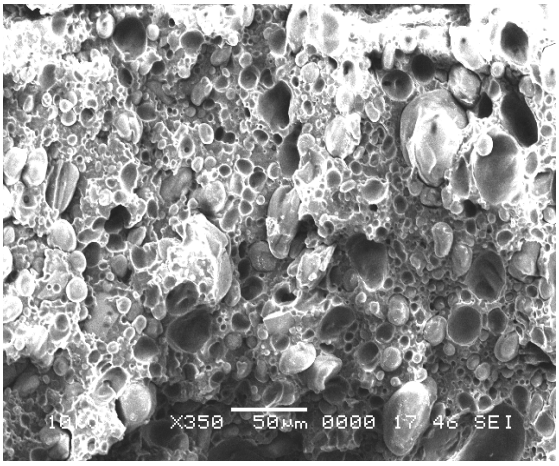
El estudio morfológico se ha llevado a cabo mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM).
En el caso de una mezcla inmiscible bifásica, procesada a partir del fundido en la que la morfología que predomina es la morfología del tipo dispersión en forma de gotas, el componente de menor concentración se dispersa en el seno de una matriz, en forma de gotas, constituida por el componente de mayor concentración consiguiéndose una mejora en las propiedades a impacto del material [15, 16]. Los parámetros fundamentales que determinan la morfología final de la mezcla son la composición, las propiedades reológicas de los componentes y las características de procesado [15-20].

Se aprecia con claridad en la figura 3 cómo el incremento de compatibilizante mejora la dispersión del polipropileno en la matriz.

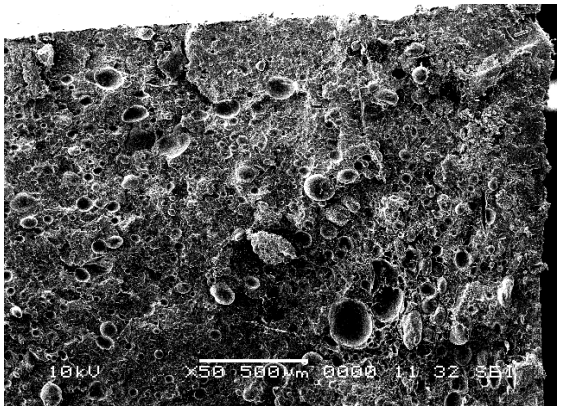
Sin embargo, al introducir en el sistema la carga, aparecen huecos, posiblemente debidos a las microesferas de vidrio, lo cual nos mostraría una incompatibilidad de nuestro sistema con las microesferas.



(a)



(c)



(b)

Figura 3. Análisis por SEM:
a) PA6/PP:60/40; b) PA6/PP/G-3003:60/40/1,5;
c) PA6/PP/G3003/Fillite:60/40/1,5/5

Tabla 1. Temperatura y entalpías de las curvas de fusión y cristalización, y grado de cristalinidad de las mezclas utilizadas.

ESPECIE	**% PA 6**	**T_m (ºC)**	**ΔH_{fus} ($J \cdot g^{-1}$)**	**T_c (ºC)**	**ΔH_{crist} ($J \cdot g^{-1}$)**	**X_{crist} (%)**
PA6 (T)	100	219,77	-71,64	194,35	70,79	31,15
PA6(R)	100	217,26	-61,26	170,87	65,30	26,63
PA6(T)/PP:60/40	60	215,80	-36,34	195,27	41,79	18,38
PA6(T)/PP/F:60/40/5	57,14	219,16	-30,91	194,75	43,85	19,29
PA6(R)/PP/G:60/40/0,5	59,70	217,60	-37,37	183,52	44,76	18,25
PA6(R)/PP/G:60/40/1,5	59,11	216,18	-33,72	184,16	42,48	17,32
PA6(T)/PP/G/F:60/40/1,5/5	56,33	219,15	-36,34	194,49	40,73	17,92

Tabla 2. Resultados de los ensayos mecánicos para las diferentes probetas.

PP (%)	**PA6 (%)**	**G-3003 (%)**	**Fillite (%)**	**Resistencia a rotura (MPa)**	**Módulo de elasticidad (MPa)**	**Alargamiento total (%)**	**Resistencia a impacto Charpy (J/m^2)**	**Dureza Shore D**
0	100(R)	0	0	43,76	704,5	185,75	52895,0	64,0
0	100(T)	0	0	39,08	865,9	51,71	49902,0	64,0
40	60(T)	0	0	13,72	1041,3	10,00	22772,8	68,9
40	60(R)	0,5	0	22,03	1667,0	5,2	24542,4	72,8
40	60(R)	1,5	0	27,11	3876,3	7,6	38255,6	73,1
40	60(T)	0	5	14,07	2006,7	15,07	7357,3	68,4
40	60(T)	1,5	5	23,72	4118,4	6,21	15316,7	72,1

4. CONCLUSIONES

La disminución del grado de cristalinidad de una mezcla polimérica inmiscible inicialmente (PA6/PP) no afecta en gran medida a las propiedades mecánicas del sistema, aunque, si su enfriamiento es muy rápido, va a dar lugar a que la temperatura de fusión se vea incrementada en un par de grados. Por otra parte, la adición de un compatibilizante, hace que la dispersión del polipropileno en la matriz mejore sustancialmente, y reduce algo la cristalización del material; no así ocurre con la carga, que provoca un aumento de la cristalinidad de la poliamida y un aumento notable en el módulo de elasticidad.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Universidad del País Vasco las ayudas proporcionadas al GRUPO DE INVESTIGACIÓN U.P.V.-E.H.U. 2005 GIU05/34 para el "Desarrollo de sistemas y condiciones de procesado con nuevas poliamidas y polilactamas".

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] Marco, C., *"Ciencia y tecnología de materiales poliméricos (Volumen I)"* 273-283 (2004)

[9] Silva, E.F.; Soares, B.G., *J. Appl. Polym. Sci.* **60**, 1687 (1996)

[10] Datta, R: Polk, M.B.; Kamar, S., *Polym. Plast. Technol. Eng.* **34(4)**, 551 (1995)

[11] Marco, C.; Gómez, M.A., *Ciencia y tecnología de materiales poliméricos (Volumen I)* , 176 (2004)

[12] Ho, J.C.; Wei, K.H., *Macromolecules*, 33, 5181-5186 (2000)

[13] 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).

[14] Salas, P.F.; Mondragón, I.; González, M.L.; Valea, A., *"Compatibilización y propiedades de las aleaciones PA6/PP"* IX Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos (2004).

[15] Paul, D.R.; Newman, S., *Polymer Blends* Vol. 1,2, Academic Press (1978)

[16] Seo, Y.; Hwang, S.S.; Kim, K.U., *Polymer* **34**, 1667 (1993)

[17] Favis, B.D.; Chalifoux, J.P., *Polym. Eng. Sci.* **27**, 1591 (1987); *Polymer* **29**, 1761 (1988); *J. Appl. Polym. Sci.* **39**, 285 (1990)

[18] Wu, S., *Polym. Eng. Sci*, **27**, 335 (1987)

[19] Utracki, L.A., *J. Rheol.* **35**, 1615 (1991)

[20] Wu, J.; He, J., *Appl. Polym. Sci.* **62**, 1445 (1996)

MEJORA DE LA TENACIDAD DE LAS RESINAS FURÁNICAS POR COPOLIMERIZACIÓN CON ε-CAPROLACTONA

[1]M.L González; F.J. Juanes; J.C. Miguez; B.González, I. Mondragón; A. Valea

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente, Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial, U.P.V.- E.H.U.
Plaza de la Casilla, 3, 48012 Bilbao
[1] e-mail: marialuz.gonzaleza@ehu.es

RESUMEN

Siguiendo criterios de sostenibilidad, existe un creciente interés en encontrar materias primas renovables como alternativa al petróleo para la síntesis de materiales plásticos y composites. Las resinas furánicas prepolímeros se obtienen a partir del furfurol, sintetizado a partir de residuos vegetales, y puede utilizarse como precursor para elaborar un material termoestable. Para mejorar las propiedades de dicho material se ha estudiado el efecto que tiene la adición de diferentes cantidades de ε-caprolactona. Ésta, en medio ácido, es capaz de reaccionar con la resina furánica, mediante apertura del anillo, introduciendo modificaciones estructurales en la resina que pueden mejorar la tenacidad del material elaborado. La modificación estructural producida se ha medido por espectroscopía FTIR y por reología, la reactividad y control cinético del proceso de curado por DSC. Dependiendo de la formulación de la mezcla y del tipo de catalizador, durante el proceso de curado podrían producirse diferentes modificaciones en las propiedades.

ABSTRACT

There is growing interest in the renewable raw materials for synthesis of plastics and composites, following the criteria of sustainability and as an alternative to the petroleum. The furanic prepolymer resins are obtained from the furfurol, which is synthesized from residues of plants, and can be used as a precursor to produce a thermoset material. The effect of adding of different amounts of caprolactone to improve the properties of this new material has been studied in this work. The caprolactone can react, in acid medium, with the furanic resin opening the ring and introducing structural changes in the resin that can improve the toughness of the material. The structural modifications has been measured by FTIR spectroscopy and by rheology, while the reactivity and the kinetic control of the curing process has been measured by DSC. The formulation of the mixture and the type of catalyst used during the curing process may involve different properties of the material.

PALABRAS CLAVE: Furánicas, caprolactona, modificación de propiedades

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, siguiendo criterios de sostenibilidad, existe un creciente interés en encontrar materias primas renovables como alternativa al petróleo para la síntesis de materiales plásticos y composites. A partir de la biomasa procedente de los residuos vegetales se obtiene el alcohol furfurílico que tiene la capacidad de homopolimerizar dando lugar a un material termoestable. Estos materiales termoestables resultan ser demasiado frágiles, lo que limita mucho sus posibles aplicaciones. Una vía para modificar estructuralmente la resina y dotarla de tenacidad, ha sido la incorporación de comonómeros con cadenas alifáticas que se interpongan entre los anillos furánicos, aportando flexibilidad al material.

En este trabajo se ha utilizado como comonómero la ε-caprolactona. Esta lactona consta de un anillo de 7 átomos de carbono y, en presencia de un catalizador ácido de Lewis, puede polimerizar por apertura del anillo dando lugar a la poli (ε-caprolactona), poliéster degradable frecuentemente utilizado en aplicaciones biomédicas y en materiales medioambientalmente amigables. Pero en presencia de grupos alcohol, la lactona puede reaccionar con el grupo alcohol protonado dando lugar a una especie activa intermedia que cambia el mecanismo de reacción [1]. Las lactonas en presencia de un grupo epoxi puede originar espirortoésteres (SOEs), compuestos bicíclicos que se usan frecuentemente para expandir los monómeros. La polimerización de los SOEs formados parece ser la

responsable de la baja contracción que sufre la resina epoxi después de la gelificación [2].

El objetivo que se pretende conseguir es que la caprolactona con la resina furánica de lugar a especies activas capaces de incorporarse en el proceso de curado de la resina. Y al igual que los SOEs en las resinas epoxi, la polimerización de estas especias activas intermedias consigan modificar estructuralmente la resina dotándola de una mayor flexibilidad que posibilite un mejor control del proceso de curado, facilitar la difusión del agua a través del material durante el curado y reducir la contracción después de la gelificación.

Durante el proceso de curado se prevé que pueden ocurrir diferentes tipos de reacción: (a) la polimerización de la resina furánica, (b) la reacción de la lactona con la resina furánica, c) la reacción entre las especies intermedias formadas, d) la reacción de la resina furánica con la especie intermedia y e) la polimerización de la caprolactona. El predominio de una sobre otras condicionará las propiedades térmicas y mecánicas del material elaborado y dependerá de las características de la resina y de la lactona utilizada, de la composición de la mezcla reactiva y de las condiciones del proceso, entre otras. El control de estos parámetros permitirá controlar el grado de modificación estructural de la resina y por tanto sus propiedades finales. Por ello, se han realizado estudios reológicos y cinéticos de las reacciones de curado de mezclas con diferentes relaciones resina furánica/ε-caprolactona. Se ha realizado el análisis termogravimétrico del proceso de curado de las diferentes formulaciones estudiadas. El cambio estructural que ocurre durante el proceso de curado para cada uno de los sistemas se ha realizado por análisis FTIR.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Se ha utilizado una resina furánica prepolímero (Furolite) suministrada por Transfurans Chem. de viscosidad inicial 20640 mPa.s, y la ε-caprolactona (E-CL) como comonómero. Como catalizadores se han utilizado: un catalizador (S) disuelto en agua y otro (TFE) soluble en la caprolactona. Una vez preparadas las mezclas se conservan a -18ºC hasta realizar los ensayos. Las composiciones de las mezclas reactivas estudiadas se reflejan en la tabla 1.

Tabla 1. Formulaciones de las muestras estudiadas

Muestra	Resina	E-CL	Catalizador
100/0	10.0	0.0	3% S
90/10	9.0	1.0	3% S
80/20	8.0	2.0	3% S
70/30	7.0	3.0	3% S
Sistema 1/1	6.0	4.0	1% TFE
Sistema 2/1	8,5	1,5	1% TFE

Técnicas Experimentales

Para analizar la evolución estructural de la resina durante el proceso de curado se ha realizado un curado isotermico a 60ºC y se han registrado los espectros FTIR a diferentes tiempos de curado. El espectrofotómetro utilizado ha sido un FTIR Spectrum 1000 de Perkin Elmer con una resolución de 8 cm^{-1} en el modo absorbancia y lleva acoplado un accesorio de reflexión total atenuada con un cristal de diamante (Golden Gate ATR de Teknokroma).

Las medidas DSC se han realizado en un DSC Mettler Toledo 821^e equipado con el software STAR. La evaluación cinética se ha realizado mediante el modelo de cinética libre de Vyazovkin [3]. Debido a la emisión de volátiles durante las reacciones de policondensación que ocurren durante el proceso de curado ha sido necesario utilizar cápsulas de acero de media presión. .

Para evaluar la emisión de volátiles durante el proceso de curado y la estabilidad térmica de las resinas se han realizado análisis TGA con un equipo de Mettler Toledo TGA/SDTA 851^e.

Las medidas reológicas se han realizado con un reómetro Haake VT 550 con accesorio PK 100 con calefacción y control de temperatura en el plato inferior.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Análisis FTIR

Para analizar la modificación estructural que sufre la resina por la introducción de la E-CL durante la reacción de polimerización, se han realizado los espectros FTIR de la ε-caprolactona y del material del sistema 80/20 a diferentes tiempos de curado a 60ºC. En la figura 1 se representan algunos de los espectros registrados.

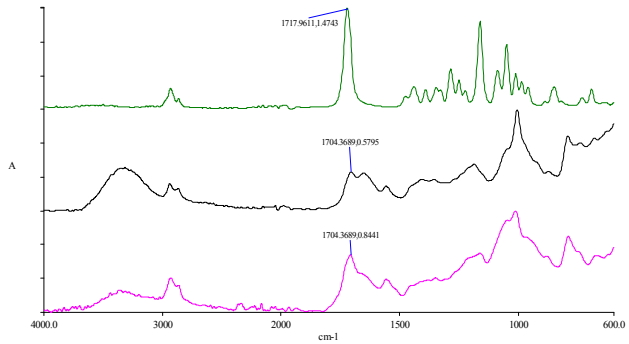


Figura 1: Espectros FTIR de la caprolactona (superior), y del sistema 80/20 en dos etapas del curado.

En la figura 1 puede verse que, en la caprolactona, aparece el pico (1720 cm^{-1}) asociado al grupo cetona del anillo. Sin embargo, en los espectros de la mezcla reactiva, se aprecia que el pico se ha desplazado a 1704 cm^{-1}que se asocia a la incorporación de la caprolactona

en el proceso de curado. La altura de este pico va aumentando a medida que prosigue la reacción de curado pudiéndose utilizar para la cuantificación del grado de conversión de la caprolactona mediante la normalización.

En la tabla 2 se reflejan los valores de absorción en los picos seleccionados para el material 80/20 y en la figura 2 se representa la evolución del mismo, que si cumple la ley de Lambert Beer puede relacionarse con la variación en el grado de incorporación de la lactona a la resina furánica durante el proceso de curado

Tabla 2: Valores de la absorción del sistema 80/20 en diferentes tiempos de curado

Tiempo	3345 cm^{-1}	1704 cm^{-1}	1007 cm^{-1}
0	0,6376	0,5745	1,4958
30 min	0,5153	0,7312	1,4897
60 min	0,3621	0,7574	1,4735
100 min	0,4574	0,8033	1,4728
140 min	0,3021	0,8856	1,4745

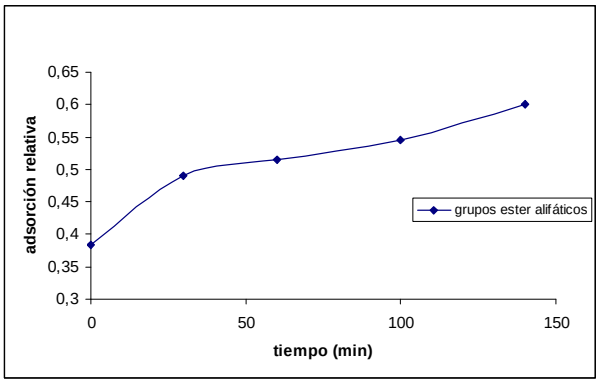


Figura 2: Velocidad de la aparición de grupos ester alifáticos a lo largo del proceso de curado para el sistema 80/20.

En la figura 2 puede observarse que el grado de incorporación de la caprolactona al material aumenta durante todo el proceso.

Análisis reológico

La incorporación de la caprolactona por apertura del anillo en el proceso de polimerización, incorpora cadenas alifáticas más largas que deben influir sobre el comportamiento reológico del material durante el proceso de curado. Se han obtenido las curvas de fluidez para los sistemas 100/0; 90/10; 80/20 y 70/30. El ensayo realizado consta de una primera rampa en la que se ha aumentado la velocidad de rotación de la placa desde 0 a 100 1/s durante 30 s y una segunda etapa en la que se ha mantenido a 100 1/s durante 600 s. Las curvas que se representan en la figura 3 corresponden sólo a la segunda etapa.

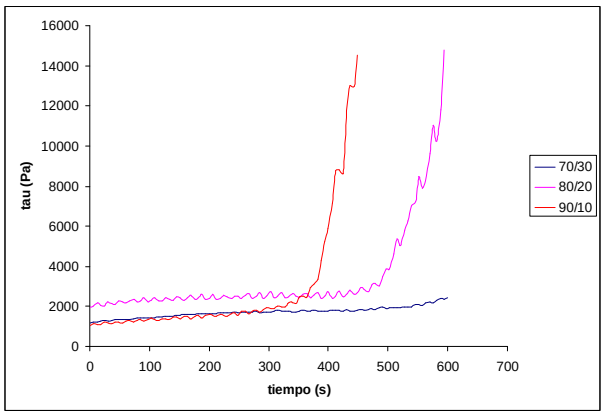


Figura 3: Curvas de tau = f(t) durante el proceso de curado a 70ºC para sistemas formulados con diferente contenido en caprolactona.

En la figura 3 puede observarse que a medida que aumenta el contenido en caprolactona aumenta el tiempo de gelificación., aprox 450 min, 550 min y > 600 min para los sistemas 90/10; 80/20 y 70/30 respectivamente.

Análisis DSC

En la figura 4 se representan las curvas DSC obtenidas para los tres sistemas 90/10, 80/20 y 70/30, formulado con diferentes contenidos en caprolactona.

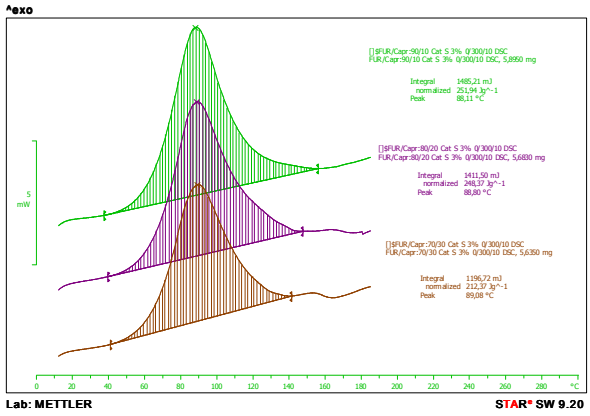


Figura 4: Curvas DSC obtenidas en ensayo dinámico a 10ºC/min para los sistemas 90/10; 80/20 y 70/30.

En las curvas DSC de los tres sistemas analizados se observa que la temperatura del máximo del pico (90ºC) no se ve prácticamente afectada por el aumento en el contenido de la caprolactona, sin embargo, si se detectan diferencias en las entalpías de reacción, sobre todo en la de mayor contenido en caprolactona que sufre un importante descenso. Teniendo en cuenta los diferentes tipos de reacción que pueden estar implicados, y que se han mencionado en la introducción, este descenso en la entalpía de reacción puede deberse a la mayor contribución de uno de ellos sobre otros. Cabe destacar que en la curva con mayor contenido en caprolactona

aparece un pequeño pico exotérmico a temperaturas mayores.

Uno de estos tipos de reacción es la polimerización de la caprolactona por reacción consigo misma. Para analizar la probabilidad de que ocurra este evento se ha sometido a la caprolactona pura, a dos ensayos dinámicos a 10ºC/min consecutivos. Las dos curvas DSC obtenidas se representan en la figura 5.

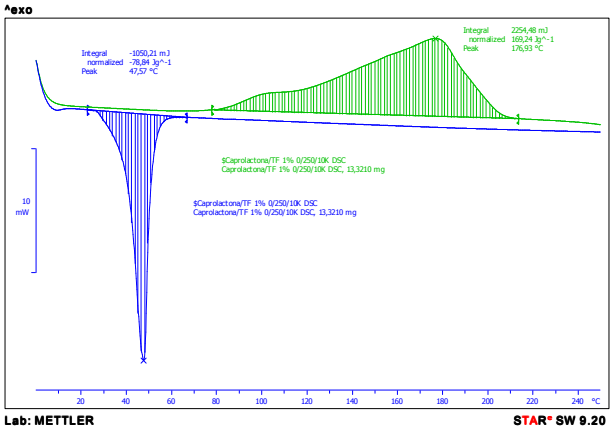


Figura 5: Curvas DSC de la ε-caprolactona en dos barridos dinámicos consecutivos.

En el primer barrido la ε-caprolactona sufre reacción química mediante un proceso exotérmico cuyo máximo aparece a 170ºC, temperatura muy superior a la que aparece el pico máximo en las mezclas reactivas estudiadas (90ºC), lo que en principio induciría a minimizar la probabilidad de que ocurra este evento. En el segundo barrido aparece un pico endotérmico debido a la fusión del polímero formado. En el caso de formarse este material termoplástico durante el proceso de curado podría actuar como plastificante modificando las propiedades mecánicas, reológicas y térmicas de la resina y podrá detectarse su presencia a través de un barrido DSC dinámica del material curado.

Efecto sobre la cinética del proceso

El estudio cinético se ha realizado sobre los sistemas 2/1 y 1/1 formulados con el catalizador TFE soluble en la caprolactona y cuyas composiciones se han reflejado en la tabla 1. Cabe destacar que para el sistema 1/1 (con 40% de caprolactona) se han obtenido curvas DSC con dos picos exotérmicos a 160ºC y 280ºC respectivamente, según aparece en la figura 6.

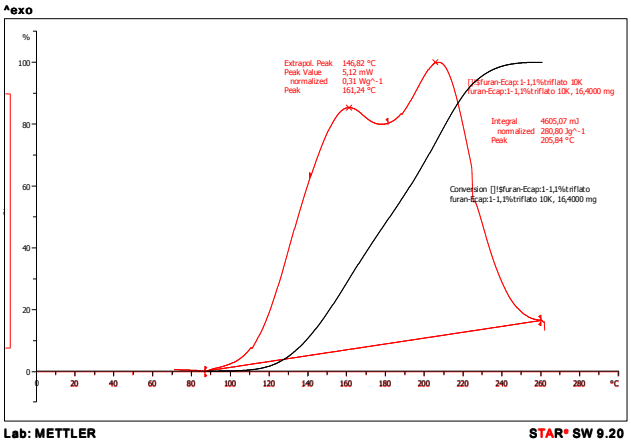


Figura 6: Curva DSC para el sistema 1/1 y TFE como catalizador para un ensayo dinámico a 10ºC/min.

El estudio cinético de ambos sistemas el 1/1 y 1/2 se han realizado a través del modelo de cinética libre de Vyazovkin a través de tres curvas DSC obtenidas con diferentes programas de temperatura para cada uno de las mezclas reactivas. En la figura 7 se representa la variación de la energía de activación aparente con la conversión.

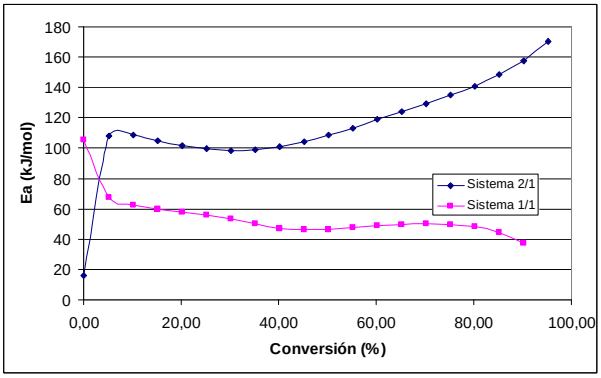
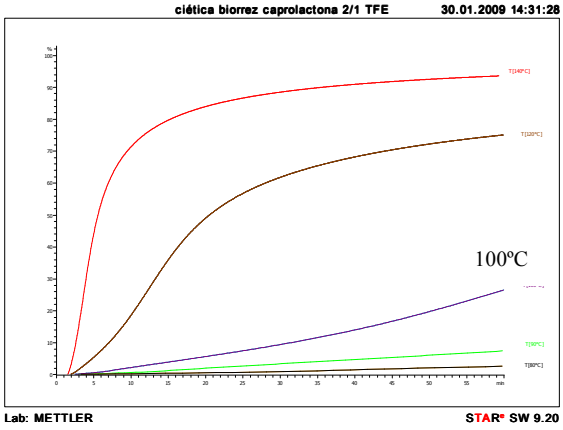
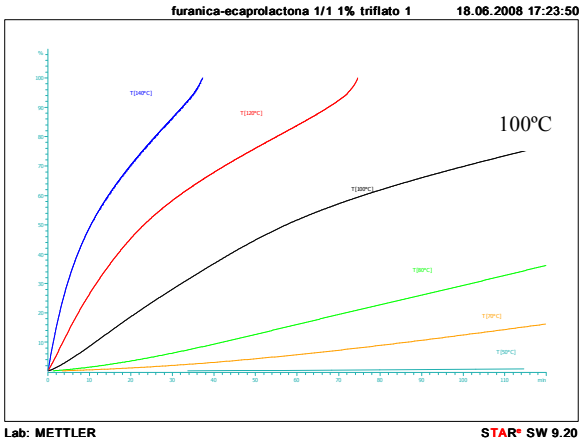


Figura 7: Variación de la Energía de activación con la conversión calculada a través de un método isoconversional para los sistemas 2/1 y1/2.

En la figura 7 puede apreciarse que el aumento en el contenido de caprolactona afecta no sólo al valor de la Energía de activación sino a la forma de la curva de variación de la misma con la conversión. Lo que evidencia que, a medida que cambia la relación resina/caprolactona, se producen cambios en los mecanismos de reacción prevaleciendo unos tipos de reacción sobre otros.

Utilizando el modelo de cinética libre se han obtenido las curvas teóricas de conversión – tiempo para los dos sistemas estudiados y se reflejan en las figuras 8 y 9.





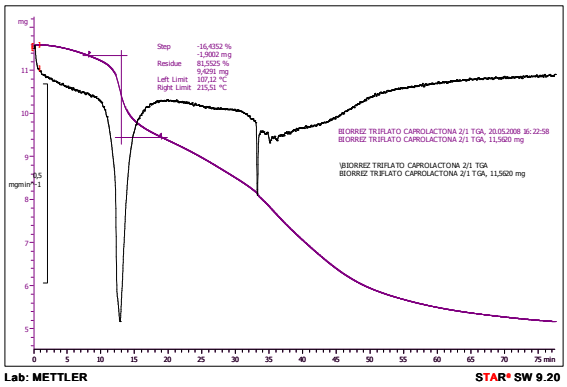
Figuras 8 y 9: Curvas conversión tiempo teóricas deducidas a través del módelo de cinética libre para los dos sistemas 2/1 y 1/1 con diferente contenido en caprolactona.

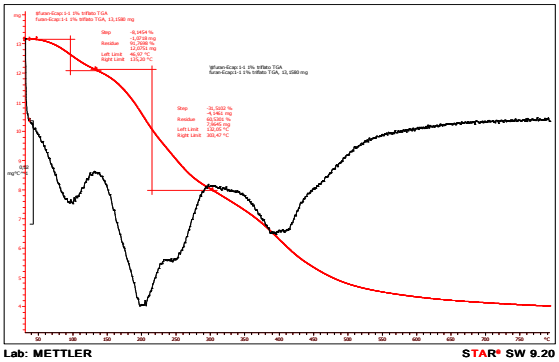
En las figuras 8 y 9 se observa que la velocidad de la reacción es mayor en el sistema con mayor cantidad de caprolactona. Estos resultados junto a la aparición de dos picos exotérmicos en las curvas DSC de la mezcla con mayor contenido en caprolactona podría interpretarse en base a la contribución de dos tipos de mecanismos de reacción diferentes. Es posible que la gran solubilidad del catalizador TFE en la caprolactona aumente la reactividad de la E-CL consigo misma frente a su reactividad con la resina furánica, a relaciones Resina /E-CL ≅ 40/60.

Las curvas conversión tiempo, así como el conocimiento del punto de gel y de vitrificación nos permitirán optimizar las condiciones del proceso de curado en función del tiempo de manipulación necesario para cada formulación.

Análisis Termogravimétrico

Siguiendo el procedimiento descrito en la metodología experimental se han obtenido las curvas TGA y DTGA para el sistemas 2/1 y 1/1 y se representan en las figura 10 y 11.





Figuras 10 y 11: Curvas TGA y DTGA para los ensayos dinámicos a 10°/min desde 30ºC hasta 800ºC para los sistemas 2/1 y 1/! respectivamente

En la curva TGA del sistema 2/1 se observa que durante la reacción se pierde un 18% de la masa correspondiente al agua presente en el medio de reacción, posteriormente no se observa otro proceso más que el de la degradación del material curado. Sin embargo, en el sistema 1/1, aparecen dos tramos de pérdida de masa correspondiente a dos procesos reactivos con liberación de volátiles, que podrían corresponderse con los dos picos exotérmicos que aparecen en las curvas DSC. En el primer tramo se libera un 8% de masa, lo que evidenciaría una menor contribución de las reacciones de policondensación en las que interviene la resina furánica. La pérdida de masa en el segundo proceso entre 132ºC y 303ºC resulta ser del 31,5% lo que induce a pensar que este segundo a temperaturas más elevadas podría corresponderse tipo de reacción podría solapar con el comienzo de la degradación de la la policaprolactona que se halla podido formar. Finalmente aparece el pico de degradación del material curado a partir de 350ºC..

Procesado del material

Para optimizar los procesos de moldeado de las probetas se han utilizado los sistemas (80/20 y 70/30) que utilizan el catalizador S disuelto en agua, en el cual parece poder descartarse la posibilidad de que la caprolactona reaccione consigo misma. Sobre el diseño del proceso realizado a partir de los datos cinéticos se

han llevado a cabo la optimización necesaria en función de la masa y forma del molde utilizado.

CONCLUSIONES

El curado de la resina furánica en presencia de ε-caprolactona conduce a modificaciones estructurales en la resina furánica que se traducen en un diferente comportamiento reológico durante el proceso de curado y facilitan el control del proceso.

En el material con relación Resina /E-CL superior a 60/40, cuando se utiliza un catalizador soluble en la E-CL, parece producirse en cierto grado la polimerización de la E-CL que actuaría como plastificante pero influye negativamente sobre la estabilidad térmica del material.

El diseño en las propiedades mecánicas y térmicas de la resina podría lograrse cambiando la composición de la E-CL entre los límites estudiados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecen a la Universidad del País Vasco UPV/EHU y al Ministerio de Educación y Ciencia M.E.C sus ayuda para el desarrollo del presente trabajo a través de dos Proyectos I+D+i: UNESCO07/03 y MAT2006-13313-CO2-02 y a Transfurans por suministro de resina.

REFERENCIAS

[1] G. Jiang, G.S.Walker, I.A.Jones, C.D.Ruld. Journal of Applied Polymer Science, Vol.102,3900-3906 (2006)

[2] S. González, X. Fernandez Francos, J.M. Salla, A. Serra, A. Mantecon, X. Ramis. Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry, Vol.45, 1968-1979 (2007)

[3] S. Vyazovkiin. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 83 2006, 1, 45-51.

COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE NANOCOMPUESTOS EN BASE POLI (ÁCIDO LÁCTICO) Y MONTMORILLONITA ORGANOMODIFICADA (PLA/OMMT)

M.Ll. Maspoch, L. Nascimento, J. Gamez-Perez, O. Santana

Centre Català del Plàstic (CCP), Universitat Politècnica de Catalunya
C/Colom 114, 08222-Terrassa, España.
E-mail: Maria.lluisa.maspoch@upc.edu

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es entender el efecto de las nanopartículas de montmorillonita organomodificada (OMMT) y de un tratamiento térmico de recocido sobre las propiedades térmicas, mecánicas y a fractura en el Poli (ácido láctico) (PLA). Para ello se han preparado dos mezclas de composición nominal 0.5 y 2.5% en peso de OMMT en PLA mediante extrusión de doble husillo y se han obtenido probetas por inyección. Con el objetivo de aumentar el porcentaje de cristalinidad, a algunas de las piezas inyectadas se les ha aplicado un tratamiento térmico de recocido. La caracterización térmica se ha llevado a cabo mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC), el comportamiento mecánico con ensayos a tracción y el comportamiento a fractura aplicando la mecánica de la fractura elástico lineal (LEFM) con probetas SENB a bajas y altas velocidades de solicitación.

ABSTRACT

The aim of this work is to understand the effect of organomodified montmorillonite (OMMT) nanoparticles and an annealing treatment on the thermal, mechanical and fracture properties of poly(lactic acid) (PLA). Samples with two compositions (0.5 and 2.5 % weight OMMT in PLA) were prepared by melt mixing in a twin screw extruder and injection moulding. The annealing treatment was applied to some samples in order to increase the PLA crystallinity percentage. The thermal characterization was analyzed by Differential Scanning Calorimetry (DSC), the mechanical properties were determined with tensile tests and the fracture behaviour using the Linear Elastic Fracture Mechanics theory, using SENB specimens at low and high testing rates.

PALABRAS CLAVE: Polímeros biodegradables, nanocompuestos, tenacidad a la Fractura.

1. INTRODUCCIÓN

Recientemente, se ha puesto de manifiesto un interés creciente en los biopolímeros para aplicaciones en el campo del envase y embalaje, debido al aumento de los precios del petróleo y al problema de la acumulación de residuos, que ha llevado a políticas medioambientales más exigentes [1, 2]. Uno de los biopolímeros más atractivos es el poli(ácido láctico) (PLA), dado el balance entre procesabilidad y prestaciones finales que ofrece [3]. Sin embargo algunas de sus propiedades como la viscosidad en el fundido, resistencia al impacto, temperatura de distorsión bajo carga (HDT), propiedades barrera a los gases, etc. no son lo suficientemente buenas para ciertos tipos de aplicaciones [3].

La vía más prometedora para solventar algunos de estos inconvenientes es la utilización de cargas tipo arcillas organomodificadas [4]. Existen en la literatura varios trabajos sobre PLA con nanocargas [5, 6], pero no se han realizado estudios específicos sobre el comportamiento a fractura de estos nanocompuestos. El objetivo de este trabajo es entender el efecto que tiene en el comportamiento mecánico y a fractura, la incorporación de nanocargas y la realización de un tratamiento térmico de recocido en el PLA.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

En este estudio se ha utilizado un grado comercial de PLA (PLA 2002D, Naturework®) [7] y una arcilla de tipo montmorillonita organomodificada (OMMT) (Cloisite ® 30B, de Southern Clay Products), con un contenido de arcilla (MMT) determinado por calcinación del 70%, y modificador orgánico de tipo $N^{+}(Me)(EtOH)_2R$, siendo R un radical alifático de 16-18 unidades de carbono [8].

Las mezclas, de composición nominal de 0.5 y 2.5% en peso de arcilla modificada, indicadas en la tabla 1, fueron preparadas por extrusión de doble husillo (Collins, ZK 25). El tiempo de residencia ha sido estimado entre dos y tres minutos, siendo el perfil de temperaturas utilizado entre 145 y 195ºC y la velocidad de giro de los husillos de 80 r.p.m. Puesto que el PLA

es un polímero muy sensible a la degradación por hidrólisis, se ha utilizado un deshumidificador Piovan DSN506HE a una temperatura de 80 ºC durante 3 horas, previamente a cualquier etapa de procesado.

Tabla 1. Contenidos de arcilla (por calcinación) e índices de fluidez de las mezclas preparadas.

Materiales	%MMT	%OMMT	MFI (210ºC/2.16Kg)
PLA	-	-	7.4 (g/10 min)
NC-0.5	0.32	0.46	18(g/10 min)
NC-2.5	1.73	2.47	24.4(g/10 min)

El material extruido fue posteriormente inyectado utilizando una inyectora con fuerza de cierre de 90 T (MATEU&SOLÉ, 440/90) en un molde ASTM para las probetas prismáticas y un molde normalizado ISO 527-1 1A para las probetas halterio. Algunas de las probetas inyectadas fueron tratadas térmicamente con un proceso de recocido con el objetivo de aumentar el porcentaje de cristalinidad de las muestras. Según Kawai et al. [9] la velocidad de crecimiento de las esferulitas en el PLA muestra dos máximos alrededor de 100ºC y 125ºC. Así pues, con el fin de obtener el máximo grado de cristalinidad, el recocido se llevó a cabo a 120ºC durante 6 horas. Para las muestras recocidas se añade una A a la nomenclatura de la tabla 1.

De las probetas inyectadas se extrajeron cortes ultramicrotómicos para su observación por microscopía electrónica de transmisión a fin de comprobar el grado de dispersión de la OMMT. En las figuras 1-a y 1-b se puede observar que en ambas concentraciones aparecen laminillas exfoliadas y parte de la OMMT dosificada está en forma de aglomerados. Observaciones más detalladas, como en la figura 1-c, permiten afirmar que el NC-0.5 presenta un mayor grado de exfoliación.

2.2. Caracterización Térmica

La caracterización térmica de las probetas inyectadas se realizó por calorimetría diferencial de barrido (DSC), con muestras de aproximadamente 10mg. El equipo utilizado fue un calorímetro Perkin Elmer Pyris 1 con un sistema de refrigeración Intracooler Perkin 2P, calibrado con patrones de indio y estaño. Los ensayos consistieron en un calentamiento entre 30 y 180 ºC con una rampa de temperaturas de 10 ºC/min, seguido de un borrado de la historia térmica y un enfriamiento controlado hasta 30ºC a 10ºC/min. Finalmente, se realizó un segundo calentamiento hasta 180ºC, también a 10ºC/min. Para cada muestra se determinó la temperatura de transición vítrea (T_g), la temperatura de fusión (T_m) y la entalpía de fusión (ΔH_f).

2.3. Caracterización Mecánica

La caracterización mecánica se realizó mediante ensayos de tracción. Los ensayos fueron llevados a cabo siguiendo la norma ISO 527/1997 en un máquina de ensayos universal (Galdabini, Sun 2500) equipada con una célula de carga de 25kN y un videoextensómetro. Las condiciones de los ensayos fueron velocidad de desplazamiento de mordazas de 10mm/min y temperatura ambiente controlada (23 ± 2ºC).

2.4. Caracterización a la Fractura

Para la caracterización a la fractura se aplicó la Mecánica de la Fractura Elástico Lineal (LEFM) empleando probetas de flexión por tres puntos con geometría SENB (Single Edge Notched Bend). Las dimensiones de las probetas (12.7 x 63.5 x 6.35 mm) así como la profundidad de las entallas, según la velocidad del ensayo, se realizaron de acuerdo con el protocolo de la ESIS [10]. Para bajas velocidades de solicitación el valor de la entalla inicial (a_0) fue de 5.50mm, mientras que para altas velocidades de solicitación a_0 varió ente 2.00 y 6.75mm. Previo a cada ensayo, se agudizaron las entallas con una cuchilla de afeitar, tal y como se describe en el protocolo ESIS [10].

Los ensayos a bajas velocidades de solicitación se realizaron con una máquina de ensayos universal Galdabini Sun 2500 (célula de carga de 25kN) a 10mm/min y a temperatura ambiente (23±2ºC).

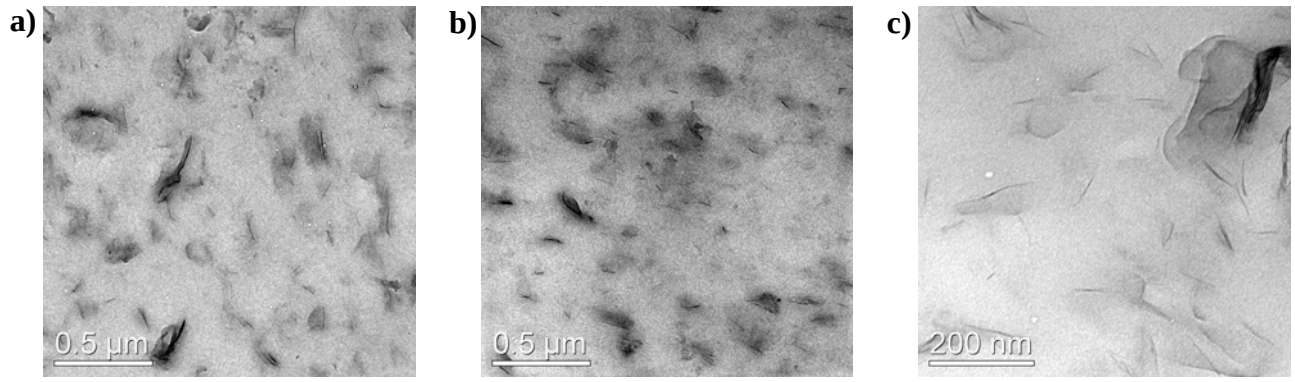


Figura 1 – Micrografías TEM de los nanocompuestos de PLA: a) y c) NC-0.5 y b) NC-2.5.

Los ensayos a altas velocidades de solicitación se realizaron en una péndulo de impacto Charpy (Ceast) instrumentado con un transductor de fuerza montado en un martillo de 34.64 g. de masa efectiva. Los ensayos se realizaron a una velocidad de 1m/s y a temperatura ambiente (23±2ºC). La tenacidad a la fractura se determinó mediante la expresión siguiente [10]:

$$K_{IC} = f\frac{P_c}{BW^{1/2}} \quad (1)$$

Donde P_c es la carga máxima, B y W son la anchura y el espesor de las probetas, f y ϕ son los factores de corrección que vienen dados en función de la relación a/W, donde a es la profundidad de la entalla.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización Térmica

En la figura 2 se muestran los termogramas correspondientes a los primeros calentamientos de las muestras. El PLA presenta un pico aproximadamente a la temperatura de transición vítrea (63ºC) que corresponde con una relajación estructural, con los consiguientes cambios en las propiedades físicas, tales como la entalpía, el volumen específico y la respuesta viscoelástica [11]; este pico disminuye en intensidad cuando se adiciona OMMT (figura 2-a). También se puede apreciar un pico exotérmico más acentuado en los nanocompuestos, indicado con una flecha en la misma figura, correspondiente a un fenómeno de cristalización en frío [12] que estaría influenciado por la presencia de las nanocargas en concordancia con otros autores [5]. Por último, se puede observar un pico endotérmico en torno a los 145 ºC asociado a la fusión del material.

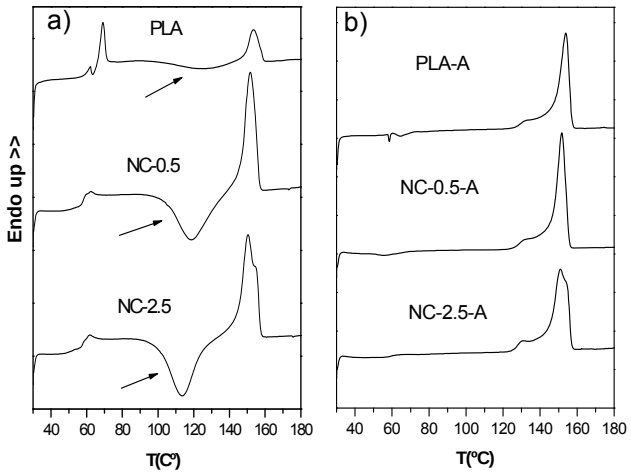


Figura 2. Termogramas de los materiales: a) sin recocer y b) recocidos.

Se calculó el grado de cristalinidad de las diferentes muestras (X_c) restando las entalpías de cristalización en frío (ΔH_{cc}) de las entalpías de fusión (ΔH_f), según la ecuación:

$$X_c = \left(\frac{\Delta H_f - \Delta H_{cc}}{\Delta H_0}\right)\cdot 100\% \quad (2)$$

Donde ΔH_0 corresponde al valor teórico de la entalpía de fusión de un PLA 100% cristalino, en este caso estimado en 93 J/g [13].

Estos cálculos se realizaron sobre los datos obtenidos durante el primer barrido térmico, ya que el PLA posee una cinética de cristalización muy lenta [14] y en el segundo barrido térmico no se apreció ningún pico relativo a cristalización en frío o a la fusión. Los porcentajes de cristalinidad (X_c), las temperaturas de transición vítrea (T_g) y las temperaturas de fusión (T_m) de todos los materiales se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Resumen de las propiedades térmicas

Materiales	T_g(ºC)	T_m (ºC)	X_c(%)	X_c(%)-A
PLA	65.9	148.5	0.36	32.3
NC-0.5	59.7	149.8	3.87	35.4
NC-2.5	58.8	147.3	2.2	35.6

A-Muestras recocidas

De los valores de la tabla 2 se puede deducir que la adición del OMMT otorga una mayor movilidad a las cadenas de PLA, ya que produce un descenso significativo de la T_g, acentúa el fenómeno de la cristalización en frío y produce un ligero aumento del grado de cristalinidad, al igual que ocurre cuando se produce un descenso del tamaño promedio de las cadenas por efecto de la degradación [15, 16]. En este caso, este efecto podría ser originado por el modificador orgánico de las nanoarcillas, el cual representa un 30% del peso de las mismas [8] y que actuaría como si se tratara de un aditivo plastificante.

El termograma correspondiente a la muestra NC-2.5 es muy similar al de la muestra NC-0.5 pero en este termograma se observa una especie de hombro en el pico de fusión, lo que sugiere la presencia de dos poblaciones cristalinas o de un autorecocido.

Cuando las probetas son sometidas a un tratamiento térmico (figura 2-b), se observa que no aparece el fenómeno de cristalización en frío y sí un pico de fusión más ancho y definido, lo que se traduce en unos mayores porcentajes de cristalinidad (tabla 2) con respecto a las muestras no recocidas. La ausencia de la cristalización en frío se puede atribuir a que las probetas ya han desarrollado su máximo grado de cristalinidad.

3.2. Caracterización Mecánica

Los ensayos a tracción mostraron una cierta tendencia del PLA y los nanocompuestos no recocidos a deformar plásticamente, observándose un punto de cedencia, si bien se produjeron en todos los casos roturas catastróficas a bajos niveles de deformación sin la formación de un cuello definido. Los nanocompuestos recocidos, sin embargo, mostraron un comportamiento frágil, con una rotura previa al punto de cedencia del material. En la figura 3 se pueden apreciar estos comportamiento en curvas representativas de tensión vs deformación de muestras de PLA y NC-2.5 recocidas y sin recocer.

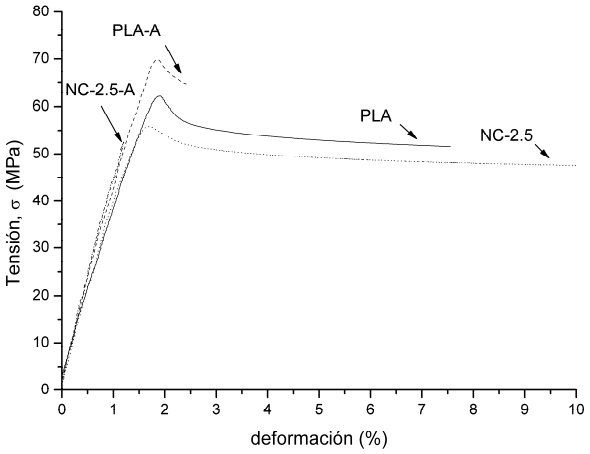


Figura 3. Curvas tensión-deformación a tracción.

Se puede apreciar que la adición de las nanoarcillas produce un aumento de la capacidad de deformación plástica del PLA (sin recocer), mientras que el recocido provoca un aumento de la rigidez y resta capacidad de deformación plástica. La tabla 3 resume los parámetros obtenidos a partir de los ensayos de tracción.

Tabla 3. Parámetros de la caracterización mecánica.

Materiales	E (GPa)	σ_y (MPa)	ε_y (%)
PLA	3.7±0.2	62.0±0.2	1.92±0.04
NC-0.5	3.7±0.2	58.1±0.2	1.84±0.02
NC-2.5	3.9±0.2	55.6±0.1	1.63±0.06
PLA-A	4.1±0.1	69.1±1.5	1.91±0.05
NC-0.5-A	4.2±0.2	65.2±1.6*	1.63±0.04*
NC-2.5-A	4.5±0.1	54.1±2.0*	1.22±0.06*

* Rotura previa a la cedencia

Como se puede ver en la tabla 3, la rigidez (E) de los materiales no se ve apenas afectada por la presencia de la OMMT. Hay que tener en cuenta que las partículas de arcilla, aunque son rígidas, se encuentran en un porcentaje muy pequeño para que un posible efecto de refuerzo sea significativo. Por otro lado, la rigidez sí que varía notablemente tras el proceso de recocido, ya que estas muestras presentan un porcentaje de fase cristalina en torno al 30%.

También es significativo el descenso gradual de σ_y conforme aumenta el porcentaje de OMMT. Este descenso se puede interpretar en términos de una mayor movilidad de las cadenas, como consecuencia de la presencia del modificador orgánico de las arcillas, provocando la cedencia del material a menores niveles tensionales y de deformación.

En el caso del PLA, se aprecia que tras el recocido éste presenta un mayor valor de σ_y y un menor valor de deformación a rotura. Para los nanocompuestos recocidos, conforme aumenta el contenido de OMMT, la rotura se alcanza a menores niveles de deformación, incluso antes de llegar a la cedencia del material. Por lo tanto, no se mostraría ningún efecto plastificante del modificador orgánico y este comportamiento frágil se podría atribuir a los agregados de OMMT, que estarían actuando como concentradores de tensiones[17], y a tensiones internas del material [18].

3.3. Caracterización a la Fractura

En primer lugar, se comprobó a través del análisis de las curvas carga vs desplazamiento, que el comportamiento de todos los materiales era elástico lineal y que las curvas cumplían con los requisitos establecidos en el protocolo ESIS para cálculo de K_{IC} [10]. La tabla 4 resume los parámetros de fractura obtenidos para las dos velocidades de solicitación ensayadas, 10 mm/min y 1 m/s.

Tabla 4. Parámetros de fractura (LEFM).

Materiales	v = 10mm/min		v = 1 m/s	
	K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	N*	K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	N*
PLA	3.21±0.07	12	2.84±0.04	19
NC-0.5	3.96±0.04	10	2.57±0.05	19
NC-2.5	4.58±0.03	10	2.56±0.03	20
PLA-A	4.66±0.04	12	2.82±0.03	19
NC-0.5-A	3.26±0.09	10	2.81±0.05	20
NC-2.5-A	1.46±0.04	10	1.82±0.07	20

N* Número de probetas válidas

En los ensayos realizados a baja velocidad (10 mm/min) se puede apreciar que conforme aumenta el contenido de OMMT la tenacidad a fractura también aumenta, llegando a incrementarse el valor de K_{IC} en el caso del NC-2.5 hasta un 40%. Este aumento de la tenacidad a fractura es coherente con la caracterización mecánica, en la que se había apreciado un aumento de la deformación plástica gradual conforme aumentaba el porcentaje de OMMT. Esta tendencia se podría explicar por el efecto de la mayor movilidad de las cadenas del polímero, como consecuencia de la presencia del modificador orgánico de la arcilla, al igual que se dedujo del análisis térmico y mecánico. Además, estas probetas muestran en la superficie de fractura un emblanquecimiento, indicativo de una posible cristalización inducida por deformación producida durante el ensayo. La cristalización así lograda absorbe

parte de la energía actuando como mecanismo de refuerzo de la tenacidad.

Cuando se analiza el efecto del recocido se aprecia que para el PLA no modificado se produce un aumento de la tenacidad a fractura, también del orden de un 40%. Este aumento de la tenacidad podría ser debido a la mayor tensión de cedencia que presentan las probetas recocidas, atribuida a la fase cristalina. Aunque en lógica se pudiera pensar que al aumentar el porcentaje de OMMT y realizar el tratamiento de recocido simultáneamente debería aumentar la tenacidad a fractura de los nanocompuestos, los resultados muestran que K_{IC} disminuye notablemente al combinar estas dos variables.

Al realizar un análisis fractográfico de las probetas post-mortem mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) se puede apreciar la evolución de las diferentes superficies de fractura (figura 4) antes y después del recocido. En los materiales sin recocer se aprecian crestas grandes con fibrillas que son más numerosas conforme aumenta el contenido de OMMT. Para las muestras recocidas, sin embargo, las superficies muestran más bien una cierta rugosidad que disminuye al aumentar el contenido de OMMT. En el caso del PLA, este aumento de la rugosidad se corresponde con un aumento de la tenacidad

Para la evaluación de la tenacidad de los nanocompuestos recocidos hay que tener en cuenta los diferentes factores que se han analizado en la caracterización térmica:

a) La cristalización inducida por deformación durante el ensayo de fractura.
b) El efecto plastificante del modificador orgánico.
c) La presencia de partículas rígidas (agregados de OMMT) que pueden actuar como concentradores de tensiones[17].
d) Las tensiones internas producidas por el envejecimiento del material [18].

En los nanocompuestos no recocidos los factores a) y b) tenderían a aumentar la tenacidad, compensando los otros dos y resultando en un aumento de la K_{IC} con el contenido de OMMT. Sin embargo, tal y como se ha mostrado, en los nanocompuestos recocidos no se aprecia el efecto plastificante del modificador orgánico y los materiales ya no presentan cristalización en frío, por lo que los factores c) y d) son los predominantes y tienden a disminuir la tenacidad de los materiales conforme aumenta el contenido de OMMT [17,18].

Estos razonamientos también son extrapolables al comportamiento a fractura a altas velocidades de solicitación, cuyos valores se resumen en la tabla 4. En ellos se puede observar que, exceptuando el NC-2.5-A, tanto las probetas sin tratamiento térmico como las recocidas presentan unos valores de tenacidad a la fractura muy similares entre sí e inferiores todos ellos a los obtenidos a 10 mm/min. Al ser en estos casos la velocidad de solicitación muy elevada, tanto el efecto del modificador orgánico como la cristalización inducida no se aprecian, y la fractura parece que estaría dominada por la presencia de agregados y por las tensiones internas, especialmente en el NC-2.5-A.

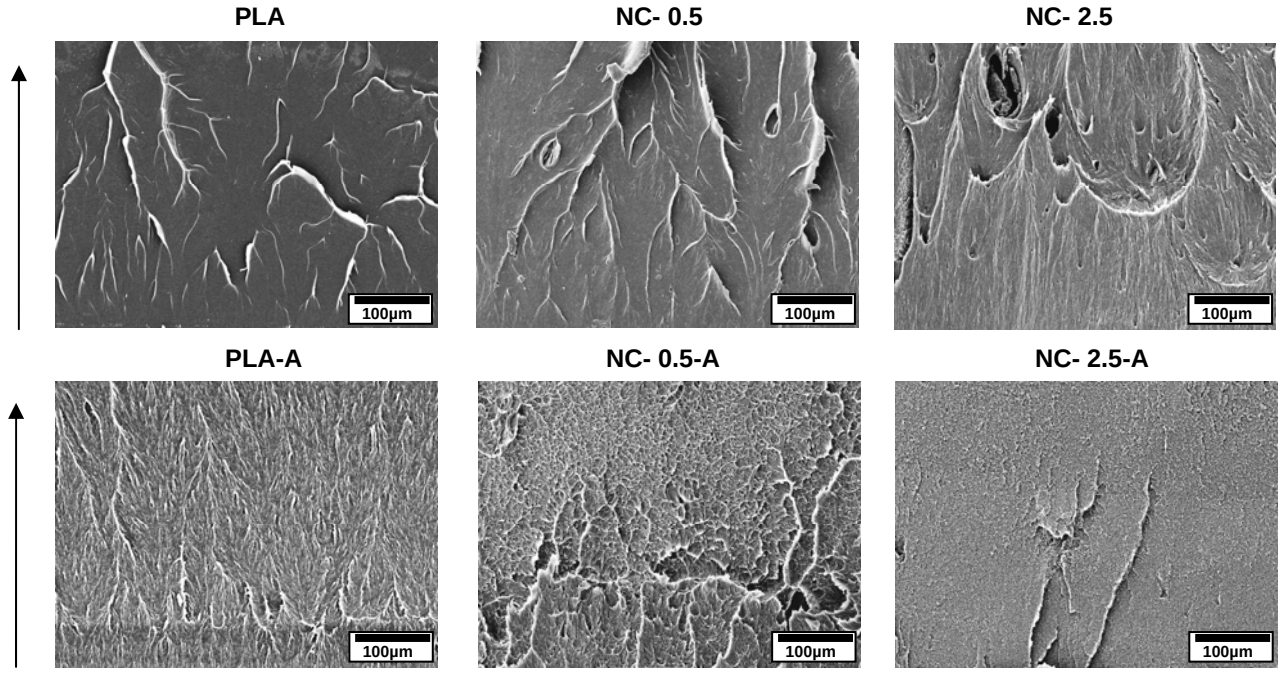


Figura 4.- Micrografías SEM de la zona próxima a la entalla de las probetas SENB post-mortem ensayadas a 10 mm/min. Las flechas indican la dirección de propagación de la grieta

4. CONCLUSIONES

Las micrografías de TEM muestran que las mezclas de PLA/OMMT presentan exfoliación, si bien se aprecia un mayor número de agregados en el caso de los nanocompuestos con un 2.5% de OMMT.

Mediante los termogramas de DSC se comprueba que el tratamiento térmico de recocido produjo un considerable aumento del porcentaje de cristalinidad.

Las propiedades mecánicas a tracción y el comportamiento a fractura de los materiales se ven afectados, principalmente, por cuatro factores:

a) El modificador orgánico de la OMMT.
b) El porcentaje de cristalinidad
c) La presencia de agregados en la matriz de PLA
d) Las tensiones internas de las probetas.

En los ensayos mecánicos, el modificador orgánico y el porcentaje de cristalinidad explican el aumento de la ductilidad al incrementar el contenido en OMMT y el aumento de la rigidez y descenso de la deformación a rotura tras el recocido.

En el comportamiento a fractura a baja velocidad de deformación se concluye que el porcentaje de modificador y la cristalización inducida por deformación actúan como mecanismos de refuerzo, mientras que la presencia de agregados de MMT y las tensiones internas fragilizan el material. En los ensayos de impacto, la alta velocidad de deformación anula los mecanismos de refuerzo comentados anteriormente.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación del proyecto MAT 2007.62450.

REFERENCIAS

[1] P Mapleston: "Environmentally degrading: Bioplastics in Europe (part 2)". *Plastics Engineering Europe* Spring pag. 24-29, 2006.
[2] P Mapleston: "Following the green line: Bioplastics in Europe". *Plastics Engineering Europe* Winter pag. 14-19, 2005.
[3] K Fukushima, Y Kimura: "Stereocomplexed polylactides (Neo-PLA) as high-performance bio-based polymers: their formation, properties, and application". *Polymer International* 55 pag. 626-642, 2006.
[4] SS Ray y col.: "New polylactide/layered silicate nanocomposites. 5. Designing of materials with desired properties". *Polymer* 44 pag. 6633-6646, 2003.
[5] M Pluta: "Melt compounding of PLA/organoclay: Structure and properties of nanocomposites". *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics* 44 pag. 3392-3405, 2006.
[6] X Zhang, LQ Huang: "Preparation and mechanical properties of PLA/MMT nanocomposites". *Proc. 2007 International Conference on Advanced Fibers and Polymer Materials* pag. 699-701, 2007.
[7] NatureWorks® PLA Polymer 2002D - Data Sheet. Natureworks LLC, 2005.
[8] Cloisite® 30B Typical Physical Properties Bulletin. Southern Clay Products, Inc., 2006.
[9] T Kawai y col.: "Crystallization and melting behavior of poly (L-lactic acid)". *Macromolecules* 40 pag. 9463-9469, 2007.
[10] A Pavan: "Determination of Fracture Toughness (GIC and KIC) at Moderately High Loading Rates" in, *Fracture Mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites.* D.R. Moore, A. Pavan, J.G. Williams (Eds.)Elsevier Science, Ltd., Oxford, p. 27-58, 2001.
[11] A Brunacci, JMG Cowie, IJ McEwen: "Enthalpy relaxation in glassy polystyrenes - Part 3 - Stress and enthalpy relaxation in poly(4-methylstyrene) and poly(4-chlorostyrene)". *J.l of the Chem. Soc. Faraday Transactions* 94 pag. 1105-1109, 1998.
[12] I Sics y col.: "Cold crystallization of poly(ethylene naphthalene-2,6-dicarboxylate) by simultaneous measurements of X-ray scattering and dielectric spectroscopy". *Polymer* 44 pag. 1045-1049, 2003.
[13] EW Fischer, HJ Sterzel, G Wegner: "Investigation of the structure of solution grown crystals of lactide copolymers by means of chemical reactions". *Coll. & Pol. Sci.* 251 pag. 980-990, 1973.
[14] JY Nam y col.: "Morphology and crystallization kinetics in a mixture of low-molecular weight aliphatic amide and polylactide". *Polymer* 47 pag. 1340-1347, 2006.
[15] M Pluta, JK Jeszka, G Boiteux: "Polylactide/montmorillonite nanocomposites: Structure, dielectric, viscoelastic and thermal properties". *European Polymer Journal* 43 pag. 2819-2835, 2007.
[16] ML Maspoch, L Nascimento, J Gamez-Perez, OO Santana, "Influencia de un tratamiento térmico sobre el comportamiento a fractura del poli(ácido láctico)", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 25(1) pag. 263-268, 2008.
[17] L Jiang, JW Zhang, MP Wolcott: "Comparison of PLA/nano-sized calcium carbonate and PLA/MMT composites: Reinforcing effects and toughening mechanisms". *Polymer* 48 pag. 7632-44,(2007)
[18] K Goto, S Nakano, T Kuriyama: "The effects of annealing on deformation and fracture behavior of injection molded PLA". *Strength, Fracture and Complexity* 4 pag. 185-188, 2006.

CARACTERIZACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE ESPUMAS FLEXIBLES DE POLIOLEFINAS

J.I. Velasco[1], D. Arencón[1], M. Antunes[1], V. Realinho[1], A.I. Fernández[2]

[1] Centro Catalán del Plástico. Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya, C/ Colom 114, 08222 Terrassa, España.
E-mail: jose.ignacio.velasco@upc.edu

[2] Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat de Barcelona, C/ Martí i Franqués 1, 08028 Barcelona, España.

RESUMEN

En el presente trabajo se presentan y discuten los resultados obtenidos por el método del trabajo esencial de fractura sobre distintas espumas flexibles de base poliolefina obtenidas por extrusión. La naturaleza del polímero, el espesor de la lámina espumada, y la orientación relativa de la grieta son las variables del presente estudio. La interpretación de los resultados se realiza sobre la base de la microestructura de los materiales y de la adecuación del método de ensayo.

ABSTRACT

In this work the results obtained by the application of the essential work of fracture (EWF) on several flexible polyolefin-based foams, produced by extrusion are showed and discussed. The polymer nature, the thickness of the foamed sheet, and the relative orientation of the crack are the parameters of this study. The interpretation of the results is carried out on the basis of the material microstructure and the applicability of the testing method.

PALABRAS CLAVE: Trabajo esencial de fractura (EWF), espumas, polietileno, polipropileno.

1. INTRODUCCIÓN

Las espumas flexibles de poliolefinas en forma de lámina, con espesor típico entre 1 y 3 mm, obtenidas mediante procesos de espumación física por extrusión, se emplean mayoritariamente en aplicaciones de embalaje para la protección de bienes de consumo. Su estructura de celda cerrada, junto a una elevada flexibilidad de las poliolefinas empleadas como base, confieren a estas espumas unas óptimas propiedades de absorción de energía frente a pequeñas cargas e impactos, protegiendo así el contenido del embalaje.

Aunque está bien caracterizado el comportamiento de estos materiales frente a cargas compresivas **[1]**, no ocurre lo mismo con su comportamiento a la fractura. Debido a su ligereza (densidad típica 25-40 kg/m^3) estas espumas pueden sufrir fácilmente, durante su manipulación, la propagación de grietas en modo I. Por ello, es de interés encontrar un método adecuado para la determinación de la tenacidad a la fractura en tales condiciones. Por su buena adecuación a materiales dúctiles en forma de lámina o película, el concepto de trabajo esencial de fractura (EWF) se antoja como una opción para la caracterización de este tipo de espumas.

Dicho concepto establece que la energía total necesaria para propagar una grieta puede ser dividida en dos componentes: el trabajo esencial de fractura, W_e, y el trabajo no esencial o plástico de fractura W_p. El primer término se refiere a la energía que es necesaria para la generación de nueva superficie en la llamada zona de proceso, mientras que W_p es la energía que se disipa en un volumen de material (zona plástica) alrededor del plano de la grieta por deformación plástica. La energía total o trabajo de fractura, W_f, puede ser expresada, por lo tanto, como

$$W_f = W_e + W_p \quad (1)$$

Si se considera la dependencia con la sección y el volumen de los respectivos términos constituyentes, la ecuación (1) puede formularse usando las magnitudes específicas de los trabajos de fractura esencial (w_e) y no esencial (w_p):

$$W_f = w_e l t + \beta w_p l^2 t \quad (2)$$

$$w_f = \frac{W_f}{lt} = w_e + \beta w_p l \quad (3)$$

Donde l y t son la longitud de ligamento y espesor de la muestra respectivamente, y β es un factor de forma para el volumen de la zona plástica.

En el caso de una muestra celular, la sección de ligamento efectiva no es la externa o aparente de la muestra, sino la compuesta por la fracción sólida de material repartida entre paredes y aristas celulares. Por ello, para adecuar la expresión (3) al caso de materiales celulares proponemos una sencilla corrección a través del valor de la densidad relativa del material (ρ_r):

$$w_f = \frac{w_e + \beta w_p l}{\rho_r} \quad (4)$$

Aunque el concepto de EWF se ha aplicado con éxito a la caracterización de la tenacidad a la fractura de películas y láminas de poliolefinas [2,3], y de compuestos con carga mineral [4,5], no ha sido aplicado hasta ahora para materiales celulares. El propósito del presente trabajo es el de explorar su aplicabilidad para este tipo de materiales, y analizar la influencia que el tipo de poliolefina, la dirección de propagación de grieta frente a la de extrusión, y el espesor de la muestra, pueden tener sobre los parámetros de fractura.

2. MATERIALES

Se han estudiado diversas láminas comerciales (*OK Company*) de espuma de poliolefina producidas por extrusión, con base polietileno y polipropileno, de densidad 20 kg/m^3 y 45 kg/m^3 respectivamente, y espesores nominales comprendidos entre 1 y 3 mm.

Figura 1 .Rollo de espuma de poliolefina extruida.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Ensayos de fractura

De los rollos de espuma se recortaron probetas rectangulares de dimensiones 100 mm x 60 mm, en las direcciones paralelas (MD) y perpendicular (TD) a la dirección de extrusión. Las probetas se entallaron lateralmente con una cuchilla de afeitar para adquirir una configuración DDENT con longitudes de ligamento comprendidas entre 5 y 25 mm, siguiendo la distribución propuesta por la ESIS [6].

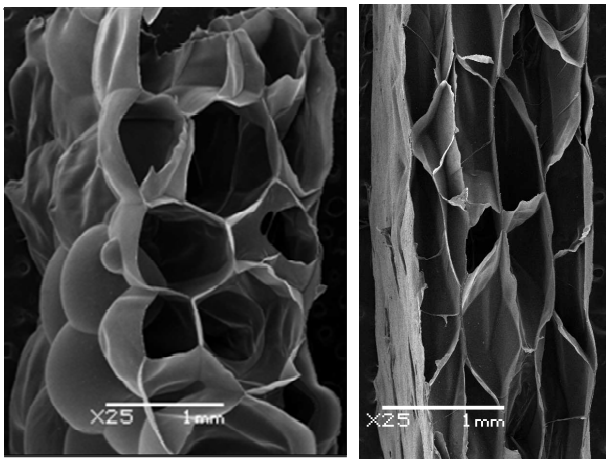


Figura 2. Micrografías por SEM de (a) espuma de PE en dirección MD y (b) espuma de PP en dirección TD.

Se ensayaron a temperatura ambiente un mínimo de 20 probetas de cada material a una velocidad de desplazamiento de 2 mm/min, empleando una máquina universal de ensayos servomecánica ADAMEL-LOMARGY DY-34, con una célula de carga de 100 N.

Del registro fuerza-desplazamiento de cada ensayo, se obtuvo la energía total consumida (W_f), como el área bajo la curva. De acuerdo con la ecuación (4), del ajuste lineal de los valores de $w_f \rho_r$ frente a la longitud de ligamento de cada probeta (l), se obtuvieron los valores de los parámetros w_e (trabajo esencial) y βw_p (trabajo plástico).

3.2 Ensayos de tracción

La caracterización de las propiedades a tracción se llevó a cabo mediante ensayos sobre probetas normalizadas (tipo IV, según ASTM D-638) en ambas direcciones (MD y TD) usando la misma máquina y mismas condiciones de ensayo que en los de fractura.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El comportamiento a tracción de las espumas de polietileno presentó un marcado carácter elástico dominante en su deformación, por lo que en todos los espesores y direcciones ensayadas la rotura sobrevino con valores moderados de deformación plástica, en comparación con las espumas de PP. Tanto la deformación hasta rotura como la tensión de fluencia resultaron superiores en dirección MD que en TD, indicando una mayor orientación molecular en MD inducida por el proceso de extrusión. Esta característica también se reflejó en las curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos de EWF, evidenciándose una deformación plástica limitada antes de la propagación de la grieta. Este proceso se divide en dos etapas, la inicial de naturaleza estable y la final de carácter inestable, tal como se muestra en la figura 3a.

Por su propia naturaleza, el comportamiento a tracción de las espumas de polipropileno muestra una extensiva deformación plástica y valores de tensión de fluencia superiores a los de las espumas de polietileno. En las espumas de polipropileno, las curvas F-d (figura 3b) de los ensayos EWF muestran, en general y salvo las probetas de mayor longitud de ligamiento, una única etapa de propagación de grieta, de carácter estable.

Tabla 1. Valores de la tensión de fluencia (σ_y) y de los parámetros de fractura para ambos tipos de espumas y los distintos espesores analizados.

	Polietileno	1 mm	2 mm	3 mm
MD	σ_y (MPa)	9.75	10.01	7.74
	βw_p (MJ/m^3)	3.54	2.75	1.61
	w_e (kJ/m^2)	48.94	37.81	48.00
TD	σ_y (MPa)	6.00	2.78	1.74
	βw_p (MJ/m^3)	0.84	0.46	0.52
	w_e (kJ/m^2)	24.48	20.31	23.99

	Polipropileno	1.5 mm	2 mm
MD	σ_y (MPa)	24.26	20.20
	βw_p (MJ/m^3)	12.73	17.74
	w_e (kJ/m^2)	87.26	82.73
TD	σ_y (MPa)	20.20	11.80
	βw_p (MJ/m^3)	3.54	5.19
	w_e (kJ/m^2)	29.97	29.96

En todos los casos, el registro F-d del ensayo de fractura muestra un marcado carácter fluctuante durante la etapa de propagación estable, que puede explicarse sobre la base de la naturaleza celular de estos materiales, la cual provoca que haya un descenso discontinuo de la fuerza ocasionado por la ruptura de las paredes y aristas celulares durante la propagación de la fractura.

El estado tensional en la punta de la grieta se analizó mediante la aplicación del criterio de Hill [7], generalmente utilizado en esta metodología, y según el cual el estado de tensión plana en la punta de la grieta se satisface si la tensión neta está por debajo de un valor 1.15 σ_y . En las figuras 4 y 5 se representan los resultados. En general, el grado de cumplimiento del criterio resultó mayor para la espumas de PP que para las de PE, y para la dirección MD que para la dirección TD, mientras que la influencia del espesor no resultó clara, cumpliéndose mejor para mayores espesores en dirección MD y para menores en TD (espumas de PE).

En la tabla 1 se recogen los resultados obtenidos para todos los materiales estudiados. Como norma general, se observó una elevada dispersión en los valores del trabajo específico de fractura cuando se representaron frente a la longitud de ligamento (Figura 6) , por lo que los valores de w_e y βw_p están sujetos a elevado error experimental.

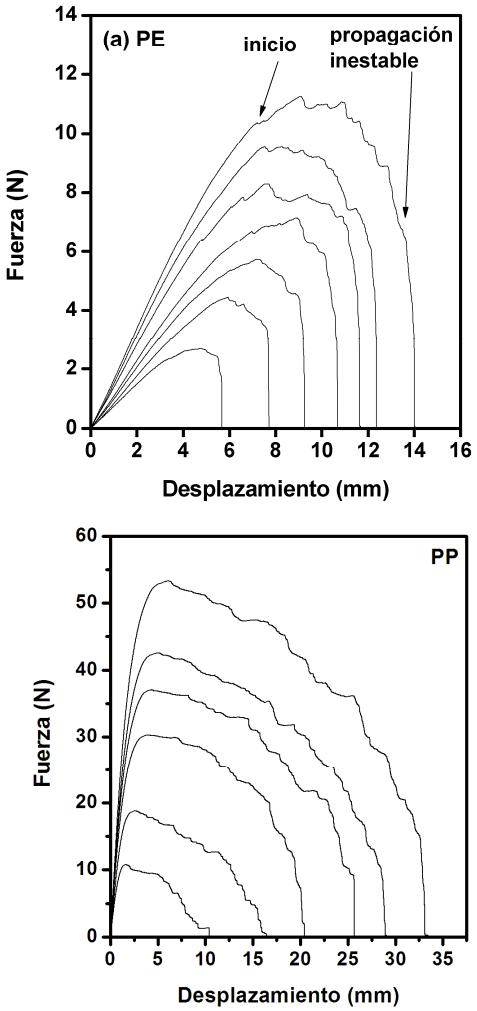


Figura 3. Curvas experimentales para espumas de 2 mm de espesor de (a) PE y (b) PP, en dirección MD.

4.1. Influencia del material.

La comparación de las curvas F-d para las espumas de ambas poliolefinas con igual espesor revela diferencias significativas en su comportamiento de fractura, (Figura 4). Como es de esperar por su menor resistencia, en las espumas de PE la propagación de la fractura se produce a un nivel de fuerza inferior al de las de polipropileno, dando como resultado, inferiores valores de w_e y βw_p.

Los valores de w_e obtenidos para las espumas de polietileno se encuentran en el rango de los valores encontrados en la literatura para películas de polietileno de 150 μm de espesor [8] (20.6-37.9 kJ/m^2 en MD y 20-24 kJ/m^2 en TD). Por su parte los valores de βw_p de las espumas de PE han resultado bastante inferiores a los obtenidos en [8] para las películas de 150 μm de espesor (12.6-13.6 MJ/m^3 en MD y 4.1-6.8 MJ/m^3 en TD).

La restricción de la deformación plástica que parece ejercer la estructura celular de celda cerrada sobre el entorno de la grieta en las espumas de PE, justificaría

los valores inferiores del término plástico de fractura en comparación con los de las películas compactas.

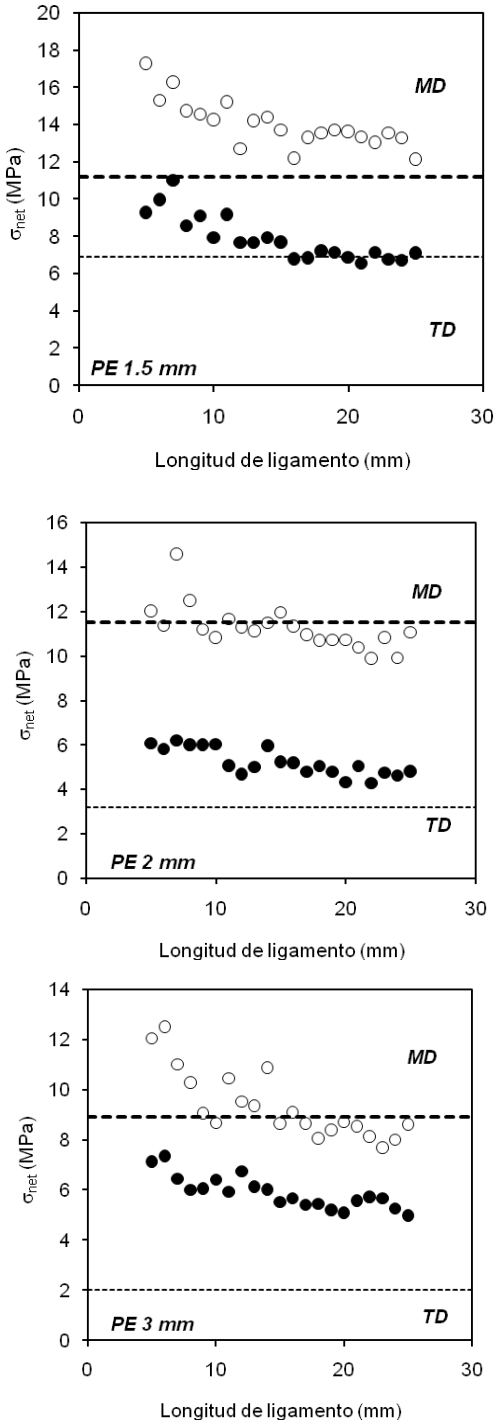


Figura 4. Representación del criterio de Hill para las probetas de espumas de PE. Símbolos blancos son MD.

En el caso de las espumas de polipropileno, los valores obtenidos de w_e han resultado ser del mismo orden de magnitud que los obtenidos para películas extruidas con un copolímero en bloque de PP con 12% de etileno [9] (84 kJ/m^2 en MD y 18.9 kJ/m^2 en TD). Con respecto al término plástico βw_p, en este caso también encontramos concordancia con los valores para las películas no espumadas (18.5 MJ/m^3 en MD y 4.1 MJ/m^3 en TD) [9], debiéndose atribuir las pequeñas diferencias entre valores, no sólo a la diferente microestructura, sino también a diferencias en la naturaleza y composición de los diferentes polímeros.

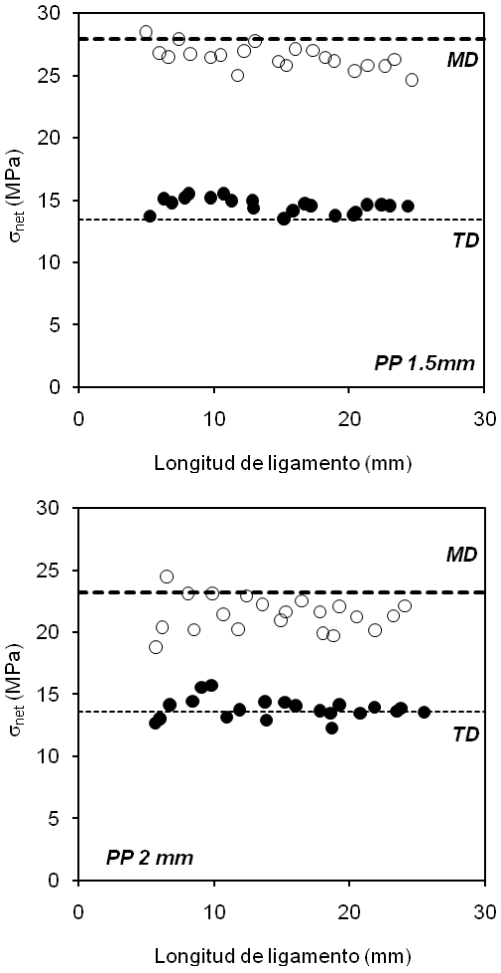


Figura 5. Representación del criterio de Hill para las probetas de espumas de PP. Símbolos blancos son MD.

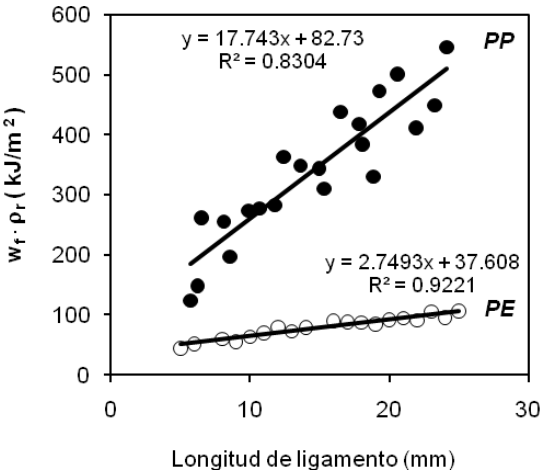


Figura 6. Ajuste lineal de la energía de fractura frente a la longitud de ligamento de las muestras en MD.

4.2. Influencia de la orientación.

Para un mismo tipo de espuma y longitud de ligamento, en la orientación MD la propagación de grieta se producía a mayores niveles de esfuerzo que en la orientación TD, tal como se puede apreciar en las curvas de la figura 7. Asimismo, durante la fractura el nivel de deformación plástica desarrollado por las probetas mecanizadas en dirección MD resultó superior al de las probetas en TD. Tanto para las espumas de PE como para las de PP, los valores de los parámetros de fractura w_e y βw_p resultaron siempre superiores en la orientación MD que en la TD. Ésta es la tendencia general esperada, tanto para espumas como para películas [10, 11], por el mayor grado de orientación molecular en dirección MD, promovido por el proceso de extrusión, y que hace que la propagación de la grieta esté más favorecida por tanto en las probetas mecanizadas en dirección TD (grieta paralela a MD).

Mediante análisis por difracción de rayos X hemos encontrado que la orientación preferencial del cristal ortorrómbico de PE en estas espumas se orienta preferencialmente con el eje a paralelo a la dirección MD, y el eje c paralelo a la dirección TD. Por lo que respecta a la orientación del eje b, tanto del cristal ortorrómbico del PE como del monoclínico del PP, hemos visto que aunque se orienta principalmente paralelo a la dirección del espesor de la espuma, también lo hace con mayor preferencia paralelo a TD que a MD. De aquí podemos concluir que la diferente resistencia a la fractura de estos materiales en función de la dirección puede relacionarse con la orientación cristalina del eje b del cristal.

Las espumas, especialmente las de PE, presentan un grado cristalinidad no uniforme en el volumen de la lámina, sino que es mayor en la dirección TD (41.4%) que en la MD (34.1%). Aunque en las de PP las diferencias de cristalinidad son menores (33% en TD frente a 30% en MD), podemos concluir a la vista de los resultados que la propagación de la grieta estaría transcurriendo, para las probetas MD, a través de una dirección en la que el material por ser más cristalino resulta más resistente y tenaz, que para las probetas TD.

4.3. Influencia del espesor.

En las curvas de la figura 8 se ilustra cómo el aumento del espesor de probeta, para igualdad de ligamento y material, conlleva el esperado aumento de la energía total necesaria para la fractura de la espuma. Se puede apreciar, asimismo, el incremento en la fuerza necesaria para el inicio de la propagación de grieta, y especialmente para las espumas de PP el incremento en la deformación durante la propagación.

Los valores de los parámetros de fractura no han mostrado una tendencia clara con respecto al espesor de la espuma. El trabajo esencial específico presenta variaciones con el espesor que caen dentro del error asociado a su determinación. Así, los valores de w_e en las espumas de PE parecerían mostrar un mínimo para las muestras de 2 mm, tanto en dirección MD como en TD, pero de aceptarse esta tendencia, ésta sólo podría explicarse a partir de una información detallada sobre las características microestructurales en función del espesor. En tanto se puedan elucidar tales eventuales diferencias, y en vista de los resultados, lo más razonable es aceptar un valor de w_e constante para cada tipo de espuma y dirección de fractura, en particular para las espumas de PP.

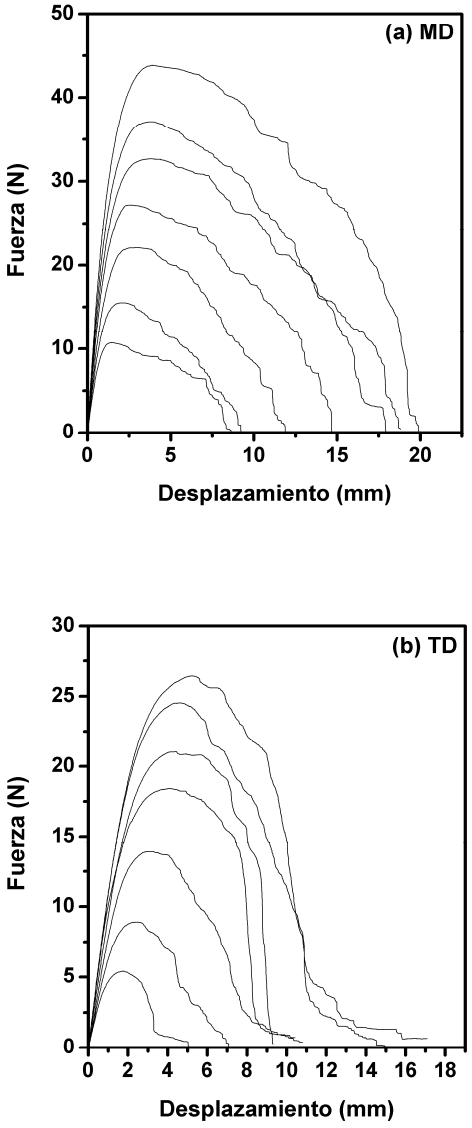


Figura 7. Curvas experimentales de espumas de PP de 1.5 mm de espesor en dirección (a) MD y (b) TD.

Por lo que respecta al término plástico, βw_p, los resultados parecen indicar una disminución en ambas direcciones para las espumas de PE con el incremento del espesor, pero un aumento para las espumas de PP. La mayor ductilidad que evidencian las espumas de polipropileno explicaría esta tendencia, pues un mayor espesor de muestra debería contribuir, en base a un

mayor desarrollo de plasticidad, a una mayor capacidad de absorción de energía de deformación durante la fractura. Por su parte, la limitada plasticidad que desarrollan las espumas de PE y el principal carácter elástico de su deformación está en buena concordancia con la tendencia decreciente de βw_p con el espesor pues, como ya se ha indicado, al aumentar el espesor de la espuma adquiere más importancia la etapa de propagación inestable.

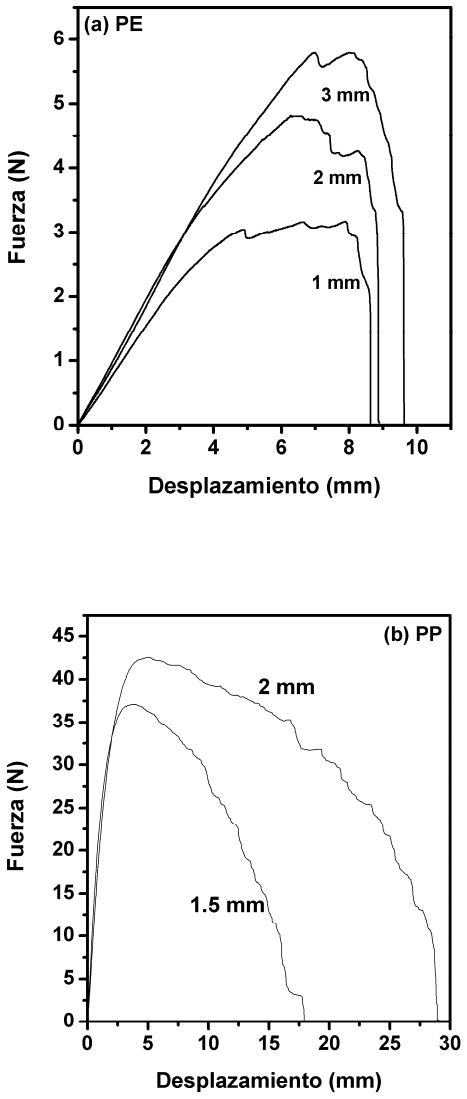


Figura 8 .Comparativa entre probetas en dirección MD con longitud de ligamento 10 mm y distintos espesores para espumas de (a) polietileno y (b) polipropileno.

No se ha encontrado en la literatura [11, 12] un consenso a la hora de evaluar la influencia del espesor sobre los parámetros de fractura obtenidos con la metodología del EWF. Uno de los problemas relativos al estudio del efecto de dicha variable es la dificultad de cambiar el espesor sin producir variaciones en la microestructura del material, pues la velocidad de enfriamiento varía a lo largo del espesor de la lámina o película. Serán necesarios análisis complementarios para estudiar el detalle de los aspectos microestructurales de espumas en relación con su espesor, a fin de esclarecer su eventual influencia sobre los parámetros de fractura.

5. CONCLUSIONES

Se aplicó el concepto del EWF a láminas de espuma de baja densidad de polietileno y polipropileno. Una corrección de la sección aparente a través de la densidad relativa de la espuma permitió obtener valores de los parámetros de fractura del mismo orden de magnitud y consistentes con los de películas no espumadas producidas por extrusión con similares poliolefinas.

La fractura transcurre de forma discontinua en estos materiales debido a su estructura celular. La rotura de celdas provoca caídas discontinuas en la fuerza registrada. Como consecuencia, el error experimental asociado a la determinación de los parámetros de fractura resulta considerable. Dependiendo del material, orientación relativa de la grieta, espesor y longitud de ligamento, se aprecia una etapa final de fractura inestable que parece estar en relación con un estado tensional alejado de la condición de tensión plana.

Las espumas de PP resultaron más tenaces que las PE, fruto de su mayor resistencia y ductilidad. La tenacidad a la fractura resultó mayor en las espumas ensayadas en dirección MD que en las TD, fruto de las diferentes características cristalinas en ambas direcciones.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación del proyecto MAT2007-62956.

REFERENCIAS

[1] Rodríguez-Pérez MA, *Adv Polym Sci* 184 (2005) 97.
[2] Maspoch M.Ll., Ferrer-Balas D., Gordillo A., Santana O.O., *J. Appl. Polym. Sci.*, 73 (1999) 177.
[3] Ferrer-Balas D., Maspoch M.Ll., Martínez A.B., Ching E., Li RKY., Mai Y.W, *Polymer* 42 (2001) 2665.
[4] Arencón D., Velasco J.I., Realinho V., Maspoch M. Ll., *Polymer Testing* 26 (2007) pp. 761.
[5] Arencón D, Velasco JI., *J. Mater. Sci.* 36 (2001) 179
[6] E. Clutton, "Testing Protocol for Essential Work of Fracture", in Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites, ESIS Series 28 (Elsevier, Oxford), 2001, pp. 177-195.
[7] R. Hill, *J. Mech. Phys. Solids* 1 (1952) 19.
[8] Fasce L., Chiaverano G., Lach R., Frontini P. *Macromol. Symp.* 247 (2007) 271.
[9] Gámez-Pérez J., *Tesis doctoral, UPC,* 2006.
[10] Gámez-Perez J., Muñoz P., Velasco J.I., Martínez A.B., Maspoch M.Ll., *J. Mater. Sci.* 40 (2005) 1967.
[11] Maspoch M.Ll., Hénault V., Ferrer D., Velasco J.I., Santana O.O. *Polym. Testing* 19 (2000) 559.
[12] Karger-Kocsis J., Czigány T., Moskala E.J., *Polymer* 38 (1997) 4587.

ESTUDIO DE LA INTERCONVERSIÓN ENTRE LAS FUNCIONES DE COMPORTAMIENTO DE UN MATERIAL VISCOELÁSTICO

P. Fernández Fernández, D. Rodríguez Argüelles, M.J. Lamela Rey, A. Fernández Canteli

Dpto. de Construcción e Ingeniería de Fabricación, EPS de Ingeniería de Gijón
Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón
E-mail: fernandezpelayo.uo@uniovi.es

RESUMEN

La utilización de los polímeros o materiales de base polimérica en ingeniería mecánica, civil o electrónica ha ido en aumento a medida que se han desarrollado nuevas tecnologías de materiales. Las diferentes posibilidades de aplicación y condiciones de trabajo de estos materiales hacen que sea necesario tener un amplio conocimiento de las distintas funciones de comportamiento viscoelástico de los mismos, es decir, los módulos de relajación y fluencia, módulo dinámico, etc. En ciertos casos estas funciones no pueden obtenerse experimentalmente, por lo que se recurre a métodos aproximados de interconversión entre las mismas. En este trabajo se presenta el trabajo experimental desarrollado en un equipo DMA para la determinación de las funciones de comportamiento de un material viscoelástico lineal (PMMA) y se comparan las funciones obtenidas con las calculadas utilizando métodos de interconversión. Los resultados muestran como las funciones obtenidas mediante los métodos de interconversión se ajustan aceptablemente a las funciones experimentales.

ABSTRACT

The use of polymers and polymers-based composites in mechanical, civil and electronic engineering has been growing according to the advances in the technology of materials. The different applications and working conditions of these materials require the knowledge of their viscoelastic material functions: relaxation modulus, compliance, complex modulus, etc. Interconversion between these functions may be required for different reasons such as the impossibility of direct experiment under certain excitation condition. In this work a DMA is used to calculate the experimental viscoelastic functions of a linear viscoelastic material (PMMA). The same functions are estimated by interconversion methods and compared with the experimental ones. The results show that the interconversion functions fit properly with the experimental functions.

PALABRAS CLAVE: Viscoelasticidad, polímeros, interconversiones.

1. INTRODUCCIÓN

El estudio del campo de los materiales de carácter viscoelástico ha ido en aumento en los últimos tiempos debido, entre otros, al aumento de la utilización de materiales poliméricos o de base polimérica, nuevas aplicaciones con maderas o los avances y exigencias de los materiales aplicados en el campo de la biomecánica.

El uso de estos materiales en los cálculos de ingeniería requiere una caracterización correcta de los mismos, que la mayoría de las veces se aleja del estudio clásico de los materiales elástico lineales. Una característica fundamental de los materiales viscoelásticos es la dependencia del tiempo y de la temperatura de sus propiedades mecánicas, como por ejemplo el módulo de relajación, E(t), el coeficiente de Poisson μ(t) o el módulo volumétrico, K(t). Estas variaciones en las propiedades hacen que la caracterización correcta del material sea un proceso complejo. Existen 12 módulos viscoelásticos diferentes que están interrelacionados entre sí, siendo necesario la determinación de al menos 2 de ellos para la caracterización viscoelástica del material. Estas funciones responden al diferente tipo de solicitación impuesta al material:

a) Módulos de relajación y de fluencia, si se aplica una deformación o tensión constante al material, respectivamente.

b) Módulos estáticos (dominio del tiempo) y módulos complejos (dominio de la frecuencia), si la carga es de carácter estático o de carácter oscilatorio.

c) Módulo uniaxial, de cortadura o volumétrico, si la solicitación corresponde a la aplicación de cargas uniaxiales, de cortadura o volumétricas.

Las denominaciones de las funciones de comportamiento, así como los respectivos coeficientes de Poisson para cada tipo de ensayo, se recogen en la tabla 1.

Tabla 1. Distintos módulos para un material viscoelástico.

Solicitación	Tiempo		Frecuencia	
	Relajación	Fluencia	Relajación	Fluencia
Cizalladura	G(t)	J(t)	G*(ω)	J*(ω)
Volumétrica	K(t)	B(t)	K*(ω)	B*(ω)
Uniaxial	E(t)	D(t)	E*(ω)	D*(ω)
C. Poisson	$\mu_r(t)$	$\mu_f(t)$	$\mu_r^*(\omega)$	$\mu_f^*(\omega)$

La realización de todos los ensayos que definen el comportamiento del material, resulta ser, en la mayoría de situaciones, un proceso inviable, ya sea por limitaciones de carácter económico, de tiempo, de equipos de ensayos o, incluso, debidas al material a caracterizar, que no permita ensayos bajo alguna de las solicitaciones de la tabla 1. Por estos motivos, las funciones de interconversión entre los distintos módulos del material constituyen una herramienta importante en el estudio de la viscoelasticidad.

Un grupo importante dentro de los materiales viscoelásticos son aquellos que presentan un comportamiento viscoelástico lineal [1]. En estos materiales la resolución de las ecuaciones que relacionan las distintas funciones se pueden abordar, de una manera relativamente sencilla, a través de diferentes métodos [2-7].

Las funciones de interconversión se pueden clasificar siguiendo los criterios presentados en la tabla 1, es decir, según el tipo de carga aplicada (axial, de cizalladura o volumétrica), según el tipo de ensayo realizado (relajación o fluencia) y según que la carga sea estática o dinámica.

En el caso de conversiones atendiendo al tipo de carga axial, de cizalladura o volumétrica, las relaciones entre los módulos de un material elástico lineal se encuentran bien definidas y es posible obtenerlas aplicando el principio de correspondencia [8, 9]. Gracias a ello, conocidos dos módulos cualesquiera del material, se pueden determinar el resto. Para este tipo de interconversiones se recomienda, por ser el caso más sencillo, obtener experimentalmente el módulo axial de relajación estático y el coeficiente de Poisson [5], ambos medidos en la misma probeta y durante el mismo ensayo [6].

En los casos de interconversión según el tipo de ensayo de fluencia o relajación y según el carácter estático o dinámico de la carga, a pesar de existir relaciones integrales entre las funciones viscoelásticas, no resulta sencillo calcular su solución exacta y, por tanto, se han desarrollado métodos alternativos de interconversión como, por ejemplo, a través de modelos de Maxwell y Kelvin generalizados, o incluso de métodos de interconversión experimentales [10]. El alcance o las limitaciones de cada método dependen de su fundamento teórico y de las suposiciones y simplificaciones adoptadas en cada caso.

Aunque el estudio teórico de los distintos métodos de interconversión está bien documentado en la bibliografía especializada [1-10], no es fácil encontrar resultados experimentales que permitan estimar el error cometido al utilizar dichos métodos.

El objetivo de este trabajo es obtener los módulos axiales experimentales en los casos de relajación (estático y dinámico) y fluencia (estático) para un material viscoelástico lineal y compararlos con los módulos deducidos analíticamente a partir de las interconversiones.

2. ANÁLISIS TEÓRICO

Las distintas interconversiones entre las funciones viscoelásticas o módulos de relajación y fluencia, así como entre los módulos obtenidos en ensayos estáticos y dinámicos, se basan en las integrales constitutivas de la viscoelasticidad lineal [9]:

$$\sigma(t) = \int_0^t E(t-\tau)\frac{d\varepsilon(t)}{d\tau}\,d\tau \tag{1}$$

$$\varepsilon(t) = \int_0^t D(t-\tau)\frac{\partial\sigma}{\partial\tau}\,d\tau \tag{2}$$

A partir de las ecuaciones (1) y (2) se establece la siguiente relación entre el módulo de relajación *E(t)* y el módulo de fluencia *D(t)*:

$$\int_0^t E(t-\tau)\frac{dD(t)}{d\tau}\,d\tau = 1 \tag{3}$$

y mediante la transformada de Laplace se definen los módulos operacionales correspondientes a *E(t) y D(t):*

$$\tilde{E}(s) = s\int_0^\infty E(t)e^{-st}\,dt \tag{4}$$

$$\tilde{D}(s) = s\int_0^\infty D(t)e^{-st}\,dt \tag{5}$$

Combinando la ecuación (3) con las ecuaciones (4) y (5) se obtiene la siguiente relación entre los módulos operacionales:

$$\tilde{D}(s)\tilde{E}(s) = 1 \tag{6}$$

Asimismo, los módulos operacionales y los módulos complejos, debidos a cargas oscilatorias, se pueden relacionar, [1], mediante las siguientes expresiones:

$$E^*(\omega) = \tilde{E}(s)\big|_{s\to i\omega} \tag{7}$$

$$D^*(\omega) = \tilde{D}(s)\big|_{s\to i\omega} \tag{8}$$

donde *E*(ω)* es el módulo complejo y *D*(ω)* es el módulo de flexibilidad compleja.

Finalmente, sustituyendo las relaciones (7) y (8) en la ecuación (6) se llega a la ecuación fundamental para la interconversión entre ensayos dinámicos.

$$E^*(\omega)D^*(\omega) = 1 \tag{9}$$

2.1. Conversión de módulos estáticos a dinámicos: método de los coeficientes de Prony

Este método se basa en que los parámetros de las series de Prony [11], obtenidos al ajustar los datos experimentales del módulo de relajación mediante un modelo de Maxwell generalizado y el módulo de fluencia mediante un modelo de Kelvin generalizado, se pueden utilizar para generar las curvas de los módulos complejos respectivos.

Las ecuaciones respectivas de los modelos de Maxwell y Kelvin generalizados son las siguientes:

$$E(t) = E_\infty + \sum_{i=1}^{n} e_i \cdot \exp(-\frac{t}{\tau_i}) \tag{10}$$

$$D(t) = D_0 + \sum_{j=1}^{n} d_j \cdot \left(1 - \exp(-\frac{t}{\tau_j})\right) \tag{11}$$

donde e_i y τ_i son los coeficientes de la series de Prony para el caso de relajación y d_j y τ_j son los coeficientes de la serie de Prony para el caso de fluencia.

A partir de estas ecuaciones se pueden construir los módulos operacionales definidos anteriormente con las ecuaciones (4) y (5):

$$\tilde{E}(s) = E_\infty + \sum_{i=1}^{n} \frac{s\rho_i e_i}{s\rho_i + 1} \tag{12}$$

$$\tilde{D}(s) = D_0 + \sum_{j=1}^{n} \frac{d_j}{s\tau_j + 1} \tag{13}$$

Teniendo en cuenta las relaciones (7) y (8), se pueden calcular los módulos complejos, mediante su parte real (componente de almacenamiento) y su parte imaginaria (componente de pérdidas), a través las siguientes expresiones:

$$E'(\omega) = E_\infty + \sum_{i=1}^{n} \frac{\rho_i^{\,2}\omega^2 e_i}{\rho_i^{\,2}\omega^2 + 1} \tag{14}$$

$$E''(\omega) = \sum_{i=1}^{n} \frac{\tau_i \omega\, e_i}{\tau_i^{\,2}\omega^2 + 1} \tag{15}$$

$$D'(\omega) = D_0 + \sum_{j=1}^{n} \frac{d_j}{\tau_j^{\,2}\omega^2 + 1} \tag{16}$$

$$D''(\omega) = \sum_{j=1}^{n} \frac{d_j \tau_j \omega}{\tau_j^{\,2}\omega^2 + 1} \tag{17}$$

con las que se pueden calcular el módulo complejo y el módulo de flexibilidad compleja a partir de las coeficientes de las series de Prony de los módulos de relajación y fluencia, respectivamente.

2.2. Conversión entre módulos estáticos: método de Park – Schapery

El método de Park – Schapery [3] se basa en la resolución directa de la integral (3) utilizando los modelos de Maxwell y Kelvin generalizados para *E(t)* y *D(t)* respectivamente. Sustituyendo las ecuaciones de ambos modelos en (3), se tiene la siguiente ecuación:

$$\int_0^t \left(E_\infty + \sum_{i=1}^{m} e_i \cdot \exp\left(-\frac{t-\tau}{\rho_i}\right)\right) \cdot \left(D_0\delta(t) + \sum_{j=1}^{n} \frac{d_j}{\tau_j} \cdot \exp\left(-\frac{\tau}{\rho_i}\right)\right) d\tau = 1 \tag{18}$$

Conocido uno de los grupos de constantes $\{\rho_i, E_\infty \text{ y } e_i (i = 1,...,m)\}$ o $\{\tau_j, D_0 \text{ y } d_j (j = 1,...,n)\}$, los coeficientes de las series de Prony objetivo pueden obtenerse de la resolución de un sistema lineal de ecuaciones algebraicas, a partir de la solución analítica de la ecuación (18).

Si se desea encontrar *D(t)* a partir de *E(t)* el sistema de ecuaciones resulta:

$$A_{kj} \cdot d_j = B_k \tag{19}$$

De esta forma, si se desea encontrar *D(t)* a partir de *E(t),* el sistema de ecuaciones resulta ser:

$$A_{kj} = E_\infty \left(1 - \exp\left(-\frac{t_k}{\tau_j}\right)\right) + \sum_{i=1}^{m} \frac{\rho_i e_i}{\rho_i - \tau_j} \left(\exp\left(-\frac{t_k}{\rho_i}\right) - \exp\left(-\frac{t_k}{\tau_j}\right)\right)$$

$$B_k = 1 - \left(E_\infty + \sum_{i=1}^{m} e_i \cdot \exp\left(-\frac{t_k}{\rho_i}\right)\right) \Big/ \left(E_\infty + \sum_{i=1}^{m} e_i\right)$$

siendo t_k (k=1,…,p) el vector de tiempos discretos, cuyos valores corresponden al limite de integración superior de la ecuación (3). Para seleccionar dichos tiempos, se utiliza el método de colocación, donde *p=m* y $t_k = 2\tau_j$. Así en los tiempos t_k se puede asegurar que la ecuación (5) se cumple exactamente.

Si por el contrario se desea encontrar *E(t)* a partir de *D(t)* se debe despejar el vector de parámetros de Prony de relajación (objetivo), resultando el sistema sistema:

$$A_{ki} \cdot e_i = B_k \tag{20}$$

donde e_i es el vector de parámetros de Prony de relajación (objetivo) y:

$$A_{ki} = D_g \exp\left(-\frac{t_k}{\rho_i}\right) + \sum_{j=1}^{n} \frac{\rho_i d_j}{\rho_i - \tau_j}\left(\exp\left(-\frac{t_k}{\rho_i}\right) - \exp\left(-\frac{t_k}{\tau_j}\right)\right)$$

$$B_k = 1 - \left(D_g + \sum_{j=1}^{n} d_j \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{t_k}{\tau_j}\right)\right)\right) \Big/ D_g + \sum_{j=1}^{n} d_j$$

En este caso el vector de tiempos discretos t_k se toma de forma que $t_k = \frac{1}{2}\rho_i$.

2.3 Conversión de módulos dinámicos a estáticos: Algoritmo de Ninomiya and Ferry

La resolución en este caso de manera directa o a través de modelos, como el de Maxwell o Kelvin, cuyos ajustes no son satisfactorios, resulta compleja, por lo que es habitual utilizar otros algoritmos como el experimental de Ninoyima y Ferry [10] donde los módulos de relajación y fluencia se obtienen mediante las siguientes expresiones:

$$E(t) \approx \left[E'(\omega) - 0.4E''(0.4\omega) + 0.014E''(10\omega)\right]_{\omega=1/t}$$

$$D(t) \approx \left[D'(\omega) + 0.4D''(0.4\omega) - 0.014D''(10\omega)\right]_{\omega=1/t}$$

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

3.1. Equipo de ensayos

En este trabajo, el programa experimental fue realizado en un analizador dinamo-mecánico DMA-RSA3, de *TA Instruments*. El equipo dispone de una cámara de temperatura controlada, que permite realizar ensayos en un amplio rango de temperaturas desde -60 ºC a 150 ºC, y de una célula de carga y un servo motor independientes, que posibilita la aplicación de cargas estáticas y oscilatorias. En el caso de los ensayos estáticos se utilizó un útil de flexión en tres puntos y para los ensayos oscilatorios un útil de flexión en tres puntos empotrados.

3.2. Material de ensayo

Para la comprobación de las interconversiones se eligió como material de ensayo un polimetil metacrilato (PMMA) de 2 mm de espesor. Las probetas se cortaron de una misma placa en paralelepípedos con las dimensiones adecuadas según el utillaje del ensayo: 40 x 10 mm para los ensayos estáticos y 40 x 5 mm para los ensayos dinámicos.

Una vez comprobada experimentalmente la influencia de la humedad en las propiedades viscoelásticas del PMMA, ver figura 1, antes de los ensayos el material se mantuvo en una estufa a 40ºC durante una semana.

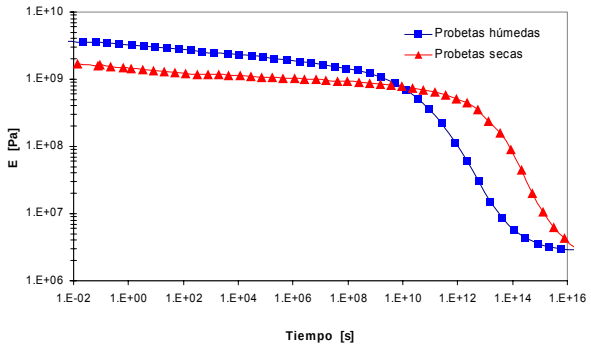


Figura 1. Influencia de la humedad en el módulo de relajación del PMMA.

3.3. Obtención de los módulos del PMMA

Las curvas maestras del módulo de relajación, módulo de fluencia y módulo complejo del PMMA se obtuvieron mediante el principio de superposición temperatura tiempo (TTS) [9, 13] para una temperatura de referencia de 40 ºC. Los factores de ajuste horizontal para la aplicación del TTS se obtienen a través de la ecuación de William, Landel y Ferry (WLF) [12]. En la figura 2 se muestran las curvas obtenidas para las diferentes temperaturas en el caso del módulo de relajación. Los parámetros utilizados en los distintos ensayos se muestran en la tabla 2.

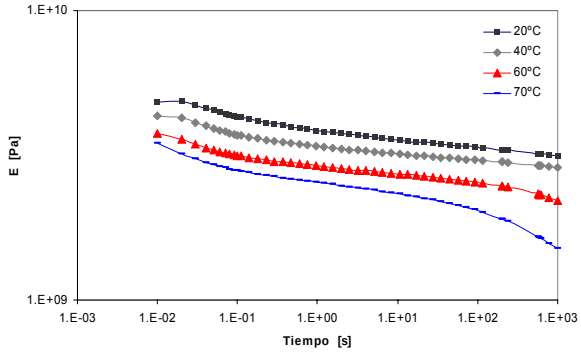


Figura 2. Curvas del módulo de relajación a diferentes temperaturas.

4. RESULTADOS

Una vez obtenidos experimentalmente los distintos módulos, se realizaron las interconversiones entre los mismos y se compararon los resultados.

Tabla 2. Parámetros de los ensayos realizados.

	Relajación	Fluencia	Complejo
Nº de ensayos	4	5	7
Rango de temperaturas	20 - 70ºC	20 - 70ºC	40 - 75ºC
Duración / Barrido de ω	1000 s	1000 s	0.01-80 Hz

4.1. Módulo de relajación

La figura 3 muestra la curva de relajación obtenida experimentalmente y la obtenida a partir del módulo de fluencia mediante el método de conversión de Park-Schapery.

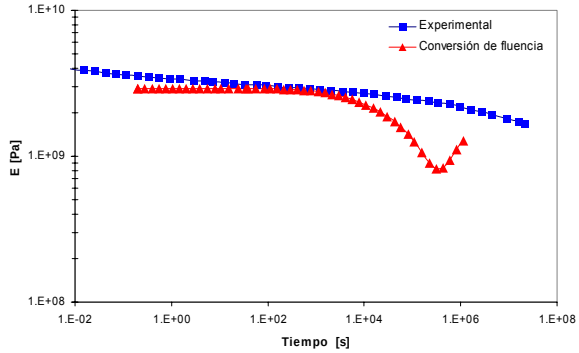


Figura 3. Resultado de la conversión de fluencia a relajación.

Mediante este método, el módulo de relajación obtenido mediante conversión es inferior al obtenido experimentalmente, por tanto, proporciona una menor rigidez al material y para un tiempo de 10 segundos, el error relativo cometido respecto a la curva experimental es de un 8,5%. Conviene destacar que los últimos puntos de la curva obtenida mediante conversión se separan significativamente de la curva experimental, fenómeno que se repite siempre que se realiza este tipo de conversión.

Tal como se muestra en la figura 4, el módulo de relajación también se puede obtener a partir de las componentes del módulo complejo, mediante el algoritmo de Ninomiya y Ferry. En este caso, el error relativo entre ambas curvas, para un tiempo de 10 segundos es de un 14.7%.

En este caso, el módulo de fluencia obtenido mediante la conversión es inferior al experimental en todo el dominio analizado. Para un tiempo de 10 segundos el error relativo entre ambas curvas es de un 21%.

4.2. Módulo de fluencia

En la figura 5 se muestra la curva de fluencia obtenida experimentalmente y la obtenida a partir del módulo de relajación mediante el método de Park-Schapery.

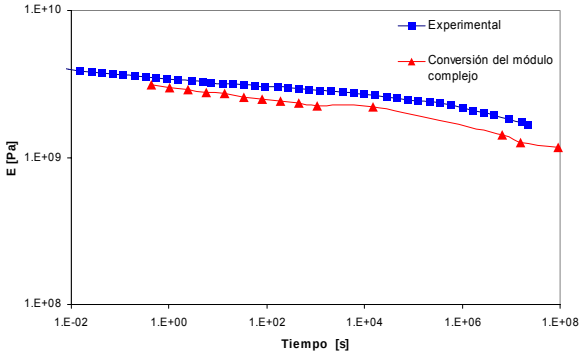


Figura 4. Resultado de la conversión del módulo complejo al módulo de relajación.

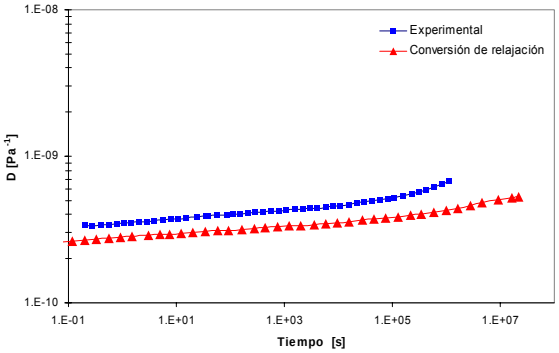


Figura 5. Resultado de la conversión de relajación a fluencia.

4.3. Componentes del módulo complejo

La componente real (almacenamiento) e imaginaria (pérdidas) del módulo complejo se obtienen mediante el método de los coeficientes de Prony, a partir del módulo de relajación obtenido experimentalmente.

En la figura 6 se representa el resultado obtenido para la componente de almacenamiento, *E'*, dando lugar a valores de la conversión superiores a los obtenidos experimentalmente. A una frecuencia de 1Hz el error entre ambas curvas es del 8.5%.

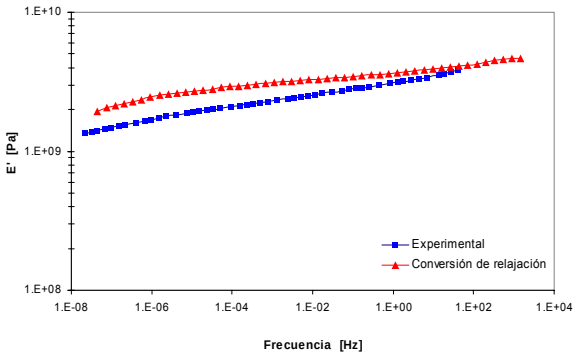


Figura 6. Resultado de la conversión de relajación a componente de almacenamiento.

En la figura 7 se puede observar el resultado obtenido para la componente de pérdidas, E". Aquí el error

cometido al aproximar la curva mediante la conversión es superior que en los casos anteriores, alcanzando un 33% para una frecuencia de 1 Hz. Aunque la diferencia entre ambas curvas es elevada, resulta importante señalar las dificultades para obtener experimentalmente la curva de *E''* mediante la aplicación del principio TTS.

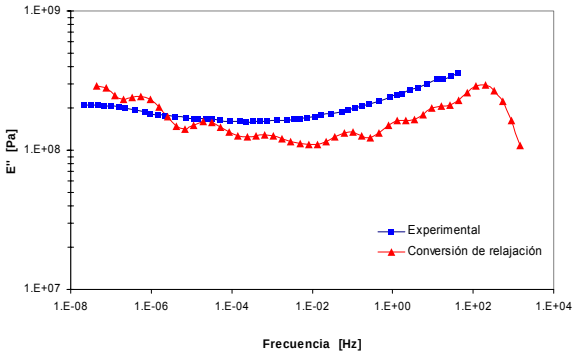


Figura 7. Resultado de la conversión de relajación a componente de pérdidas.

CONCLUSIONES

1) Los métodos de interconversión entre las funciones viscoelásticas analizados proporcionan unos resultados aceptables, dentro de la dispersión esperada.

2) Dado que los ensayos de relajación son los más sencillos de realizar, las interconversiones pueden proporcionar un método adecuado para la obtención de los módulos de fluencia y módulo dinámico, cuyos ensayos son más complejos.

2) El efecto de la humedad en la caracterización viscoelástica de los polímeros es un factor importante que no se debería de obviar.

3) La aplicación del principio TTS no siempre proporciona resultados adecuados, por lo que resultaría adecuado buscar nuevos métodos de ajuste para la obtención de curvas maestras.

4) La aplicación de interconversiones es una metodología simple para la obtención de los distintos módulos, por lo que sería recomendable ampliar los estudios experimentales a otros materiales viscoelásticos lineales y conocer así sus limitaciones.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo económico recibido de los Planes Nacional y Regional de Investigación, a través de la subvención de los proyectos BIA2005-03143 y FC-04-EQP-21, respectivamente, así como la beca de investigación financiada por el IUTA.

REFERENCIAS

[1] Tschoegl, N.W. *The Phenomenological Theory of Linear Viscoelastic Behavior.* Springer-Verlag, Berlin, 1989.

[2] Emri I., B.S. Von Bernstorff, R. Cvelbar, A. Nikonov. *Re-examination of the approximate methods for interconversion between frequency- and time-dependent material functions. Journal of Non. Newtonian Fluid Mechanics*, vol.129 (2), 75-84. 2005.

[3] S. W. Park, R. A. Schapery, 1999. *Methods of interconversion between linear viscoelastic material functions. Part I - A numerical method based on Prony series.* International Journal of Solids and Structures, vol.36 (11), 1653-1675

[4] S. W. Park, R. A. Schapery, 1999. *Methods of interconversion between linear viscoelastic material functions. Part II – An approximate analytical method.* International Journal of Solids and Structures, vol.36 (11), 1677-1699

[5] Lakes, R. S. and Wineman, A. *On Poisson's Ratio Linearly Viscoelastics Solids.* Journal of Elasticity (2006). 85:45-63. DOI 10.1007/s10659-006-9070-4.

[6] Tschoegl N.W.; Knauss W.G.; Emri I. *Poisson's Ratio in Linear Viscoelasticity – A critical review.* Mechanics of Time-Dependent Materials, Volume 6, Number 1, 2002 , pp. 3-51(49).

[7] Sorvari, J. and Malinen M. *Numerical interconversión between linear viscoelastic material functions with regularization.* International Journal of Solids and Structures 44 (2007) pp. 1291-1303.

[8] París, F. *Teoría de Elasticidad.* Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales, Universidad de Sevilla, 2000. ISBN: 84-88783-33-7

[9] Rod Lakes. *Viscoelastic solids*, CRC Press, 1998.

[10] K.Ninomiya, J.D. Ferry, 1959. *Some approximate equations useful in the phenomenological treatment of linear viscoelastic data.* Journal of Colloid Science, 14, 36-48.

[11] Tzikang Chen. *Determining a Prony Series for a Viscoelastic Material from Time Varyng Strain Data.* NASA /TM-2000-210123, ARL-TR-2206. 2000.

[12] Williams, M.L., Robert F. Landel and John Ferry. *The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids*. Department of chemistry, University of Wisconsin. 1955.

[13] Ferry, J. D. *Viscoelastic Properties of Polymers*. John Wiley & Sons. 3ª Edición, New York. (1980).

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

LOCALIZACIÓN DE DAÑO Y PREDICCIÓN DE VIDA A FATIGA DE UNA BARRA EN VOLADIZO

P. Fernández Fernández, M. López Aenlle, A. Fernández Canteli,
A. Sendín Alvárez, M.A. Serrano López

Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación
Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, Bloque 7, s/n, 33203, Gijón, España.
E-mail: aenlle@uniovi.es

RESUMEN

El fallo a fatiga es uno de los criterios a considerar en el dimensionamiento de estructuras y componentes mecánicos sometidos a cargas de magnitud variable. El fallo catastrófico de estructuras en servicio se puede evitar con técnicas adecuadas de detección y localización de los daños producidos por el efecto de la fatiga y la vida útil de la estructura se puede incrementar mediante medidas correctoras apropiadas. El análisis modal es una herramienta muy utilizada en ingeniería mecánica y en ingeniería estructural para determinar sus características dinámicas y para la monitorización. La realización de análisis modal de forma periódica permite detectar cambios de las propiedades dinámicas de la estructura, a partir de los cuales se puede detectar y localizar el daño. En este trabajo se presentan los resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre barras de acero St-275 dispuestas en voladizo. Se utilizó la técnica del análisis modal para detectar y localizar el daño a fatiga. Finalmente, los resultados experimentales obtenidos se comparan con los predichos aplicando modelos clásicos del campo S-N y modelos de crecimiento de grieta.

ABSTRACT

Fatigue failure is an important criterion to consider in the design of structures and mechanical components. Catastrophic failure of structures in service conditions can be avoided using adequate techniques to detect and localize fatigue damages and the structure fatigue life can be extended by means of suitable reinforcement and repairing. Modal analysis is a tool used in mechanical and structural engineering to estimate dynamic properties and also in structural health monitoring. Modal analysis applied periodically allow us to detect structural dynamic property modifications, from which the damage can be detected and localized. In this work, the experimental results corresponding to the fatigue tests carried out on steel St-275 cantilever beams, are presented. Finally, the experimental results are compared with those predicted applying S-N and crack growth models.

PALABRAS CLAVE: Análisis modal, fatiga

1. INTRODUCCIÓN

El fallo por fatiga es uno de los principales criterios de dimensionamiento a considerar en estructuras y sistemas mecánicos [1,2]. La normativa actual permite dimensionar a fatiga mediante dos métodos distintos, el método de la tolerancia al daño y el método de la vida segura [3].

El método de la tolerancia al daño consiste en dimensionar la estructura de forma que, con un adecuado nivel de fiabilidad, pueda mantener la resistencia y aptitud para el servicio previstos en el proyecto de la misma durante su vida útil, contando con un plan de inspección y mantenimiento, incluido en el proyecto de la estructura, para detectar y corregir cualquier grieta de fatiga que pueda aparecer a lo largo de la vida útil de la estructura. Este método exige utilizar detalles constructivos, materiales y niveles tensionales, tales que conduzcan a una baja velocidad de crecimiento de grieta y a un tamaño crítico de grieta lo mayor posible.

El análisis modal es una herramienta muy utilizada en ingeniería mecánica y en ingeniería estructural para la caracterización dinámica, monitorización y mantenimiento, etc. En medianas y grandes estructuras se utiliza principalmente el análisis modal con excitación natural, conocido también como análisis modal operacional [4]. En este caso, la vibración de la estructura está producida por las acciones ambientales u operacionales a las que ésta está normalmente sometida, tales como viento, oleaje del mar, tráfico, irregularidades de la carretera, etc.

Una aplicación importante del análisis modal es la detección y localización de daño en estructuras, a partir de las variaciones detectadas en los parámetros modales (frecuencias naturales, modos de vibración y

amortiguamiento) de la misma, con el transcurso del tiempo.

En este trabajo se presentan los resultados de los ensayos de fatiga realizados sobre dos barras de acero St-275 dispuestas en voladizo. Los parámetros modales se determinaron de forma periódica mediante análisis modal operacional y la localización del daño se realizó mediante la técnica de los vectores de localización de daño (DLV). Finalmente, los resultados experimentales obtenidos se comparan con los predichos aplicando modelos clásicos del campo S-N y modelos de crecimiento de grieta.

2. ANALISIS MODAL OPERACIONAL (OMA)

El análisis modal operacional (OMA) es una técnica muy utilizada en la estimación de parámetros modales en un amplio abanico de aplicaciones, principalmente grandes estructuras. La diferencia principal con el análisis modal tradicional radica en que no es necesario conocer las cargas que se aplican sobre la estructura para estimar los parámetros modales.

Los ensayos se llevan a cabo midiendo las respuestas de la estructura (aceleraciones) bajo las condiciones de servicio de la misma, como por ejemplo, cargas de viento, oleaje, cargas de tráfico, etc. En el caso de ensayos en laboratorio, se utilizan cargas artificiales de naturaleza aleatoria que simulen las condiciones reales de trabajo de la estructura.

Las técnicas más utilizadas para la identificación modal en análisis modal operacional son la descomposición en el dominio de la frecuencia [4] y los métodos de identificación de subespacios estocásticos [4].

La matriz de densidad espectral de la respuesta, $[G_{yy}(\omega)]$ se puede descomponer en coordenadas modales mediante:

$$[G_{yy}(\omega)] = [\Phi][G_{qq}(\omega)][\Phi]^T \quad (1)$$

donde $[G_{qq}(\omega)]$ es la matriz espectral de las coordenadas modales y $[\Phi]$ la matriz que contiene los modos de vibración.

El método de descomposición en el dominio de la frecuencia [5,6] se basa en descomponer la matriz $[G_{yy}(\omega)]$ en valores singulares para cada una de las frecuencias del espectro, es decir:

$$[G_{yy}(\omega)] = [U][S][V]^T \quad (2)$$

donde $[U]$ y $[V]$ son los vectores singulares, que son vectores unitarios, y $[S]$ es una matriz diagonal que contiene los valores singulares.

Identificando las ecuaciones (1) y (2) se deduce que los vectores singulares son estimadores de los modos de vibración y los valores singulares son estimadores de la matriz espectral de las coordenadas modales $[G_{qq}(\omega)]$, a partir de las cuales se pueden determinar las frecuencias naturales y el amortiguamiento.

Los métodos de identificación de subespacios estocásticos [7,8] ajustan modelos paramétricos a las respuestas registradas en el dominio del tiempo. El modelo dinámico en ecuaciones de espacio de estado se puede expresar mediante:

$$\begin{aligned} x_{t+1} &= [A]x_t + w_t \\ y_t &= [C]x_t + v_t \end{aligned} \quad (3)$$

donde x_t es el vector de estado en el instante t, $[A]$ es la matriz del sistema, y_t es el vector de las respuestas en el instante t y $[C]$ es la matriz de observabilidad. w_t y v_t son dos procesos estocásticos que representan el ruido debido a perturbaciones e inexactitudes en el modelo y el ruido introducido en las medidas, respectivamente. En análisis modal operacional la excitación de entrada es desconocida, por lo que ésta se supone implícita en los procesos w_t y v_t.

Las frecuencias naturales e índices de amortiguamiento del sistema se obtienen a partir de la matriz de estado [A] y los modos de vibración se obtienen a partir de la matriz de observabilidad [C].

3. LA TECNICA DE LOS VECTORES DE LOCALIZACIÓN DE DAÑO (DLV)

El método de los vectores de localización de daño (DLV) [9,10,11] se basa en que el daño producido en una estructura puede ser identificado y localizado mediante variaciones de la matriz de flexibilidad $[\Delta F]$.

La matriz de flexibilidad $[\Delta F]$, correspondiente a dos estados de la estructura y que denominaremos estados "$_0$" y "$_I$", se puede determinar a partir de los parámetros modales de ambos estados, mediante:

$$[\Delta F] = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\{\phi_{0i}\}\cdot\{\phi_{0i}\}^T}{\omega_{0i}^2} - \frac{\{\phi_{Ii}\}\cdot\{\phi_{Ii}\}^T}{\omega_{Ii}^2} \right) \quad (4)$$

donde ω_i y $\{\phi_i\}$ indican i-ésima frecuencia natural y modo de vibración, respectivamente.

La matriz $[\Delta F]$ se puede descomponer en valores singulares mediante:

$$[\Delta F] = [U][S][V]^T = [U]\begin{bmatrix}[S_R] & 0\\ 0 & [S_L]\end{bmatrix}\begin{bmatrix}[R]\\ [L]\end{bmatrix}^T \qquad (5)$$

donde $[U]$ y $[V]$ son los vectores singulares, que son vectores unitarios y $[S]$ es una matriz diagonal que contiene los valores singulares.

Los valores singulares S_L de la matriz $[S]$ tienen asociados vectores [L] en la matriz de vectores singulares $[V]$. Cuando estos vectores son tratados como cargas sobre el sistema, los campos de tensiones creados sobre los elementos dañados del sistema son nulos. Por lo tanto, estos vectores, conocidos como Vectores de Localización de Daño o 'DLV' se pueden utilizar para localizar los elementos dañados del sistema, es decir, las zonas de tensión nula son puntos potenciales de daño en la estructura [9,10,11].

En barras a flexión, la tensión característica en cada elemento se puede calcular como [10]:

$$\sigma = \sqrt{M_1^2 + M_2^2 + M_1 M_2} \qquad (6)$$

siendo M_1 y M_2 los momentos en los extremos del elemento.

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES PARA BARRA ENTALLADA EN VOLADIZO.

4.1. Ensayos

Los ensayos se realizaron sobre una viga en voladizo de acero S-275, longitud 1340 mm y sección tubular rectangular de 50x30x3 mm (figura 1).

Para facilitar el inicio de la grieta, se realizó una entalla en V, cuya geometría y localización se muestra en la figura 1.

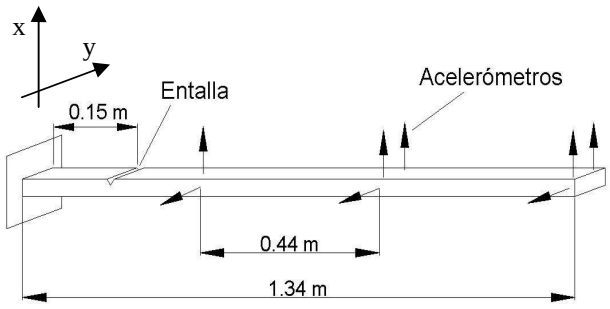


Figura 1. Estructura utilizada en los ensayos

La estructura se sometió a fatiga aplicando una carga sinusoidal de amplitud constante, R=-1 y frecuencia 17 Hz (coincidente con la primera frecuencia natural a flexión) en el extremo de la viga, utilizando un excitador electrodinámico MB DYNAMICS de 110 N de fuerza máxima. La amplitud de la fuerza se fue modificando durante el ensayo (figura 2). Inicialmente se utilizaron niveles bajos de fuerza y se fue aumentando la amplitud hasta conseguir el inicio de la grieta. Una vez iniciada, se redujo el nivel de fuerza para conseguir en el extremo de la viga los valores de aceleración mostrados en la figura 2.

Para realizar el análisis modal se utilizaron 8 sensores de aceleración B&K 4508B con una sensibilidad de 100 mv/g, dispuestos según se muestra en la figura 1.

En la tabla 1 se muestran las frecuencias naturales de la viga con entalla antes de ser sometida a fatiga.

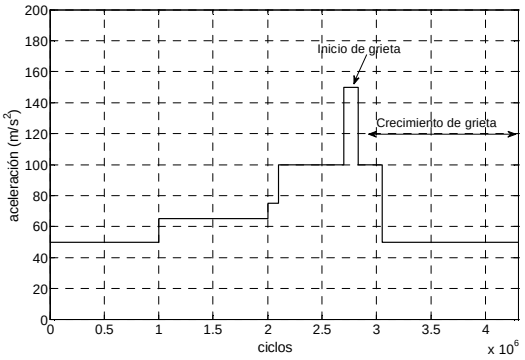


Figura 2. Amplitud de aceleración utilizada en los ensayos

Tabla 1. Frecuencias naturales de la viga.

Modo	1	2	3	4	5	6	7
Frec. (Hz)	17,33	25,88	108,4	158,6	297,4	432,0	444,8
Tipo	Flex	Flex	Flex	Flex	Flex	Flex	Tors
Direc	x	y	x	y	x	y	-

4.2. Inicio de grieta

El valor de ΔK correspondiente a cada amplitud de carga se determinó numéricamente mediante el programa de elementos finitos ABAQUS. Se ha tenido en cuenta que para valores de $R < 0$ se puede despreciar el efecto de la parte negativa de la onda en el valor de ΔK [2], es decir, se ha considerado únicamente la parte positiva. Por otro lado, el valor umbral del factor de intensificación de tensiones para este tipo de aceros es aproximadamente $\Delta K_{TH} \approx 6{,}5\ \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

En la tabla 2 se puede observar que para que haya crecimiento de grieta a partir de la entalla, la amplitud del desplazamiento en el extremo de la viga debe ser mayor a 8 mm. Experimentalmente se comprobó que la grieta se inició cuando la amplitud en el extremo de la viga fue mayor a 8 mm. Una vez iniciada la grieta, el crecimiento se ha producido para amplitudes claramente menores (figura 2).

4.3. Detección y localización de daño

Periódicamente, se procedió a la parada del ensayo de fatiga y se realizó un análisis modal operacional de la estructura.

El registro de las aceleraciones se realizó durante 3 minutos utilizando una frecuencia de muestreo de 2000 Hz. Los parámetros modales de la barra se obtuvieron mediante la técnica de análisis modal operacional EFDD (descomposición en el dominio de la frecuencia) implementada en la aplicación ARTeMIS Extractor. En el estudio se consideraron los 3 primeros modos de vibración de flexión en dirección x y los tres de flexión en dirección y.

En la figura 3 se muestra la evolución de las frecuencias naturales, correspondientes a modos de vibración a flexión según el eje y (eje débil), en función del número de ciclos. A partir de los parámetros modales obtenidos en cada análisis, se calculó la matriz de flexibilidad en las direcciones x e y, a partir de las cuales se comprobó la presencia de daño mediante la técnica de los DLV [9,10,11].

Tabla 2. Amplitudes aplicadas en el ensayo y valores de ΔK estimados

Amplitud m/s^2	Amplitud en mm	ΔK $(MPa\sqrt{m})$	Crec. De grieta
50	4	3,0	No
65	5	3,9	No
75	6	4,5	No
100	8	6	No
150	12	9	Si
100	8	14	Si

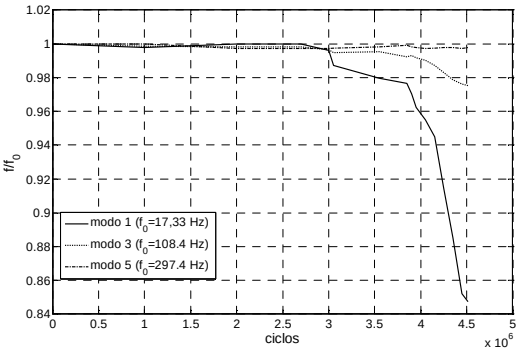


Figura 3. Evolución de la frecuencias naturales de flexión en dirección y (eje de menor inercia).

En la figura 4, se muestran los vectores [L] asociados a valores singulares nulos, obtenidos a partir de las matrices de flexibilidad correspondientes al estado entallado (antes de fatigar) y al estado en que la grieta se detectó por primera vez de forma visual ($3x10^6$ ciclos). Las fuerzas representadas corresponden a variaciones de flexibilidad a flexión en dos direcciones perpendiculares (x e y), a partir de las cuales se determinaron los diagramas de momentos flectores indicados en la figura. Las zonas en las que se anula el diagrama de momentos flectores son zonas potenciales de daño, ya que corresponden a puntos de tensión característica nula. Por tanto, el método detecta que en la zona de la entalla se ha desarrollado más daño que el producido por la propia entalla, efecto que se pudo confirmar al detectar visualmente crecimiento de grieta en la entalla.

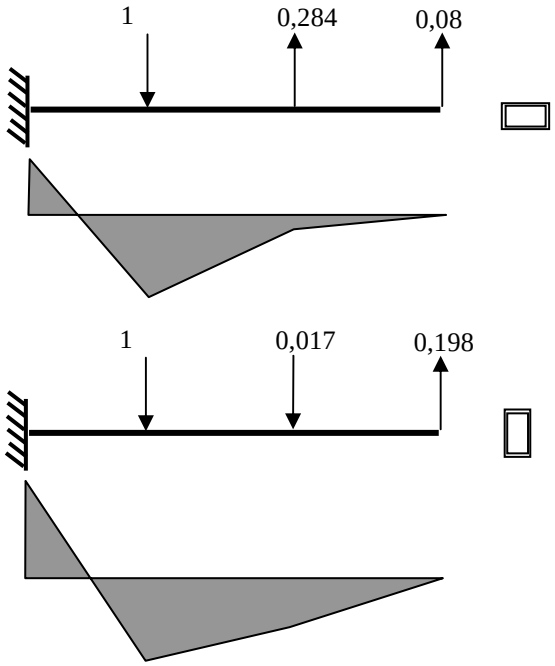


Figura 4. Vectores de cargas que permiten localizar la posición del daño.

4.4. Crecimiento de grieta

Una vez iniciada la grieta, la fuerza se controló para conseguir una aceleración en el extremo de la viga de 50 m/s^2.

Por otro lado, para cada tamaño de grieta se determinó con el programa ABAQUS el factor de intensificación de tensiones ΔK . Finalmente, utilizando la ecuación de Paris-Erdogan con parámetros típicos de los aceros dúctiles $C = 6{,}9\times10^{-12}$ y $m = 3$, se determinó la relación a-N [1,2,12]. En la figura 5 se muestra los valores experimentales obtenidos mediante inspección visual y los valores predichos a partir de los ΔK estimados numéricamente con elementos finitos.

5. RESULTADOS EXPERIMENTALES PARA BARRA CON POSTIZO EN VOLADIZO

5.1. Ensayos

Los ensayos se realizaron sobre una viga en voladizo de acero S-275, longitud 1050 mm y sección tubular rectangular de 50X030X3 mm (figura 6).

Para facilitar el inicio de la grieta, se colocó un postizo cerca del empotramiento, cuya geometría y localización se muestran en la figura 6.

La estructura se sometió a fatiga aplicando una carga sinusoidal de amplitud constante, R=-1 y frecuencia de 28 Hz (coincidente con la primera frecuencia natural a flexión) en el extremo de la viga, utilizando un excitador electrodinámico MB DYNAMICS de 110 N de fuerza máxima (figura). Durante todo el ensayo se controló la fuerza para mantener un desplazamiento constante en el extremo de la viga de 5 mm.

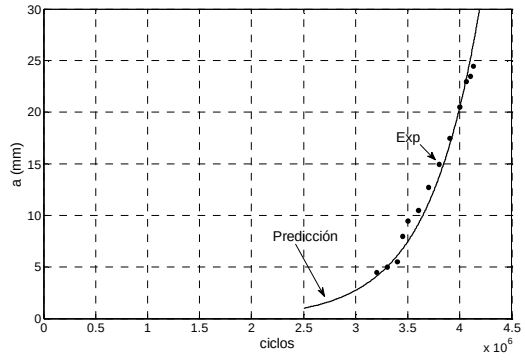


Figura 5. Relación a-N experimental y predicción.

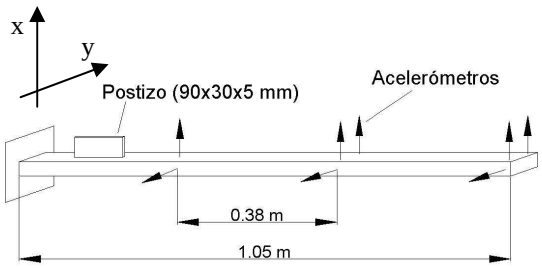


Figura 6. Estructura utilizada en los ensayos

Para realizar el análisis modal se utilizaron 8 sensores de aceleración B&K 4508B con una sensibilidad de 100 mv/g, cuya disposición se muestra en la figura 6.

En la tabla 2 se muestran las frecuencias naturales de la viga con postizo antes de ser sometida a fatiga.

Tabla 2. Frecuencias naturales de la viga.

Modo	1	2	3	4	5	6	7
Frec. (Hz)	28,85	43,65	176,7	269,1	479,0	614,2	727,3
Tipo	Flex.	Flex.	Flex.	Flex.	Flex.	Tors.	Flex.
Direc.	X	y	x	y	x	-	y

La rotura de la viga se produjo para 1850000 ciclos. El daño a fatiga consistió en una grieta desarrollada en la zona del empotramiento (figura 6). Esta grieta comenzó en el interior del tubo y no se observó visualmente hasta que habían transcurrido 1675000 ciclos. En la figura 7 se indican los eventos más significativos del ensayo.

5.2. Predicción de vida a fatiga

En esta viga existen dos tipos de uniones soldadas: la unión del tubo a la base mediante un cordón en ángulo sin penetración y la unión del postizo al tubo mediante cordón en ángulo sin penetración. De acuerdo con el EC3 [3], a la primera le corresponde la categoría 36 (unión de un tubo cuadrado o rectangular a una chapa) y a la segunda la categoría 63. Como consecuencia, el fallo por fatiga se debería producir en la base y, debido al efecto concentrador del postizo, en la misma cara del tubo en la que se dispuso el postizo.

Utilizando la curva S-N asociada a la categoría 63, un coeficiente de seguridad $\gamma_{mf} \cdot \gamma_{pf} = 1$ y un rango de tensión de $\Delta\sigma = 54$ MPa (equivalente a una amplitud de 5mm de desplazamiento en el extremo de la viga) el número de ciclos correspondiente a una probabilidad de fallo del 5% es de 343000 ciclos. El EC3 no aporta una metodología para estimar la dispersión, por lo que no se puede predecir un rango de ciclos para el fallo.

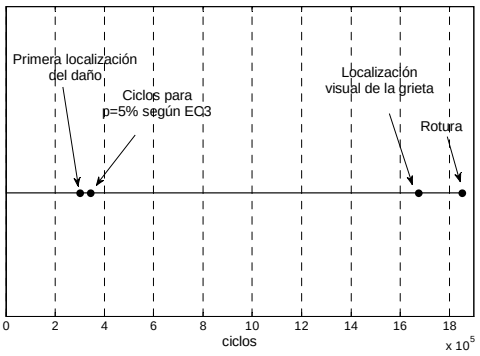


Figura 7. Secuencia de eventos

5.3 Detección y localización de daño

Periódicamente, se procedió a la parada del ensayo de fatiga y se realizó un análisis modal operacional de la estructura.

El registro de las aceleraciones se realizó durante 3 minutos utilizando una frecuencia de muestreo de 1500 Hz. Los parámetros modales de la barra se obtuvieron mediante la técnica de análisis modal operacional EFDD (descomposición en el dominio de la frecuencia) implementada en la aplicación ARTeMIS Extractor. En el estudio se consideraron los 3 primeros modos de vibración de flexión en dirección x y los tres de flexión en dirección y.

El análisis modal realizado cuando habían transcurrido 300000 ciclos, permitió detectar la presencia de daño.

En la figura 8, se muestra el vector L asociado a dos valores singulares nulos, obtenido a partir de las matrices de flexibilidad correspondientes al estado inicial y después de 300000 ciclos. Las fuerzas representadas corresponden a variaciones de flexibilidad a flexión en x, a partir de las cuales se determinaron los diagramas de momentos flectores indicados en la figura. La zona en las que se anula el diagrama de momentos flectores (tramo comprendido entre el empotramiento y la primera fila de sensores) es una zona potencial de daño, ya que corresponden a puntos de tensión característica nula. El primer DLV proporciona dos zonas potenciales de daño, pero el segundo DLV confirma que el daño se está desarrollando en la zona del empotramiento.

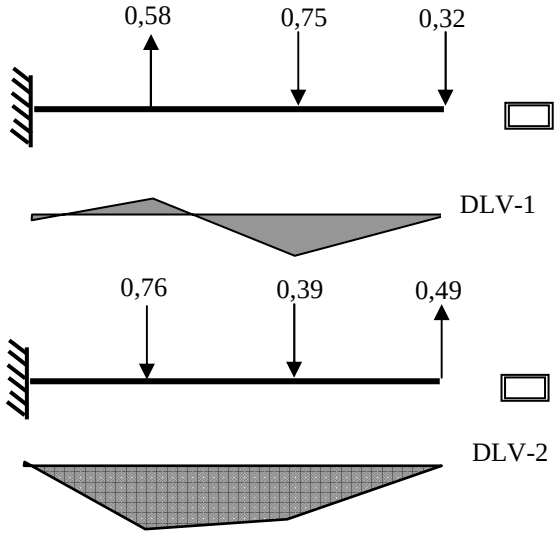


Figura 8. Localización de daño mediante el DLV

La aplicación de la técnica del DLV para mayores números de ciclos, confirmó la localización del daño en la zona del empotramiento.

6. CONCLUSIONES

Se ha aplicado con éxito la técnica del análisis modal para la detección y localización de daño a fatiga en barras de acero soldadas dispuestas en voladizo.

Los cambios en las propiedades dinámicas de una estructura sometida a fatiga, obtenidos mediante análisis modal, permiten detectar la presencia de daño.

La técnica de los vectores de localización de daño ha permitido localizar la posición del daño en las dos barras en voladizo ensayadas a fatiga.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación económica recibida de la CICYT a través del proyecto de investigación BIA2005-07802-C02-02 y por el Fondo Social Europeo.

REFERENCIAS

[1] J. Schijve, *Fatigue of structures and materials*, Kluwer Academic Publishers, Holanda, 2001.

[2] Richard C. Rice, *Fatigue Design Handbook*, Society of Automotive Engineers, 1988.

[3] Eurocode 3, *Design of Steel Structures.*

[4] R. Brincker, C. Ventura and P. Andersen, *Why Output-Only Modal Testing is a Desirable Tool for a Wide Range of Practical Applications*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IMAC) XXI, paper 265, February, 2003.

[5] R. Brincker, L. Zhang and P. Andersen, *Output-Only Modal Analysis by Frequency Domain Decomposition*, Smart Materials and Structures 10, pp. 441-445, 2001.

[6] S. Gade, N. Møller, H. Herlufsen and H. Konstantin-Hansen,*Frequency Domain Techniques for Operational Modal Analysis*, In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IOMAC), pp. 261-272, Copenhagen, Denmark, 2005.

[7] N. Møller, B., H. Herlufsen and S. Gade. *Stochastic Subspace Identification Techniques in Operational Modal Analysis.* In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IOMAC), pp. 273-286, Copenhagen, Denmark, 2005.

[8] P. v Overschee and B. d. Moor, *Subspace Identification for Linear Systems*. Kluwer Academic Publishers, Holanda,1996.

[9] D. Bernal, *Damage localization using load vectors*, COST F3, pp. 223-23, Madrid, 2000.

[10] D. Bernal, *Load vectors for damage localization*, Journal of Engineering Mechanics, ASCE, Vol.128, Nº.1, pp.7-14,2001.

[11] D. Bernal and B. Gunes, *Damage localization in output-only systems: A flexibility based approach*, IMAC-XX, pp.1185-1191, 2002.

[12] N.E. Dowling and S. Thangjitham, *An overview and discussion of basic methodology for fatigue.* Fatigue and Fracture Mechanics, Vol 31, ASTM STP 1389, pp. 3-36, 2000.

ESTUDIO NUMÉRICO DE LA EVOLUCIÓN DEL ESTADO TENSIONAL A LO LARGO DEL ESPESOR EN PROBETAS CT

D. Camas-Peña[1a], J. García-Manrique[1b], P. Lopez-Crespo[2], A. González-Herrera[1c]

[1] Departamento de Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación, E.T.S. de Ingenieros Industriales,
Universidad de Málaga, Plaza El Ejido s/n,
29071, Málaga, España.
E-mail: [1a]danicamas@gmail.com; [1b]josegmo@uma.es; [1c]agh@uma.es

[2] School of Materials, University of Manchester, Grosvenor Street,
Manchester M1 7HS, Reino Unido
E-mail: pablo.lopezcrespo@manchester.ac.uk

RESUMEN

El presente trabajo es un estudio numérico sobre la evolución del estado tensional a lo largo del espesor de la grieta y la influencia de variables como la carga aplicada y el espesor de la probeta. El objetivo final es poder determinar la influencia de estos parámetros en el cierre de grieta en fatiga. Para ello se ha modelado por elementos finitos una probeta CT de aluminio en tres dimensiones, realizando una batería de cálculos combinando las distintas variables cuya influencia se desea estudiar. A partir de los resultados obtenidos relativos a la zona plastificada en el entorno del frente de grieta y del estado tensional a lo largo de la misma, se puede concluir que el cierre de grieta se ve afectado por la carga aplicada, desplazándose al interior al aumentar ésta, siendo sin embargo independiente del espesor de la probeta.

ABSTRACT

In this paper we present a numerical study of the influence of the load level and the specimen thickness on the stress state. The aim of the work is to determine the influence of these parameters on the fatigue crack closure. For this, a CT aluminium specimen has been modelled tri-dimensionally and several finite elements calculations have been made considering a large combination of the variables under consideration. From the analysis of the evolution of the plastic zone and the stress state along the thickness, it is concluded that the crack closure is under the influence of the load level, moving to the inside of the specimen when it increase and that it is independent of the specimen thickness.

PALABRAS CLAVE: Elementos finitos, estela plástica, cierre de grieta en fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

Cuando la teoría clásica de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal aborda el estudio del comportamiento de grietas bidimensionales, ignora cualquier tipo de efecto tridimensional que pueda afectar a la propagación del frente de la grieta.

Aspectos como la potencial influencia del espesor de la probeta o la propia curvatura del frente de grieta no son tenidos en cuenta. Simplemente se consideran dos casos extremos: tensión plana o deformación plana, de forma que se asume como bidimensional un problema que en esencia es tridimensional.

En trabajos anteriores en los que se ha analizado el efecto del cierre de grieta en fatiga con simulaciones por elementos finitos [1], se ha detectado que el efecto tridimensional de transición desde el interior al exterior de la probeta cobran gran importancia. El cierre se produce en una franja exterior de la probeta que no es proporcional al espesor y la distribución y forma de la zona plástica depende del valor de la carga máxima (K_{max}) y del espesor [2].

Dado el gran coste computacional de estas simulaciones, en este trabajo se ha abordado el problema desde la mecánica de la fractura en simulaciones en las que únicamente es aplicado el primer ciclo de carga.

En ellas se ha estudiado la evolución del estado tensional, de tensión plana en el exterior a deformación plana en el interior, en función de diversas combinaciones de niveles de K_{max} y espesores. Se analiza además, a qué distancia del exterior se produce esa transición.

El análisis de esta evolución y de la forma que adopta la zona plástica permite establecer la influencia de los parámetros estudiados (espesor y K_{max}), siendo esta información muy útil para comprender e interpretar los efectos observados en las anteriores simulaciones de cierre de grieta en fatiga.

2. DESCRIPCIÓN DEL MODELO

Se ha modelado con elementos finitos una probeta CT de aluminio Al-2024-T35 (w=50 mm, a=20 mm) en tres dimensiones, con comportamiento plástico del material.

La zona más crítica corresponde al vértice de la grieta donde se produce la mayor concentración de tensiones y los mayores gradientes en tensiones y deformaciones. Por tanto, es necesario disponer de un elevado número de elementos para captar con cierta precisión estas variaciones.

Pero al mismo tiempo, para no penalizar en exceso el coste computacional, es preciso realizar una transición grande y violenta desde estas zonas hasta las más alejadas. Para ello se ha dividido la probeta en dos zonas distintas, una en el entorno del vértice de grieta, que ha sido mallada de una forma ordenada con elementos hexaédricos, y una segunda zona, mallada con elementos tetraédricos que permiten transiciones más bruscas.

Existen en la bibliografía recomendaciones sobre cómo seleccionar el número preciso de elementos [3,4]. En el presente trabajo se considera el radio plástico de Dugdale como parámetro de referencia para establecer el orden de magnitud de la zona plastificada. De esta forma, se consigue que en todos los casos estudiados, el radio plástico siempre se encuentra dividido en el mismo número de elementos, y que el tamaño de los mismos sean proporcionales a la carga aplicada.

En cuanto al espesor, el tamaño de los elementos se ha realizado considerando que el elemento más cercano al plano medio de la probeta tiene una longitud doble que el situado en el exterior de la probeta, con el fin de poder determinar con mayor definición la zona de transición propia de la zona plastificada, la cual se manifiesta en las proximidades al exterior de la probeta, mientras que en el interior, donde predominan las condiciones de deformación plana, la zona plastificada es homogénea y requiere una menor definición. En la figura 1 se muestra tanto el mallado empleado en el entorno del vértice de grieta, como el modelo completo para una probeta de 3 mm de espesor.

Las propiedades que determinan el comportamiento elástico del material son el módulo de elasticidad E y el módulo de Poisson ν, suponiendo que el comportamiento del material es isótropo. Para la probeta de estudio estos valores han sido de 73.5 GPa y de 0.35, respectivamente.

El modelo de plastificación que se emplea es del tipo elasto-plástico con endurecimiento por deformación, el cual se asemeja bastante al comportamiento de muchos metales entre los que se encuentra el aluminio.

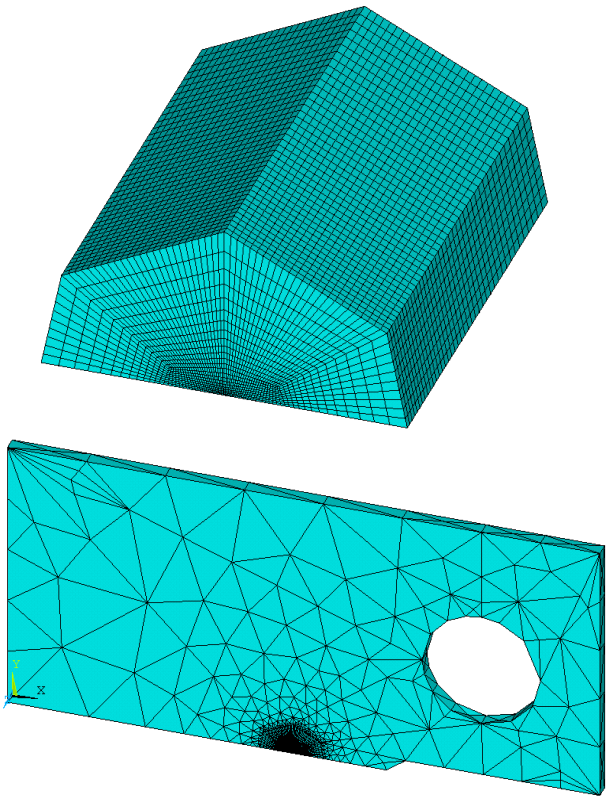


Figura 1. Mallado del entorno del frente de grieta y de una probeta de 3 mm de espesor

Se ha realizado una matriz completa de cálculos combinando tres espesores (3, 6 y 12 mm) con 7 valores de K_{max}, que abarcan desde K=10 hasta K=40 MPa·m$^{1/2}$. En total, se han estudiado 21 casos que permiten cubrir un amplio rango de comportamiento.

3. RESULTADOS OBTENIDOS

3.1 Zona plástica

La forma de tener una visión precisa de la zona plástica es por medio de la representación de las plastificaciones alcanzadas en los elementos.

En la figura 2 se muestra la zona plastificada en una probeta de 6 mm de espesor sometida a una carga K_{max}=25 MPa·m$^{1/2}$.

Se observa que las zonas plastificadas en la superficie y en la zona cercana a la misma no coincide con los resultados habituales para tensión plana en dos dimensiones, según los cuales, la zona plastificada en el exterior de la probeta (tensión plana) debería ser tres veces superior a la zona plastificada en el interior de la probeta (deformación plana).

En la figura 3, se muestran una comparativa de las zonas plastificadas en el exterior, el plano donde el radio plástico es máximo y el plano medio de la probeta.

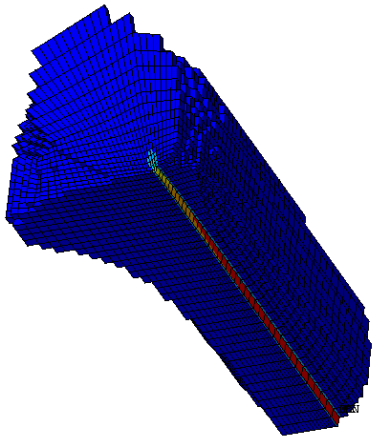


Figura 2. Zona plastificada en el entorno del frente de grieta

Para todos los cálculos realizados, se han obtenido los valores del radio plástico a lo largo del frente de grieta. Para poder comparar los radios plásticos obtenidos para distintos niveles de carga y las distintas geometrías entre sí, es necesario adimensionalizar estos valores. Para ello, se ha dividido los radios plásticos obtenidos por el radio plástico de Dugdale correspondiente para cada caso.

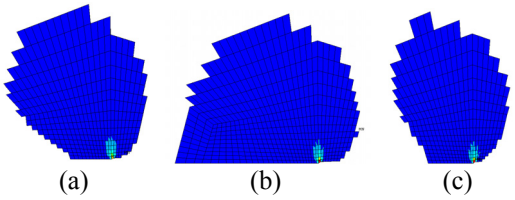


Figura 3. Zonas plastificadas en la superficie (a), plano de máximo radio plástico (b) y plano medio de la probeta (c)

En la figura 4 se muestra el radio plástico adimensionalizado para una probeta de 6 mm de espesor sometida a una K_{max}=20 MPa·m$^{1/2}$. En ella se observa como en el interior de la probeta, la zona plastificada se mantiene constante, de forma que conforme nos vamos acercando al exterior de la probeta, se produce un notable incremento de las dimensiones de la zona plastificada, la cual disminuye rápidamente, formando un adelgazamiento de la zona plástica en la superficie de la probeta.

Conforme se aumenta la carga a la que está sometida la probeta, la zona de transición se va extendiendo hacia el interior de la probeta, hasta que llega a ocupar todo el espesor de la misma, tal y como se muestra en la figura 5.

Este comportamiento es más acusado en las probetas de menor espesor. Conforme aumenta el ancho de la pieza, para un mismo estado de carga, disminuye la extensión de la zona plastificada con respecto al espesor de la probeta.

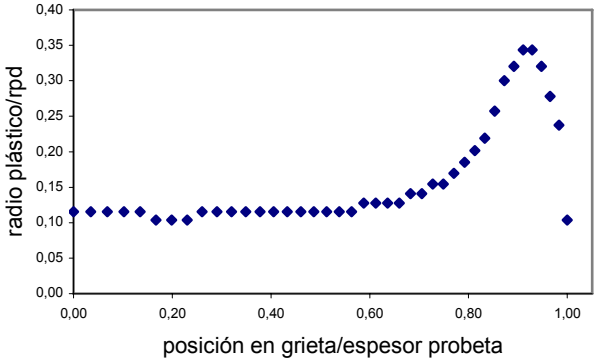


Figura 4. Radio plástico adimensionalizado a lo largo del frente de grieta adimensionalizada por su longitud

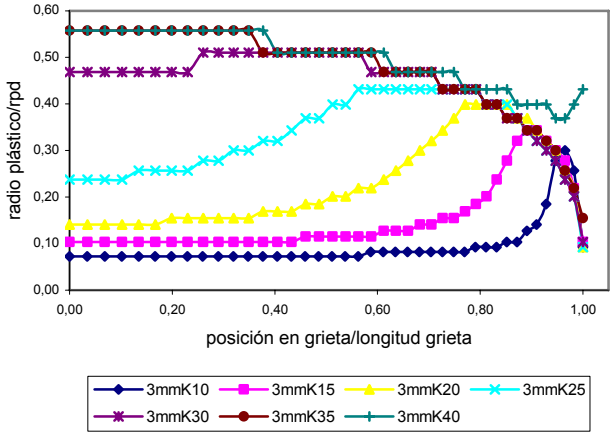


Figura 5. Evolución del radio plástico al aumentar la carga para una probeta de 3mm de espesor

En la figura 6 se muestra una comparación entre los tamaños de las zonas plastificadas en función del espesor de las probetas. En ella, el eje de abscisas está adimensionalizado por el espesor de cada probeta, luego se representa la proporción del espesor que está ocupado por la zona de transición.

En la figura 7 se vuelve a mostrar una comparación entre los tamaños de las zonas plastificadas, pero el eje de abscisas se muestra en verdadera magnitud. Se observa que el coportamiento de la zona plastificada es similar en función a la distancia al exterior de la probeta.

Además del radio plástico se ha analizado el volumen de la zona plastificada en el entorno del frente de grieta. Para que estos valores sean independientes de la carga aplicada, se adimensionalizan dividiendo cada uno por el volumen que presenta un cilindro de radio plástico de Dugdale correspondiente para cada caso y de altura el

espesor de la probeta. En la figura 8 se muestra la evolución obtenida para una probeta de 3 mm de espesor.

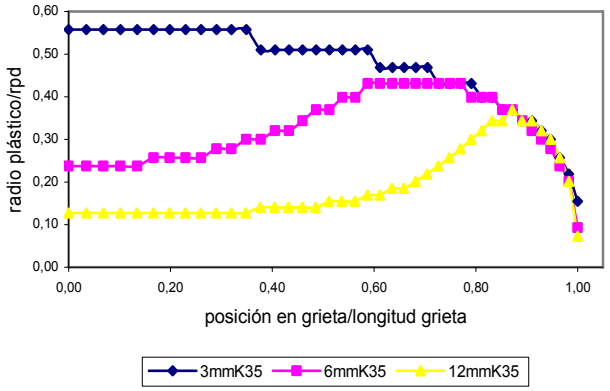


Figura 6. Comparación extensión del radio plástico a lo largo del frente de grieta para probetas de distinto espesor

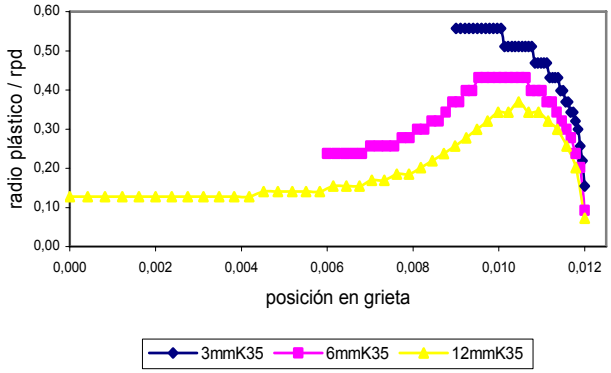


Figura 7. Comparación del tamaño de la zona plástica para distintos espesores de probeta

Se observa que existen dos zonas con distinto comportamiento. La primera presenta una relación lineal del volumen plastificado adimensionalizado con la carga aplicada y a partir de un determinado valor de K_{max}, se produce una saturación, pasando a tener un comportamiento constante independiente del valor de la carga. Este comportamiento diferenciado no se observa en las probetas de mayor espesor estudiadas, siendo claramente lineal en todo el rango de cargas aplicado.

Con objeto de cuantificar en cierta medida los resultados obtenidos para poder analizar la dependencia con distintos parámetros, se ha considerado analizar la posición del centro de gravedad del radio plástico a lo largo del frente de grieta con respecto al exterior de la probeta en dirección ortogonal a la misma (*d*) y la posición con respecto al frente de grieta en dirección perpendicular al mismo (*yfg*).

La distancia *d* del centro de gravedad respecto al exterior de la probeta es una medida de la dominancia del estado de deformación plana. La distancia *yfg* es una medida indirecta del volumen plastificado en el entorno del frente de grieta.

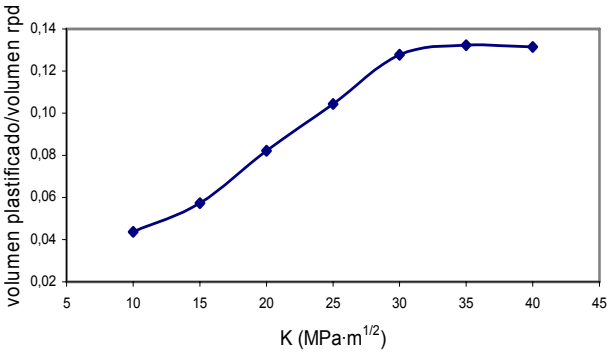


Figura 8. Volúmenes plastificados en una probeta de 3mm de espesor

En la figura 10 se muestran los resultados obtenidos relativos a la variable *d* para una probeta de 3 mm de espesor.

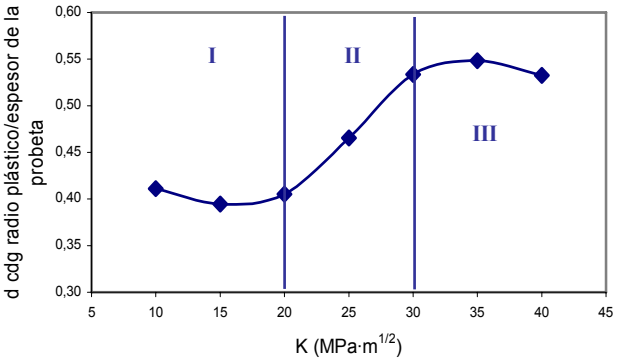


Figura 9. Posición del centro de gravedad del radio plástico respecto al exterior de una probeta de 3mm

Se observa la existencia de tres comportamientos diferenciados en función de la carga máxima aplicada. El primero de ellos, hace referencia a los estados en los que la zona de transición ocupa una parte del espesor de la probeta. Conforme aumenta la carga aplicada, se produce un desplazamiento del centro de gravedad hacia el exterior de la probeta, como consecuencia de la extensión hacia el interior de la zona de transición. El segundo corresponde a los casos en los que la zona de transición comienza a ocupar todo el espesor de la probeta, aumentando paulatinamente el valor del radio plástico en el estado de deformación plana. El tercero corresponde a los casos en los que la zona de transición ocupa todo el espesor de la probeta y valores superiores de carga no aumentan el radio plástico del estado de deformación plana.

Los valores obtenidos para probetas de mayor espesor, para el rango de cargas aplicadas, únicamente se observan los dos primeros de los tres comportamientos que se dan para la probeta de 3mm.

3.2 Tensiones

Para poder medir la influencia del estado de deformación plana a lo largo del frente de grieta, se han obtenido los valores de la tensión en la dirección ortogonal a la superficie de la probeta (σ_z) en todos los nodos pertenecientes al frente de grieta.

En la figura 10 se muestra la evolución típica de las tensiones a lo largo del frente de grieta. En el eje de abscisas se representa la posición en la grieta adimensionalizada por el espesor de la probeta. En el eje de ordenadas se representa la tensión en la dirección z en N/m^2. Este valor no se adimensionaliza, ya que su valor está gobernado por el criterio de plastificación (Von Mises) y es independiente de la carga aplicada.

En el exterior de la probeta no se alcanza el valor nulo debido a que los valores de las tensiones se calculan en los puntos de integración del elemento y, posteriormente, por interpolación, se determina el valor en los nudos. Además, el elevado valor del gradiente de las tensiones en esta zona, acentúa el error cometido.

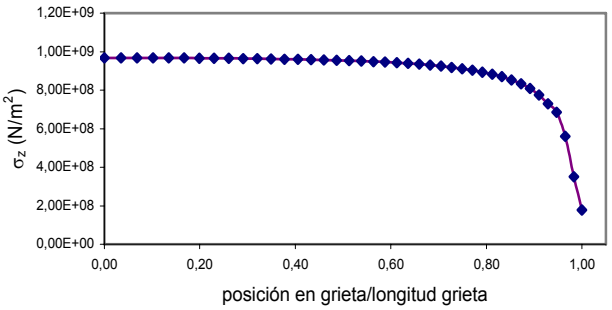


Figura 10. Tensiones en la dirección z a lo largo del frente de grieta adimensionalizado

Se busca determinar la dominancia del estado de deformación plana a lo largo del espesor de la probeta. Recorriendo el espesor de la probeta desde el interior hacia el exterior, mientras esté presente el estado de deformación plana las tensiones permanecerán inalterables. Por ello, se consideran como variable de estudio, la distancia con respecto al exterior de la probeta en la que se produce un descenso del valor de la tensión correspondiente al estado de deformación plana del 5% para cada uno de los casos estudiados.

En la figura 11 se muestran los valores obtenidos para una probeta de 3mm de espesor. Se observa que existe una dependencia lineal entre el espesor de la probeta bajo un estado de deformación plana y la carga aplicada.

Para analizar la influencia del espesor, se representan las líneas de tendencia de los resultados obtenidos para las probetas de distinto espesor. En la figura 12 se muestra la influencia relativa del estado de deformación plana en función del espesor de la probeta. Se observa que al disminuir el espesor de la probeta, el estado de deformación plana tiene una menor influencia relativa.

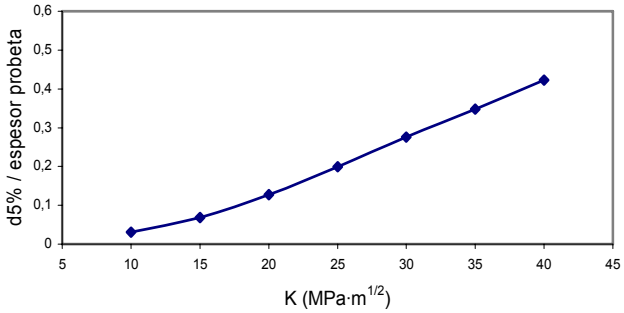


Figura 11. Distancia respecto al exterior de la probeta a la que se encuentra el estado de deformación plana

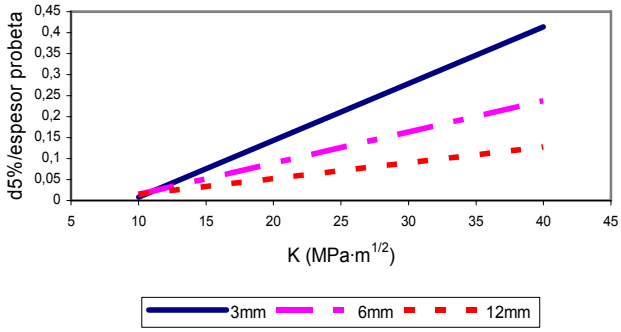


Figura 12. Influencia del espesor en d5% admiensionalizado

En la figura 13 se muestran los datos anteriores sin adimensionalizar por el espesor, es decir, se representa cómo influye el espesor de la probeta en los valores absolutos de dominancia del estado de deformación plana. Se observa que las gráficas prácticamente se superponen, por lo que la transición se produce a una distancia del exterior de la probeta prácticamente independiente del espesor de la misma.

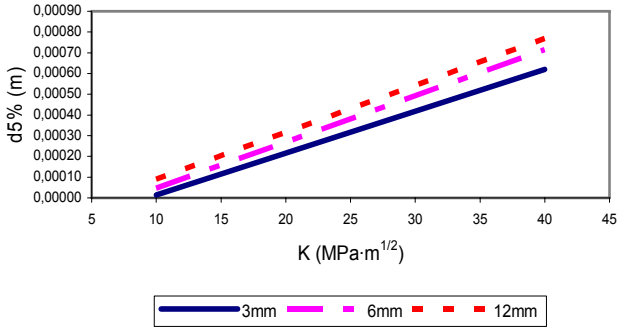


Figura 13. Influencia del espesor en d5%

4. ANÁLISIS DE CONVERGENCIA

Por último, con objeto de garantizar que el modelo numérico de cálculo representa de una manera realista el fenómeno que pretende simular, se ha realizado un análisis de los resultados obtenidos y cómo varían estos en función del tamaño mínimo de elemento. Se ha

estudiado la evolución del parámetro *d* en función del tamaño mínimo de elemento.

En la figura 14 se observa que el resultado apenas se muestra afectado, mostrando un valor aproximadamente constante para los distintos tamaños mínimos de elemento. Si se realiza una interpolación lineal de los valores obtenidos y se extrapola el resultado al caso ideal de tamaño mínimo de elemento nulo, se obtiene que un valor que difiere en un 2% con el obtenido numéricamente con el tamaño de elemento empleado.

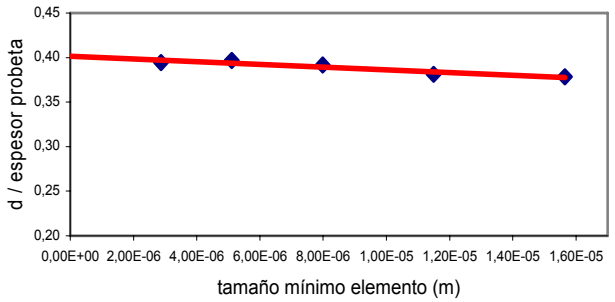


Figura 14. Evolución del parámetro d en función del tamaño mínimo de elemento

5. CONCLUSIONES

Del estudio de la zona plástica se concluye que existen diferencias importantes con el modelo teórico. Las zonas plastificadas en la superficie o en las zonas próximas a la misma, no coinciden con los resultados habituales para tensión plana en dos dimensiones. De esta forma al acercarse al exterior de la probeta, las dimensiones de la zona plástica en el plano del ligamento experimentan un aumento gradual de los valores, alcanzando un máximo que disminuye rápidamente formando un adelgazamiento de la zona plástica del frente de grieta en la superficie de la probeta.

Con respecto a la carga aplicada, se puede decir que conforme aumenta, la zona de transición se va extendiendo hacia el interior de la probeta hasta que llega a ocupar todo el espesor de la misma.

Estudiando el parámetro *d* se comprueba la existencia de tres modos de comportamiento. El primero de ellos, para menores valores de carga, en el que la zona de transición ocupa una parte pequeña del espesor en el exterior de la probeta. El segundo, para valores intermedios de carga, en el que la zona de transición comienza a ocupar todo el espesor de la probeta y el radio plástico en las condiciones de deformación plana aumenta. El tercero, para valores superiores de carga, que corresponde a los casos en los que la zona de transición ocupa todo el espesor de la probeta.

Al aumentar el espesor de la probeta, para un mismo factor de incremento de tensiones K_{max} aplicado, disminuye la extensión relativa al espesor de la probeta de la zona plastificada. También se concluye, que el comportamiento de la zona plastificada para distintos espesores es similar en función de la distancia al exterior de la probeta.

Con respecto al volumen plastificado adimensionalizado por el volumen ideal constituido por el radio plástico de Dugdale, muestra un comportamiento lineal hasta que se alcanza un estado de saturación. Este comportamiento sugiere que el volumen plastificado depende inicialmente de K^3, hasta que se alcanza un nivel de saturación, en el que el volumen pasa a depender de K^2. El valor para el cual se alcanza la saturación depende del espesor de la probeta.

A partir de los valores obtenidos para las tensiones, se observa que las tensiones no se distribuyen por igual a lo largo del frente de grieta, siendo las partes más rígidas (interior de la probeta) las que soportan una mayor parte de la carga.

También se concluye que el estado de deformación plana tiene una mayor influencia conforme menor es la carga aplicada. De la misma forma, al disminuir el espesor de la probeta, el estado de deformación plana tiene una menor influencia relativa.

A partir de las conclusiones directas obtenidas en el presente estudio, se puede inferir que en el comportamiento a fatiga, el cierre de grieta se ve afectado por el valor de K_{max} aplicado, desplazando el cierre de grieta hacia el interior.

De la misma forma, en [5] se demostraba la existencia de un comportamiento en el interior y otro distinto en el exterior conectados por una zona de transición. Se concluía que la zona de transición en valores absolutos era independiente del espesor de la probeta. Esto coincide con los resultados obtenidos para el parámetro *d5%.*

REFERENCIAS

[1] Gonzalez-Herrera A, Zapatero J. *Tri-dimensional numerical modelling of plasticity induced crack closure*. Engineering Fracture Mechanics. 2008;75:4513

[2] Gonzalez-Herrera A, Garcia-Manrique J, Cordero A, Zapatero J. Key Engineering Materials. 2006;334-335:555.

[3] McClung, R.C., Sehitoglu, H., *On the finite element analysis of fatigue crack closure, part-1: basic modelling issues,* Enginering Fracture of Mechanics, 33, pp. 237-252, 1989.

[4] González-Herrera, A., Zapatero, J., *Influence of minimum element size to determine crack closure stress by the finite element method*, Engineering Fracture Mechanics, 2005;72:337

[5] González Herrera, A., *Determinación numérica de las tensiones de aperture y cierre de grieta en fatiga*, Tesis doctoral, Universidad de Málaga, 2004.

PREDICCIÓN DE VIDA EN COMPONENTES CON GRADIENTE DE TENSIONES: ENTALLAS Y FATIGA POR FRETTING

C. Navarro, J. Vázquez, J. Domínguez

Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales (Universidad de Sevilla),
Avda. De Los Descubrimientos, s/n,
41092 Sevilla. España
E-mail: cnp@us.es

RESUMEN

La fatiga en componentes con entalla y la fatiga por fretting son dos fenómenos diferentes pero tienen en común la existencia de un gradiente de tensiones. En estos casos la predicción de la vida a fatiga se suele realizar mediante modelos que consideran el proceso como superposición de una fase de iniciación de la grieta y otra de propagación. El problema que se plantea es definir la longitud que tiene la grieta en el instante en que termina una fase y comienza otra. El modelo empleado en este artículo combina las dos fases, sin definir a priori la separación entre ambas. En la fase de propagación se utiliza una ley de Paris modificada con un umbral de crecimiento que depende de la longitud de grieta. En la fase de iniciación se utiliza una curva *S-N* modificada donde se le ha restado el número de ciclos de propagación. El modelo propuesto se aplica a un conjunto de ensayos tanto de fretting con contacto esférico y cilíndrico como de probetas entalladas para comprobar la validez del modelo a la hora de predecir la vida a fatiga en distintas condiciones.

ABSTRACT

Fatigue in notched specimens and fretting fatigue are two different phenomena but they have in common the existence of a stress gradient. In these cases life prediction is usually done with models that consider the process as a superposition of an initiation and propagation phase. The problem is to define the crack length where one phase finishes and the other begins. The model employed in this paper combines both phases without defining a priori the separation between them. In the propagation phase a crack length dependent growth threshold is introduced in the Paris law. On the other hand, the *S-N* curve used in the initiation phase is modified by subtracting the propagation cycles. The proposed model is applied to a group of fretting fatigue tests in spherical and cylindrical contact as well as in tests with notched specimens to check the validity of the model in predicting life in different conditions.

PALABRAS CLAVE: Estimación de vida, Entallas, Fretting.

1. INTRODUCCIÓN

La fatiga en componentes con entalla y la fatiga por fretting son dos fenómenos muy comunes en la práctica. No hay pieza que no tenga una variación en su geometría, es decir, una entalla. Por otro lado, la fatiga por fretting se puede dar prácticamente en cualquier máquina o estructura, aunque no siempre es el causante de las fracturas que se producen [1]. Este fenómeno puede aparecer cuando dos elementos entran en contacto y se produce una fricción entre ellos debido a las fuerzas variables aplicadas. Su efecto es crear una concentración de tensiones en la zona de contacto que provoca una iniciación temprana de las grietas. En la fatiga por fretting existe además la complicación de tener un estado multiaxial de tensiones más complejo y con una variación no proporcional de las mismas. Sin embargo, los dos fenómenos tienen en común la existencia de un gradiente de tensiones. Este hecho hace plausible la utilización de un mismo modelo de predicción de vida en ambas situaciones.

En el proceso de fatiga se suelen distinguir dos fases: iniciación de la grieta y propagación de la misma. La principal dificultad de combinar ambas fases es decidir dónde termina una y empieza la otra, es decir, qué longitud a_i, se considera que tiene la grieta al iniciar la fase de propagación. En los modelos que combinan ambas fases, esta separación, longitud de iniciación, a_i, se suele definir a priori en función de cuál sea el tamaño de grieta más pequeño detectable, de cómo esté definida la curva *S-N*, escogiendo la longitud de iniciación que mejor ajuste los resultados experimentales, etc. Además, hay diversas formas de modelar la fase de iniciación en cuanto a dónde y cómo evaluar las tensiones.

La importancia de una fase frente a otra depende de muchos factores. En algunas situaciones, por ejemplo, en probetas lisas o en componentes entallados con baja concentración de tensiones, en fatiga a alto número de ciclos se puede despreciar la propagación frente a la iniciación. Sin embargo, una consecuencia de tener un alto gradiente de tensiones es que la fase de iniciación

se produce con mayor rapidez. En algunos casos, si la entalla genera una alta concentración de tensiones y el nivel de tensiones es suficientemente alto, se pueden obtener resultados aceptables incluso despreciando la duración de la fase de iniciación. Por esta razón, en fatiga en entallas y fatiga por fretting es conveniente utilizar un modelo que sea capaz de combinar las fases de iniciación y propagación.

Existen muchos modelos de predicción de vida donde combinan ambas fases [2-5]. En este artículo se propone un modelo para la estimación de vida que tiene la particularidad de que combina las fases de iniciación y propagación sin definir a priori cuándo termina una y empieza la otra. La separación entre una y otra se obtiene de la aplicación del modelo. Este modelo es una mejora sobre otros propuestos anteriormente por los autores y que sólo se aplicó a la fatiga por fretting [6-8].

A continuación se presentarán los datos de los ensayos que se emplearán para la contrastación del modelo. Los casos considerados han sido fretting con contacto esférico y cilíndrico y probetas con entalla circular. Posteriormente se hará una descripción del modelo de predicción propuesto y se presentarán los resultados obtenidos. Finalmente, se comprobará la bondad del modelo a la hora de predecir la vida a fatiga en distintas condiciones.

2. ENSAYOS

El esquema de los ensayos de fretting modelados se muestra en la figura 1. Inicialmente, sobre los elementos de contacto, se aplica una fuerza normal, constante, *N*. Posteriormente se aplica sobre la probeta la fuerza axial variable, *P*, , que provoca una tensión axial nominal, σ. La rigidez, *K*, del soporte de los elementos de contacto hace que aparezca como resultado una fuerza tangencial, *Q*, también variable.

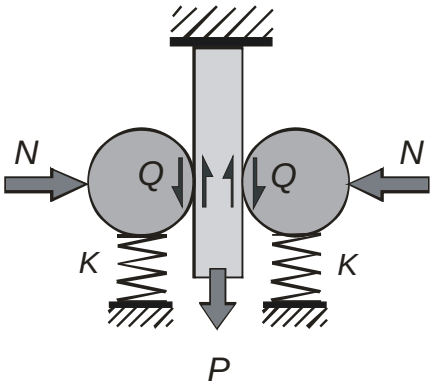


Figura 1. Esquema del montaje de un ensayo de fretting.

Los ensayos de fatiga por fretting con contacto esférico analizados fueron realizados por los autores sobre la aleación de aluminio 7075 T651 donde el contacto se producía entre una esfera de radio R = 100 mm y una superficie plana. Los datos de fuerzas aplicadas y número de ciclos de rotura pueden ser consultados en [8]. Las propiedades de los materiales empleados en todos los ensayos se muestran la tabla 1. Los ensayos de fretting con contacto cilíndrico fueron realizados sobre el aluminio 2024 T351 donde además de diversas combinaciones de fuerzas también se empleaban distintos radios de cilindro [2]. Los ensayos sobre entallas fueron realizados por los autores sobre una aleación de aluminio 2024 T3. La geometría del espécimen era una placa de 4 mm de espesor y 50 mm de ancho con un agujero en el centro de 4 mm de diámetro, figura 2. Los ensayos se realizaron con un coeficiente de asimetría de las cargas de R = 0. Los valores de las fuerzas máximas aplicadas, tensión nominal basada en la sección neta, tal como se muestra en la figura 2, y el número de ciclos hasta el fallo se muestran en la tabla 2. Las propiedades de fatiga de este material se han obtenido de [9] y las de crecimiento de grieta de [10].

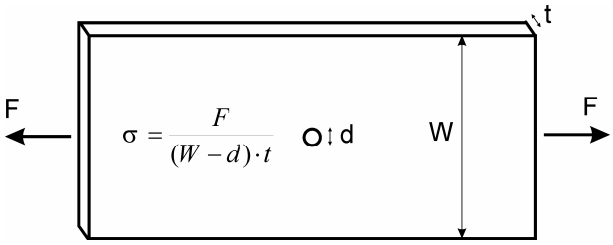


Figura 2. Esquema de la probeta entallada..

Tabla 1. Propiedades de los materiales empleados en los ensayos.

	7075 T651	2024 T351	2024 T3
***E* (GPa)**	71	74.1	71
ν	0.33	0.33	0.33
σ_u **(MPa)**	572	470	505
σ_y **(MPa)**	503	310	375
C	$8.83\ 10^{-11}$	$6.53\ 10^{-11}$	$2.22\ 10^{-11}$
n	3.322	3.387	3.545
ΔK_{th} **(MPa m$^{0.5}$)**	2.1	2.1	2.5
$\Delta\sigma_{FL}$ **(MPa)**	169	230	207
σ'_f **(MPa)**	1610	714	835
b	-0.1553	-0.078	-0.096
μ	1.27	0.65	-
Tamaño grano $2l_0$ (μm)	50	50	50
***R* (mm)**	100	127 - 229	-
Geometría	fretting esférico	fretting cilíndrico	entalla

Una diferencia importante en estos tres tipos de ensayos es el nivel de tensiones que aparece en el punto de máxima tensión en cada uno de ellos y el gradiente. La figura 3 muestra la amplitud de la tensión normal perpendicular al camino que sigue la grieta en dos ensayos para cada uno de los tres tipos distintos que se están analizando. En cada geometría se han escogido los

que producen la tensión más alta y más baja en la superficie, como muestra representativa de los ensayos analizados. Se puede observar que con las geometrías empleadas en la fatiga por fretting se producen las tensiones y los gradientes más altos, especialmente en contacto esférico. La importancia de la fase de iniciación depende del modelo que se utilice, pero si se usa el mismo, esto implicará que la iniciación en fretting sea mucho más rápida que en la probeta entallada.

Tabla 2. Fuerzas, tensiones y número de ciclos hasta el fallo en los ensayos con probetas entalladas.

Ensayo	Fuerza max. (N)	Tensión (MPa)	Ciclos
1	22080	120	$5\ 10^6$ *
2	25760	140	541410
3	25760	140	$2.98\ 10^6$
4	25760	140	$5\ 10^6$ *
5	31280	170	99341
6	31280	170	111070
7	34960	190	64366
8	34960	190	85604
9	38640	210	38950
10	38640	210	38276

* Ensayo interrumpido

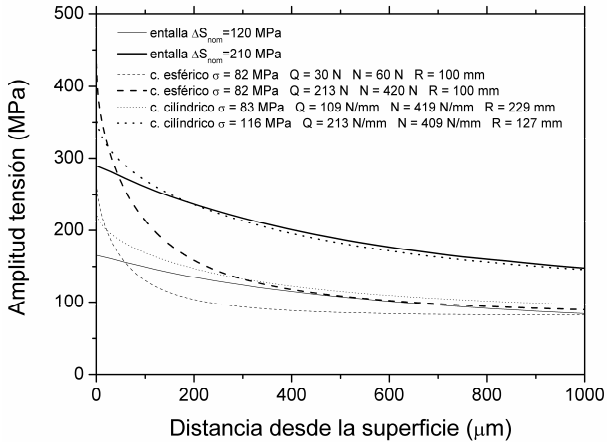


Figura 3. Amplitud de las tensiones en función de la distancia a la superficie.

3. MODELO

El modelo utilizado para la predicción de vida está basado en otro propuesto por los autores [6] y tiene la característica de que combina las fases de iniciación y de propagación. Cada fase se analiza por separado de forma que al final se obtienen dos curvas. Una proporciona el número de ciclos que tarda en propagarse una grieta desde cada longitud *a* hasta la rotura utilizando la mecánica de la fractura ($a - N_p$). Para ello se integra la ley de crecimiento desde cada longitud de grieta, *a*, hasta la rotura. La otra curva proporciona el número de ciclos necesarios para que se genere una grieta de longitud *a* ($a - N_i$) y se calculará a partir de las tensiones a lo largo del camino que sigue la grieta y de una curva de fatiga *S-N* que se detallará más adelante. La suma de estas dos curvas daría la vida total en función de qué valor se tome de la longitud de grieta que separa las fases de iniciación y propagación. Tal como se muestra en artículos previos [6,11], estas dos curvas muestran que cerca de la superficie domina el proceso de iniciación y lejos de ella el de propagación, de forma que el nexo entre las dos se encuentra en el mínimo de la curva de vida total descrita anteriormente. Por esta razón y porque además es el valor más conservativo, se toma como solución el mínimo de la curva.

Para la fase de propagación se emplea la mecánica de la fractura, tomando como longitud inicial una longitud genérica, *a*. La ley de crecimiento utilizada trata de modelar también el crecimiento de grietas pequeñas dado que la longitud de iniciación definida puede ser del orden de micras. La forma de hacerlo es introduciendo un umbral de crecimiento modificado en función de la longitud de grieta [8]:

$$\frac{da}{dN} = C\left(\Delta K^n - \left(\Delta K_{th\infty}\cdot\left(\frac{a^f}{a^f + a_0^f - l_0^f}\right)^{1/2f}\right)^n\right) \qquad (1)$$

En la ecuación (1) $\Delta K_{th\infty}$ es el umbral de crecimiento de grieta larga, f es un parámetro que de forma general se toma igual a 2.5 [12], l_0 es la distancia típica hasta la primera barrera microestructural y a_0 es la llamada constante de El Haddad que viene definida por la expresión

$$a_0 = \frac{1}{\pi}\left(\frac{\Delta K_{th\infty}}{\Delta\sigma_{FL}}\right)^2 \qquad (2)$$

donde $\Delta\sigma_{LF}$ es el límite de fatiga. El factor que multiplica al umbral de crecimiento de grieta larga en la ecuación (1) proviene de la aproximación teórica al diagrama de Kitagawa-Takahashi, en el que se representa la tensión umbral en función de la longitud de grieta. Se han ensayado otras formas de tener en cuenta el crecimiento de grietas pequeñas [8,13], siendo la mostrada en la ecuación (1) la que mejor se ajusta a los resultados experimentales de fatiga por fretting.

El modelo presentado en este artículo analiza la fase de iniciación basándose en el trabajo de McClung et al. [14] para entallas. El primer paso consiste en la obtención de una curva de fatiga, $S - N|_a$, en probetas lisas y sin fretting que proporcione el número de ciclos necesario para generar una grieta de longitud *a* en función de la tensión aplicada. Para cada nivel de tensiones, S_j, el número de ciclos de esta curva, $N_{S_j a}$, se obtiene a partir de la ecuación:

$$N_{S_j a} = N_{fS_j} - N_p(a) = N_{fS_j} - \int_a^{a_f}\frac{da}{f(a)} \qquad (3)$$

Donde N_{fS_j} es el número de ciclos hasta el fallo obtenido en un ensayo de fatiga simple con tensión S_j, a es la longitud de grieta, a_f es la longitud a la que se produce la fractura y $f(a)$ es la ley de crecimiento, que en este caso se utilizará la ecuación (1).

Estas curvas, $S-N|_a$, a las que se hará referencia como curvas de iniciación, se presentan en la figura 4 para cuatro casos distintos: fractura total, generación de una grieta de 100, 50 y 10 micras para el aluminio 7075 T651. Como cabría esperar,, cuando disminuye el nivel de tensiones aumenta la fracción de vida dedicada a la iniciación.

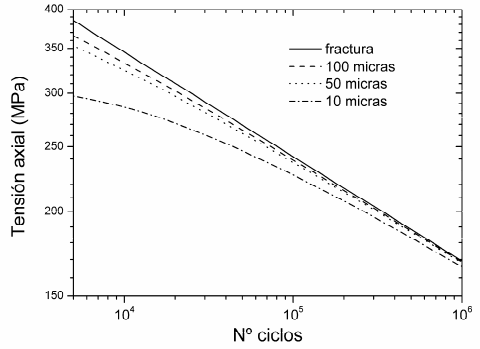


Figura 4. Curvas S-N de iniciación para la generación de distintas longitudes de grieta en el aluminio 7075 T651 en fatiga simple.

En el caso de que se estuviera aplicando el modelo a un ensayo de fatiga simple, para cada longitud de grieta, a, se calcularía el número de ciclos para generar una grieta de dicha longitud introduciendo la tensión aplicada en la curva $S-N|_a$ anteriormente obtenida. En el caso de una pieza con un gradiente de tensiones como se produce en el fretting o en una probeta entallada, se puede aplicar el mismo proceso aunque con algunas modificaciones y advertencias. En estos casos la tensión disminuye rápidamente con la profundidad, desde un máximo en la superficie, figura 3. En función de dónde se evalúen las tensiones dentro de la zona de interés la vida de iniciación será una u otra. En función de los resultados obtenidos en otros trabajos [7], la opción que se toma es calcular la tensión media entre la superficie y la longitud de grieta a, y con esta tensión entrar en la curva $S-N|_a$ y obtener el número de ciclos necesario para generar una grieta de longitud a. Evidentemente, al usar una tensión media esto será un cálculo aproximado que tiene asociado un cierto error, tanto mayor cuanto mayor sea la zona sobre la que se calcula la tensión media. Esta opción significa que se está haciendo la hipótesis de que a igual valor medio de tensión en la zona, igual número de ciclos para iniciar la grieta de esa longitud.

En la fase de iniciación es necesario introducir un criterio de fatiga multiaxial debido al carácter de las tensiones, principalmente en fatiga por fretting, en este caso se empleará el de Fatemi-Socie [15].
De esta forma se obtienen las dos curvas mencionadas y representadas en la figura 5 para un ensayo concreto de fretting fatiga con contacto esférico donde la tensión axial es σ = 110 MPa, la fuerza tangencial Q = 29 N y la normal N = 70 N. El mínimo se toma como la vida a fatiga y el punto donde se produce el mínimo se toma como la longitud de iniciación. Este modelo se puede comparar con otros donde se define a priori la longitud a partir de la cual se toma propagación. Aplicar dicho modelo sería el equivalente a entrar en la gráfica de la figura 5 con una longitud de grieta a preestablecida obteniéndose una vida de iniciación y de propagación. La ventaja del modelo propuesto es que es más conservativo y no hay que tomar una decisión sobre cuándo termina una fase y empieza la otra. En la gráfica también se observa que la vida estimada varía poco para un rango determinado de la longitud de iniciación. La extensión de esta zona aproximadamente plana es diferente para cada ensayo y suele ser más pequeña cuando la amplitud de las tensiones cerca de la superficie es menor, como en los ensayos analizados de fretting con contacto cilíndrico o con entalla.

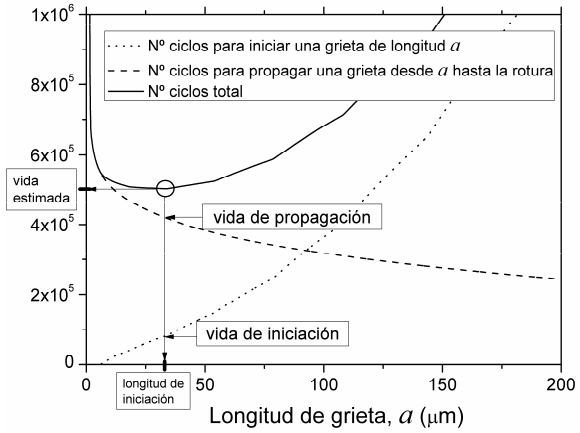


Figura 5. Aplicación del modelo de predicción a un ensayo de fretting con contacto esférico.

4. RESULTADOS

Los resultados de aplicar el modelo propuesto a los tres grupos de ensayos se muestra en la figura 6 donde se representa la vida estimada frente a la real.

La mayor parte de las estimaciones se encuentran en una banda de 2x alrededor de los valores reales, lo cual indica que el modelo propuesto puede ser válido para casos y situaciones muy distintas. En contacto cilíndrico y en entallas el resultado es excesivamente conservativo para vidas cortas. Los resultados mejorarían en esta zona si se considerara que inicialmente la grieta no es pasante en estos casos sino semielíptica.

Hay dos ensayos con contacto esférico con una duración de 850000 y 2.3 10^6 ciclos cuyas vidas estimadas son del orden de 40 10^7 ciclos y que por lo

tanto rebasan la escala del gráfico y no aparecen en la figura 6. La razón de unas vidas estimadas tan altas es que el factor de intensidad de tensiones se acerca mucho al umbral tal como se define en la ecuación (1). Por eso, variaciones muy pequeñas del umbral de crecimiento tienen una gran influencia sobre la vida estimada en los ensayos con vidas altas. Este hecho hace que sea difícil la predicción de vida por encima de 10^6 ciclos teniendo en cuenta la disparidad de valores para el umbral de crecimiento que se encuentra en la literatura. Además, se da la circunstancia de que el material analizado, aleación de aluminio, no tiene un límite de fatiga definido y por lo tanto tampoco debe tener un umbral de crecimiento definido. Sin embargo, sí parece necesario introducir dicho umbral para poder reproducir los resultados con vidas por encima de 10^6 ciclos, porque de no hacerlo estas vidas se subestiman.

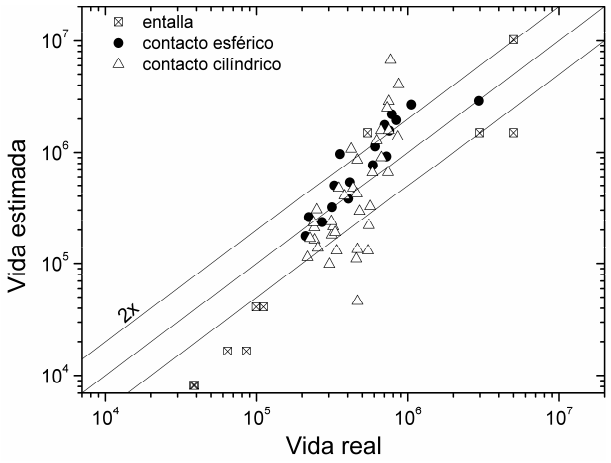


Figura 6. Vidas estimadas frente a las reales en probetas entalladas y en fretting.

Además de las vidas estimadas se puede analizar el valor de la longitud de iniciación obtenida en los distintos ensayos así como el tanto por ciento de vida dedicado a la iniciación o a la propagación, figuras 7 y 8 respectivamente.

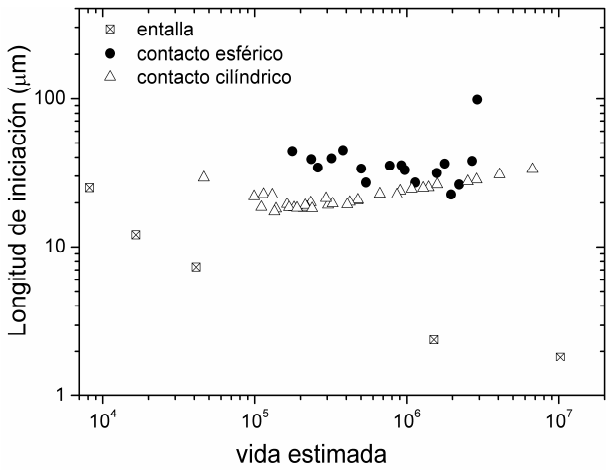


Figura 7. Longitud de iniciación frente a la vida real.

La figura 7 muestra que en los ensayos analizados la separación entre iniciación y propagación se produce en el mismo rango de valores para todos los casos, entre 10 y 40 micras. Esto es importante si se tiene en cuenta la diversidad tan grande que hay en el nivel y gradiente de tensiones en estos ensayos. Los valores son algo menores en fretting con contacto cilíndrico que con esférico, además, no se observa una clara tendencia o relación en función de la vida a fatiga. En el caso de la entalla sí se observa una tendencia decreciente cuando aumenta la vida.

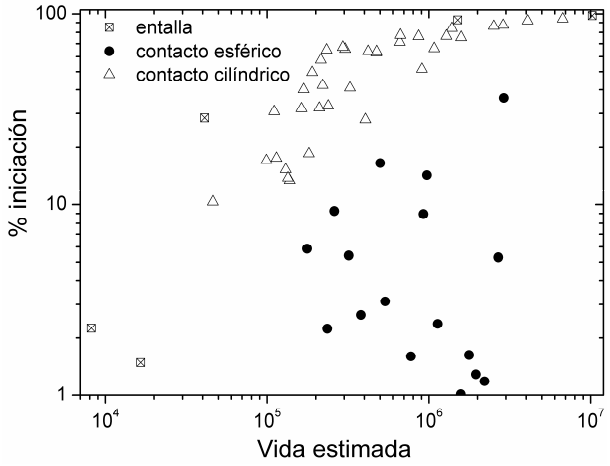


Figura 8. Porcentaje de la vida de iniciación frente a la vida total real.

La figura 8 muestra la proporción de vida empleada en iniciar una grieta, según se obtiene en este modelo de predicción. Se puede observar que mientras que en la probeta entallada y en el contacto cilíndrico la vida de iniciación aumenta con el número de ciclos, llegándose a valores en torno al 99%, en contacto esférico no hay una tendencia tan clara. Donde sí se puede observar una relación en fatiga por fretting es entre la fracción de vida dedicada a la iniciación y el cociente $\sigma_{max}/\sigma_{nominal}$ [11], es decir, la concentración de tensiones.

Estos resultados se muestran en la figura 9. En los ensayos de fretting $\sigma_{nominal}$ es la amplitud de la tensión axial aplicada a la probeta y en la entalla es la amplitud de la tensión lejos de la entalla, tal como se define en la figura 2. En ambos casos σ_{max} es la amplitud de la tensión en la superficie. La figura muestra cómo prácticamente todos los puntos forman una banda donde la relación entre la fase de iniciación y la concentración de tensiones es potencial, de forma que cuanto mayor es la concentración de tensiones menor es el porcentaje de vida empleada en la iniciación, a excepción de algún ensayo. Evidentemente, la concentración de tensiones tal como se ha definido no es el único parámetro que influye en la proporción de vida de iniciación a la vista de la dispersión en los resultados. Por ejemplo, en el caso de la entalla analizada, el concentrador de tensiones es siempre el mismo pero hay una variación del porcentaje de vida de iniciación. En este caso se observa en la figura 8 que la vida de la probeta, y por lo

tanto el nivel de tensiones, es el factor que está influyendo en la vida de iniciación.

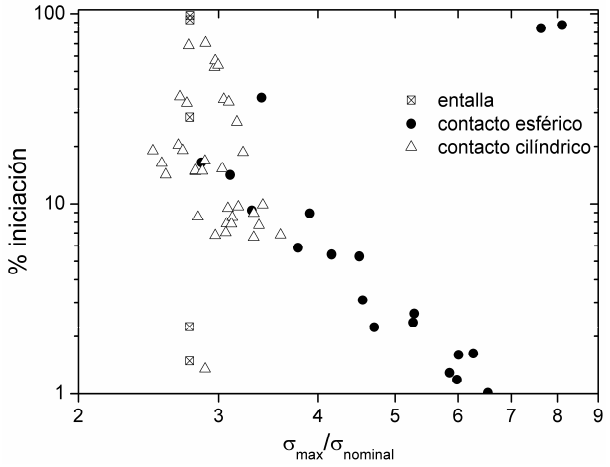


Figura 9. Porcentaje de la vida de iniciación frente al cociente entre la tensión máxima y la nominal.

5. CONCLUSIONES

En este artículo se ha presentado un modelo de predicción de vida que combina las fases de iniciación y propagación sin tener que definir a priori dónde termina una fase y empieza la otra. El modelo de predicción está enfocado a situaciones donde haya un gradiente de tensiones, como la fatiga por fretting o las entallas.

Este modelo de predicción de vida se ha aplicado a tres grupos de ensayos muy distintos entre sí, fretting esférico y fretting cilíndrico y entallas, obteniéndose buenos resultados en general, aunque peores en cilíndrico.

Los resultados muestran que la vida de iniciación puede ser muy diferente de un ensayo a otro y que no se puede despreciar a priori ninguna de las dos fases, iniciación y propagación. Esto hace que este modelo sea muy útil y robusto.

Las estimaciones muestran que cuanto mayor sea la concentración de tensiones menor será la vida de iniciación. La misma influencia tiene el nivel de tensiones.

La longitud de grieta estimada que separa las fases de iniciación y propagación es muy similar en el conjunto de ensayos analizados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación de la investigación a través del proyecto DPI2007-66995-C03-01.

REFERENCIAS

[1] R.B. Waterhouse, T.C. Lindley. *ESIS Publication* 18. MEP, London, 1994.

[2] M.P. Szolwinski, T.N. Farris. "Observation, analysis and prediction of fretting fatigue in 2024-T351 aluminum alloy". *Wear* 221, pp.24-36, 1998.

[3] J.A. Araújo, D. Nowell. "The effect of rapidly varying contact stress fields on fretting fatigue". *Inter. Journal of Fatigue* 24, pp.763-775, 2002.

[4] C.D. Lykins, S. Mall, V.K. Jain. "Combined experimental-numerical investigation of fretting fatigue crack initiation". *International Journal of Fatigue* 23, pp.703-711, 2001.

[5] N.E. Dowling. "Notched member fatigue life predictions combining crack initiation and propagation". *Fatigue of Engng. Mater. and Struct* 2, pp.129-138, 1979.

[6] C. Navarro, M. García, J. Domínguez. "A procedure for estimating the total life in fretting fatigue", *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct*. 26, pp.459-468, 2003.

[7] C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez. "Influencia de la longitud de iniciación en las predicciones de vida a fatiga por fretting", *Anales de Mecánica de la Fractura* 25, pp.554-559, 2008.

[8] S. Muñoz, C. Navarro, J. Domínguez. "Application of fracture mechanics to estimate fretting fatigue endurance curves", *Engineering Fracture Mechanics* 74, pp.2168-2186, 2007.

[9] A. Fatemi, A. Plaseied, A.K. Khosrovaneh, D. Tanner. "Application of bi-linear log-log S-N model to strain-controlled fatigue data of aluminum alloys and its effect on life predictions". *Inter. Journal of Fatigue* 27, pp.1040-1050, 2005.

[10] Fatigue Crack Growth Computer Program, NASA/FLAGRO, L.B. Johnson Space Center, JSC-22267, 1986.

[11] C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez. "On the use of multiaxial fatigue criteria for fretting fatigue life assesment". *Inter. J. Fatigue* 30, pp.32-44, 2008.

[12] C. Vallellano, J. Domínguez, A. Navarro. "On the estimation of fatigue failure under fretting conditions using notch methodologies", *Fatigue Fract Engng Mater Struct.* 26, pp.469-478, 2003.

[13] C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez. "Crack evolution in fretting fatigue with spherical contact", *Journal of Strain Analysis* (en revision).

[14] R.C. McClung, W.L. Francis, S.J. Hudak Jr. "A new approach to fatigue life prediction based on nucleation and growth", *9th International Fatigue Congress*, Atlanta, mayo 2006.

[15] A. Fatemi, D. Socie. "A critical plane approach to multiaxial fatigue damage including out-of-phase loading". *Fatigue and Fract of Engng Mater and Struct* **11**, pp.145-165, 1988.

ANÁLISIS DEL PROCESO DE FATIGA EN ENTALLAS MEDIANTE LA ACUMULACIÓN DE DAÑO EN EL FRENTE DE GRIETA

J. Vázquez[1], C. Navarro, J. Domínguez

[1] Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, E.T.S.I,
Universidad de Sevilla, Avda. de Los Descubrimientos s/n,
41092 Sevilla, España.
E-mail: jesusvaleo@esi.us.es

RESUMEN

El proceso de fatiga se divide normalmente para su estudio en dos etapas: iniciación y propagación. La separación entre una y otra es arbitraria, dependiendo de cómo se definan. El modelo presentado en este artículo considera que el proceso de avance de una grieta se debe a un proceso de daño acumulado en sucesivos bloques de material de determinada longitud en la dirección de avance de la grieta. El daño se va acumulando en estos bloques en función del nivel de tensiones y deformaciones, que es función de su distancia al borde de la grieta y cuando el daño llega a un determinado nivel se produce la rotura del bloque, provocando así el avance de la grieta. En el análisis de tensiones necesario se supone que la grieta es roma con un determinado radio de curvatura. La vida de iniciación se estima utilizando la curva ε-N. En este artículo se hace un análisis exhaustivo de los distintos parámetros que afectan a dicho modelo como: el tamaño de los bloques en que se discretiza el material en la dirección de avance de la grieta, el comportamiento del modelo en la fase de grieta pequeña, el lugar y la forma de evaluar las tensiones para estimar la vida de iniciación, las propiedades del material, etc.
Este análisis se realiza sobre una serie de ensayos de fatiga de probetas entalladas. Así, aparte de realizar el estudio paramétrico del efecto de las variables del modelo, se puede comprobar la bondad de dicho modelo.

ABSTRACT

To study the fatigue process, it is normally described in two stages: initiation and propagation. The separation between one and other one is arbitrary, depending on how they are defined. The model presented in this article assumes that the process of advance of a crack owes to the damage accumulated in successive blocks of material of certain length in the direction of the crack growth. The damage is accumulated in these blocks depending on the stresses and strains levels produced, which are factors of the distance to the edge of the crack. When the damage comes to a certain level the failure of the block takes place, provoking in this way the advance of the crack. In the necessary stress analysis it is supposed that the crack is blunt with a certain radius of curvature. The life of initiation is estimated using the curve ε-N. In this article an exhaustive analysis of the different parameters that affect the above mentioned model as: the size of the blocks in the discretization of the material in the direction of the crack growth, the behavior of the model in the short crack phase, the place and the way of evaluating the stresses to estimate the life of initiation, the properties of the material, etc. is carried out.
This analysis is realized on several cases of fatigue of notched specimens, which also have been tested. This way, apart from parametrically analyzing the effect of the variables of the model it is possible to verify the validity of the above mentioned model.

PALABRAS CLAVE: Componentes entallados, predicción vida a fatiga, iniciación, propagación

1. INTRODUCCIÓN.

El fallo más común en componentes sometidos a cargas cíclicas es la fatiga. Generalmente las zonas más propensas a sufrir este tipo de fenómeno son los concentradores de tensiones, tales como las entallas. A causa de ello una amplia variedad de modelos han sido desarrollados a fin de predecir el comportamiento a fatiga de estos componentes.

El proceso de fatiga se puede considerar como una combinación de iniciación y de propagación. Algunos de los modelos desarrollados para analizar el comportamiento de componentes entallados únicamente

consideran la iniciación (mediante la curva *ε-N ó S-N*), suponiendo que la parte de propagación es despreciable [1]. Este es frecuentemente el caso de pequeños componentes, con entallas suaves y con alto número de ciclos de fatiga. Por el contario, otros modelos sólo consideran la fase de propagación, ya que el número de ciclos de iniciación es pequeño. Algunas de las causas de una corta fase de iniciación suelen ser la geometría, el alto nivel de tensiones, un defecto inicial, o porque la grieta se inicia en el primer ciclo de carga en un defecto como puede ser una inclusión [2]. Sin embargo es difícil establecer bajo qué condiciones de carga, geometría y material es adecuado utilizar uno u otro enfoque. Otros modelos consideran el proceso de fatiga como una combinación de iniciación más propagación [3].

El modelo propuesto en este trabajo, combina iniciación y propagación. Este se puede considerar una extensión del modelo de daño propuesto por Glinka et al. para propagación de grietas largas [4], el cual considera que la propagación de una grieta se debe a un proceso de sucesivas iniciaciones en el borde de esta. Para ello el modelo se basa en la curva *ε-N* y en la distribución elástica de tensiones desarrolladas en el frente de una grieta roma obtenida por Creager y Paris [5]. El modelo propuesto, extiende el de propagación de grietas largas de Glinka et al. al análisis del comportamiento de grietas pequeñas y añade un procedimiento para la estimación de la vida de iniciación.

2. DESCRIPCIÓN DEL MODELO.

Tal y como se estableció en la introducción, el modelo se puede considerar un extensión del modelo propuesto por Glinka et al. para el análisis de propagación de grietas. Este se basa en la aplicación de dos conceptos básicos. El primero se aplica en el proceso usado para calcular la evolución de las tensiones y deformaciones en las cercanías del borde de una grieta. Este considera que el borde de grieta es romo y calcula las tensiones y deformaciones delante del borde de la grieta usando la aproximación definida por Molski y Glinka para entallas [6]. Esta aproximación supone que la energía de deformación existente cerca del borde de una entalla no es diferente de la que se obtendría considerando un modelo elástico.

La segunda idea en la que se basa el modelo es suponer que el proceso de avance de la grieta es a causa del daño progresivo que sufre el material que se encuentra en el borde de la grieta. Para ello el crecimiento de grieta se simula de una forma discreta, considerando el fallo de sucesivos bloques elementales de tamaño ρ^*, tal y como se muestra en la figura 1.

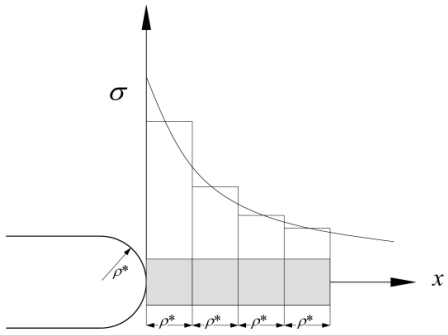


Figura 1. Estructura del material y forma de la grieta.

Considerando estas dos ideas se obtiene la ecuación (1),

$$\frac{1}{2E}\left(\frac{K_{max}x_i}{\sqrt{2\pi\rho^*}}\right)^2 = \frac{\sigma_i^2}{2E} + \frac{\sigma_i}{n'+1}\left(\frac{\sigma_i}{K'}\right)^{1/n'} \quad (1)$$

Donde K es el FIT, E el módulo de Young, x_i es un parámetro que depende de la distancia del centro del elemento i respecto del borde de la grieta, K' y n' son las constantes de la ecuación de Ramberg-Osgood,

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K'}\right)^{1/n'} \quad (2)$$

y σ_i es la media de las tensiones producidas en el elemento i en el instante de máxima carga. Tal y como se ve, la ecuación (1) nos da relación entre el FIT y las tensiones elasto-plásticas σ_i que soporta un bloque elemental i que se encuentre delante del borde de grieta.

A su vez la ecuación (2) se puede ampliar al rango, obteniéndose la ecuación (3).

$$\frac{1}{2E}\left(\frac{\Delta K_{eff}x_i}{\sqrt{2\pi\rho^*}}\right)^2 = \frac{\Delta\sigma_i^2}{2E} + \frac{2\Delta\sigma_i}{n'+1}\left(\frac{\Delta\sigma_i}{2K'}\right)^{1/n'} \quad (3)$$

La ecuación (3) en conjunto con la relación tensión-deformación del material durante un ciclo,

$$\frac{\Delta\varepsilon_i}{2} = \frac{\Delta\sigma_i}{2E} + \left(\frac{\Delta\sigma_i}{2K'}\right)^{1/n'} \quad (4)$$

permite determinar el rango de deformación $\Delta\varepsilon_i$ sobre un bloque elemental.

El conjunto de ecuaciones (1)-(4), son válidas para el caso de tensión uniaxial. Cuando existen condiciones de deformación plana, una relación tensión-deformación análoga a la de tensión uniaxial se puede obtener con unos nuevos parámetros $E_{D.P}$, $K'_{D.P}$ y $n'_{D.P}$ equivalentes a los del estado uniaxial [7], y un nuevo conjunto de ecuaciones (5)-(8) similar al anterior (1)-(4), definen el estado elasto-plástico en cada uno de los bloques elementales que se encuentran delante del borde de la grieta.

$$\frac{1}{2E_{D.P}}\left(\frac{K_{max}x_i}{\sqrt{2\pi\rho^*}}\right)^2=\frac{\sigma_i^2}{2E_{D.P}}+\frac{\sigma_i}{n_{D.P}^{'}+1}\left(\frac{\sigma_i}{K_{D.P}^{'}}\right)^{1/n_{D.P}^{'}} \quad (5)$$

$$\varepsilon=\frac{\sigma}{E_{D.P}}+\left(\frac{\sigma}{K_{D.P}^{'}}\right)^{1/n_{D.P}^{'}} \quad (6)$$

$$\frac{1}{2E_{D.P}}\left(\frac{\Delta K_{eff}x_i}{\sqrt{2\pi\rho^*}}\right)^2=\frac{\Delta\sigma_i^2}{2E_{D.P}}+\frac{2\Delta\sigma_i}{n_{D.P}^{'}+1}\left(\frac{\Delta\sigma_i}{2K_{D.P}^{'}}\right)^{\frac{1}{n_{D.P}^{'}}} \quad (7)$$

$$\frac{\Delta\varepsilon_i}{2}=\frac{\Delta\sigma_i}{2E_{D.P}}+\left(\frac{\Delta\sigma_i}{2K_{D.P}^{'}}\right)^{1/n_{D.P}^{'}} \quad (8)$$

En cada ciclo de carga, los diferentes bloques elementales localizados delante del borde de grieta van acumulando daño a causa del estado de tensiones que soportan; de modo que los más cercanos al borde de la grieta acumulan más daño que aquellos que se encuentran más lejanos. Una vez que el elemento localizado en el borde de la grieta alcanza el valor de daño crítico, se considera que este falla, y la longitud de grieta se ve incrementada en una distancia igual a ρ^*. El resto de elementos continuaran acumulando daño en los sucesivos ciclos de fatiga. El parámetro SWT [8] es el empleado para calcular el daño en cada uno de esos elementos,

$$SWT=\sigma_i^{max}\frac{\Delta\varepsilon_i}{2}=\sigma_f'\varepsilon_f'(2N_i)^{b+c}+\sigma_f'^{2}(2N_i)^{2b} \quad (9)$$

donde los parámetros σ_f', ε_f', b y c son las constantes de la curva de Coffin-Manson.
Determinando los sucesivos valores N_i de la ecuación (9) después de cada salto *i,* es posible obtener el número de ciclos necesarios para que una grieta se propague desde una longitud inicial a_i hasta una final a_f, o hasta la longitud de rotura del componente.

Tal y como se comentó anteriormente el modelo implica definir un tamaño adecuado ρ^* de bloques elementales, Glinka et al. [9], [10] proponen definir ρ^* mediante la expresión:

$$\rho*=\frac{1.633^2}{2\pi}\left(\frac{\Delta K_{TH}}{\Delta\sigma_{FL}}\right)^2 \quad (10)$$

Este tamaño de elemento corresponde a la longitud desde el borde de la grieta cuyo rango medio de la tensión es igual al límite de fatiga del material $\Delta\sigma_{FL}$ cuando el FIT es igual al umbral ΔK_{TH}. Cabe comentar que ρ^* es igual $1.33a_0$, siendo a_0 el parámetro de El Haddad [11], y bastante cercano al valor de 1.025 a_0 obtenido por Lazzarin et al. [12].

Para determinar la vida de un componente entallado se requiere el análisis de dos procesos adicionales. Por una parte, es necesario determinar el número de ciclos necesarios para iniciar una grieta, por otra parte, dado que el modelo propuesto para propagación es válido sólo para el crecimiento de grietas grandes es necesario incluir otro modelo que analice el comportamiento en la fase de grieta pequeña. Durante la fase de grieta pequeña, el valor de ρ^* definido por la ecuación (10) puede tener dimensiones similares a la de la grieta. Esto impide el uso de la mecánica fractura elástica lineal, así como el modelo propuesto por Molski y Glinka para evaluar las tensiones y deformaciones elasto-plásticas, que es el utilizado para calcular las tensiones mediante la ecuación (1) en la zona de interés cerca del borde de la grieta. A fin de poder analizar la fase de grieta pequeña, se han introducido varias modificaciones al modelo, de tal forma que permita la aplicación en esta fase. La combinación de estos dos nuevos procesos para la evaluación de la iniciación y para la fase de crecimiento de grieta pequeña, componen el modelo propuesto.

Para determinar el número de ciclos de iniciación N_i, se define una longitud inicial de grieta igual a a_0. El parámetro SWT para la estimación del número de ciclos de iniciación para ese tamaño de grieta se define como la media de este parámetro entre la superficie de la entalla y esa longitud inicial a_0. El cálculo de este valor medio del parámetro SWT ha sido obtenido mediante un análisis elasto-plástico de elementos finitos. El número de ciclos de iniciación se calcula mediante la curva *N-SWT* del material. El estado de tensiones y deformaciones elasto-plásticas también se calcula para zonas alejadas del borde de la entalla. Esto nos permite acumular el daño producido durante la fase de iniciación al daño que se produce durante la fase de propagación, tal y como se ve en la figura 2

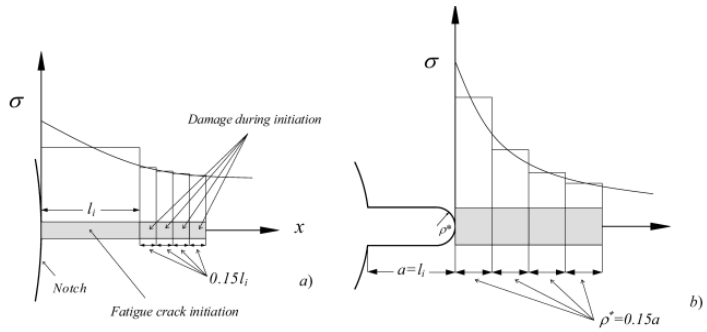


Figura 2. Aplicación a iniciación y grieta pequeña.

La extensión directa del modelo de Glinka para la propagación de grietas pequeñas no es válida, ya que es posible que las dimensiones de ρ^* dadas por la ecuación (10) sean mayores, o del orden del tamaño de grieta. Para que el proceso de simular el crecimiento de grieta mediante el fallo sucesivo de bloques elementales, sea compatible con las hipótesis utilizadas para el cálculo de las tensiones y deformaciones, se debe de cumplir que $a \gg \rho^*$, donde a es el tamaño de grieta. De acuerdo con lo establecido anteriormente, para solucionar el problema en el caso de grieta pequeña, la dimensión de los bloques elementales se toma de modo que el valor de ρ^* sea el más pequeño de los siguientes valores:

$$\rho_s^* = 0.15a \quad (11)$$

$$\rho_l^* = \frac{1.633^2}{2\pi}\left(\frac{\Delta K_{TH}}{\Delta\sigma_{FL}}\right)^2 \quad (12)$$

Esto garantiza un radio en la grieta que es físicamente aceptable, y también hace que las tensiones elásticas medias en el primer elemento sean suficientemente cercanas a las elásticas ideales. Con esta solución elástica, el modelo de Molski y Glinka es aplicado para calcular el parámetro *SWT*, y con este el daño acumulado, tal y como se comentó anteriormente.

3. ANÁLISIS DE MODELO.

A fin de analizar el comportamiento del modelo propuesto, se han realizado predicciones de vida sobre tres tipos de probetas de las que se disponen datos experimentales [13]. Todas las geometrías son placas con una entalla circular en el centro de estas, tal y como se muestra en la figura 3.

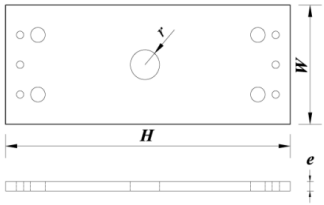


Figura 3. *Geometría de las probetas.*

En la tabla 1 se muestran los valores de los parámetros *e, H, r y W*, definidos en la figura 3, en milímetros para las tres probetas.

Tabla 1. *Valores geométricos de las probetas.*

	e	*H*	*r*	*W*
Probeta 1	2.032	127	6.35	50.8
Probeta 2	4	200	2	50
Probeta 3	6.35	508	6.35	101.6

La tabla 2 muestra los materiales de cada tipo de probeta así como sus propiedades mecánicas.

Tabla 2 .*Propiedades mecánicas.*

	Prob.1[13],[14]	Prob.2[14][15]	Prob.3[13]
Material	Al7075-T651	Al2024-T3	AISI 1020
E(MPa)	69640	70300	206843
υ	0.33	0.33	0.3
σ_{FL}(MPa)	169	145	240
K_{TH}(MPa·m$^{1/2}$)	2.75	3.15	6.6
n'	0.04	0.109	0.283
K'(MPa)	694	843	1441
σ_f'(MPa)	1231	835	882.5
ε_f'	0.263	0.17	0.16
b	-0.122	-0.096	-0.118
c	-0.806	-0.644	-0.412

Se han realizado predicciones de vida variando tres parámetros del modelo. Estos son; el tamaño de los bloques elementales ρ^*, que se ha variado entre 0.5 *y* 2 veces el tamaño definido por las ecuación 10, la longitud de iniciación a_i haciéndose variar entre $0.5a_0$ y $2a_0$, y el tamaño de los bloques elementales en el caso de grieta pequeña ρ^*_s (0.075*a*-0.3*a*). Así mismo, para recoger cómo afecta el carácter tridimensional de las geometrías en estudio a las predicciones de vida a fatiga, también se han hecho predicciones suponiendo los estados de deformación y tensión plana.

A continuación, en la figura 4, se recogen las predicciones realizadas con el modelo para valores del tamaño de los bloques elementales igual a $0.5\rho^*$, ρ^* y $2\rho^*$ para el caso de tensión plana, frente a las vidas experimentales. El resto de parámetros en estudio se mantienen con los valores propuestos en el modelo, esto es a_i=a_0 y el tamaño de los bloques elementales para el caso de grieta pequeña igual a 0.15 *a.*

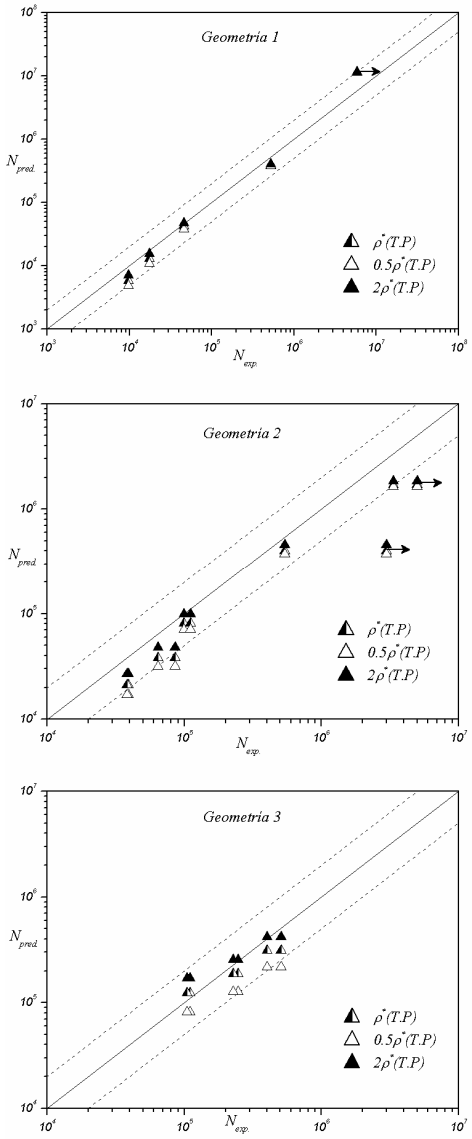


Figura 4.*Predicciones del modelo en función de* ρ^*.

En la figura 5 se muestran las predicciones en el supuesto de tensión plana, en función de la longitud de iniciación. En este caso se han tomado unos valores de iniciación de 0.5 a_0, a_0 y 2 a_0. Al igual que en el análisis anterior se han mantenido constantes el resto de parámetros.

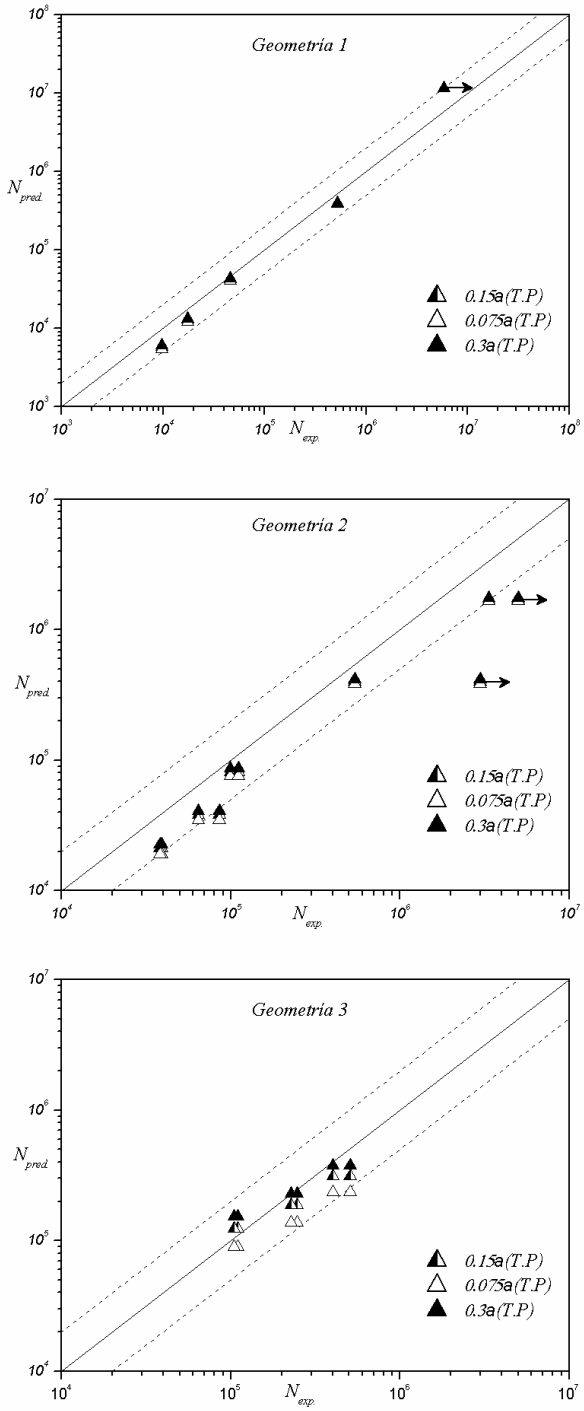


Figura 5 .Predicciones del modelo en función de la longitud de de iniciación.

La figura 6 presenta las predicciones de vida del modelo para las tres geometrías analizadas en función del tamaño de los bloques elementales para el caso de grieta pequeña. Para hacer este análisis se han tomado los valores de los elementos igual a 0.075a, 0.15a y 0.3a. De nuevo se han mantenido constantes los demás parámetros involucrados en el modelo.

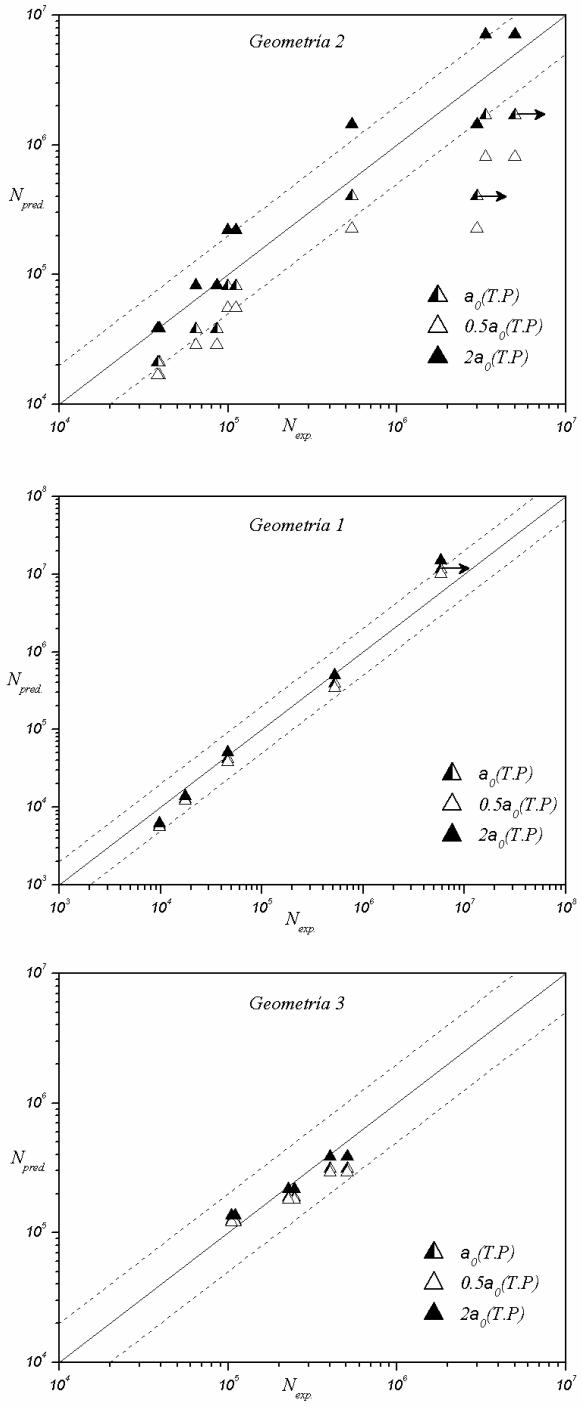


Figura 6. Predicciones del modelo en función del tamaño de los bloques en el caso de grieta pequeña.

Por último, tal y como se comentó anteriormente, en la figura 7 se ven las diferencias entre las predicciones de vida del modelo en función del estado de tensiones-deformaciones supuesto sea tensión o deformación plana.

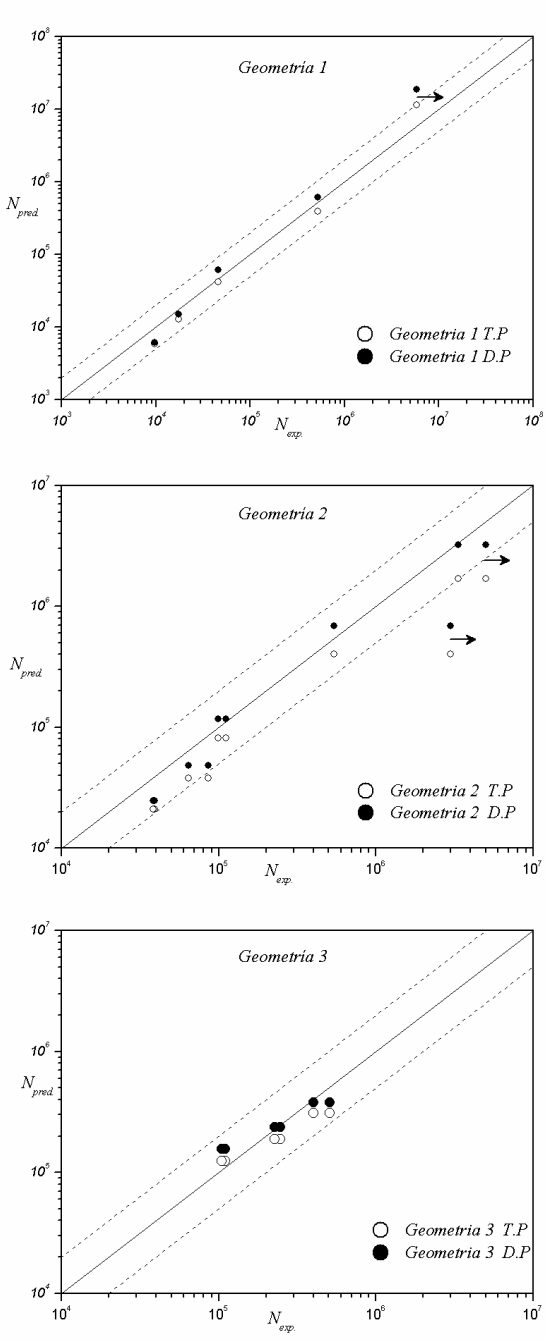


Figura 7. Comparación entre las predicciones para los casos de tensión y deformación plana.

4. CONCLUSIONES.

A la vista de los resultados, cabe destacar tres aspectos del modelo propuesto:

-En general se obtienen buenos resultados para los parámetros originales del problema, esto es; longitud de los bloque elementales igual a ρ^*, suponer una longitud de iniciación de valor a_0 y tomar el tamaño de los elementos para el caso de grieta pequeña igual a $0.15a$.

-De entre todas las geometrías, la que menos se ve afecta por la elección de uno u otro valor para los parámetros analizados es la primera. En principio no con el análisis desarrollado no se puede discernir si este comportamiento es a causa del material (Al-7075-T651) ó si por el contrario es debido a la geometría, donde cabe destacar que de entre las tres analizadas, es la que tiene menor relación *e/r*.

-El modelo ofrece predicciones de vida mayores para los casos de deformación plana, siendo estas diferencias pequeñas para vidas cortas (N~10^3–10^4).

REFERENCIAS

[1]. Wetzel R. M. (1977). *Fatigue under complex loading: analysis and experiments*, Society of Automotive Engineers.

[2]. Lankford J. (1982). The growth of small fatigue cracks in 7075-T6 aluminium, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, 5, 233-248.

[3]. Socie D.F., Morrow J. and Chen W-C (1979). A procedure for estimating the total fatigue life of notched and cracked members, *Engineering Fracture Mechanics*, 11, 851-859.

[4]. Glinka G. (1985). A Notch Stress-Strain Analysis Approach to Fatigue Crack Growth, *Engineering Fracture Mechanics*, 21, 245-261.

[5]. Creager M., Paris P.C. (1967). Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking, *Int. J. Fract. Mech.*, 3, 247-252.

[6]. Molski K., Glinka G. (1981). A Method of Elastic-Plastic Stress and Strain Calculation at a Notch Root, *Materials Science and Engineering,* 50, 93–100.

[7]. Wetzel R. M. (1977). *Fatigue under complex loading: analysis and experiments*, Society of Automotive Engineers.

[8]. Smith K.N., Watson P., and Topper T.H. (1970). A Stress-Strain Function for the fatigue of Metals, *Journal of Materials*, 5, 767-778.

[9]. Glinka G., Noroozi A.H., Lambert S. (2007). Unification of the Notch Strain-Life and Fatigue rack Growth Theories, *Fatigue 2007*, The 6th Engineering Integrity Society International Conference on Durability and Fatigue, Queens' College, Cambridge.

[10]. Noroozi A.H., Glinka G. and Lambert S. (2005). A two parameter driving force for fatigue crack growth analysis, *Int. J. Fatigue*, 27, 1277–1296.

[11]. El Haddad M.H., Topper T.H. and Smith K.N. (1979). Prediction of non-propagating cracks, *Engineering Fracture Mechanics,* 11, 573-584.

[12]. Lazzarin P., Berto F. (2005). From Neuber's Elementary Volume to Kitagawa and Atzori's Diagrams: An Interpretation Based on Local Energy, *Int. J. Fracture*, 135, 33-38.

[13]. Chen W.-C. (1979). A Model for Joining the Fatigue Crack Initiation and Propagation Analysis*, Phd. Thesis, Univ. of Illinois at Urbana-Champaign*.

[14]. Boller C. and Seeger T. (1998). Materials Data for Cyclic Loading, *Elsevier Publishing Company*.

[15]. Akiniwa, Y., Tanaka, K., Matsui (1988), E. Statistical characteristics of propagation of small fatigue cracks in smooth specimens of 2024-T3, *Mat. Sci. Engng*. A104, 105-115.

MODELO DE COMPORTAMIENTO EN FATIGA BASADO EN EL DAÑO CONTINUO MEDIDO A PARTIR DE PARÁMETROS ENERGÉTICOS DE UN POLIMERO COMPUESTO

I. A. Carrascal, J. A. Casado, S. Diego, J. A. Polanco y F. Gutiérrez-Solana

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

RESUMEN

En este trabajo se propone un modelo para la identificación del daño sufrido en un proceso de fatiga a través de la energía almacenada o elástica en función de la tensión aplicada y la temperatura ambiente. Se han realizado ensayos de fatiga monótona a diferentes niveles de tensión (R = 0.1) empleando un compuesto con matriz de Poliamida 6 y reforzado con un 25 % en peso de fibra de vidrio corta inyectado en probetas de tracción normalizadas. Se define el daño como la variación de la energía almacenada respecto a las condiciones iniciales, es decir como la pérdida de propiedades. En la evolución del daño en función del número de ciclos aplicados se distinguen tres zonas claramente diferenciadas. La primera de crecimiento rápido con pendiente decreciente; en la segunda el daño crece de forma lineal, de forma que se puede determinar la velocidad de crecimiento del daño como función potencial de la variación de tensión aplicada; y por último, una zona de crecimiento del daño con pendiente creciente hasta rotura.

ABSTRACT

This work proposes a model for the identification of the suffered damage in a process of fatigue through the stored or elastic energy depending on the applied tension and the temperature sets. There have been realized monotonous fatigue tests at different stress levels (R = 0.1) using a Polyamide 6 composite matrix reinforced with 25 wt % short glass fiber injected into standard tensile test. Damage is defined as the variation in stored energy with respect to initial conditions, ie as the loss of properties. In the evolution of the damage based on the number of applied cycles three clearly distinct areas zones are distinguished. The first one of rapid growth with decreasing slope; in the second, the damage grows of linear fashion, so that you can determine the growth speed of the damage as a potential function of the applied stress variation, and finally, a zone of damage growth with increasing slope up to break.

PALABRAS CLAVE: Daño, fatiga, poliamida, energía almacenada.

1. INTRODUCCIÓN

El daño generado en fatiga en un material compuesto de matriz polimérica consiste en la creación y crecimiento de discontinuidades como micro fisuras, huecos, crazes, etc. que disminuyen la resistencia del material progresivamente hasta su rotura.

El parámetro daño, D, representa el grado de deterioro del material, variando entre 0 para materiales sin daño y D_C cuando se produce el fallo.

Tradicionalmente [1 y 2] la formulación relativa al daño se basa en el concepto de tensión y deformación equivalente. La tensión efectiva, $\hat{\sigma}$, es la experimentada por el material debido a la reducción de sección neta por los diferentes mecanismos de daño. De forma que para un material dañado la tensión efectiva se puede expresar como:

$$\hat{\sigma} = \frac{\sigma}{1-D} \tag{1}$$

La deformación equivalente se verá afectada por esta tensión:

$$\varepsilon = \frac{\hat{\sigma}}{E} = \frac{\sigma}{E(1-D)} \tag{2}$$

De forma que el daño, D, se puede definir a partir de:

$$D = 1 - \frac{\tilde{E}}{E} \tag{3}$$

Donde E es el módulo elástico del material sin daño y $\tilde{E}$ es el módulo aparente del material dañado.

Ante un proceso de fatiga que provoca deformaciones mecánicas macroscópicas repetidas, en los materiales compuestos de matriz polimérica se produce un reajuste molecular interno, que se puede hacer más evidente debido al incremento de temperatura ocasionado por el calentamiento generado internamente debido a la fricción molecular. Estos cambios internos se pueden manifestar al exterior por medio de magnitudes viscoelásticas como el ángulo de desfase entre las señales de carga y deformación.

2. MATERIAL EMPLEADO

Para el desarrollo de este trabajo se ha empleado Poliamida 6 reforzada con un 25 % en peso de fibra corta de vidrio (PA6 + 25 FG) inyectada en probetas con forma de halterio tipo 1B según UNE-EN ISO 527-2 [3], cuya geometría y dimensiones se reflejan en la figura 1.

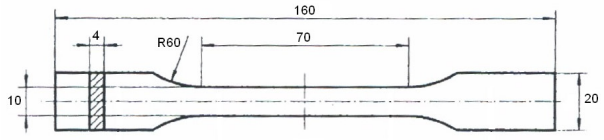


Figura 1.- Dimensiones de las probetas empleadas

La PA 6 es un material altamente higroscópico y la absorción de humedad puede alterar significativamente sus propiedades mecánicas, especialmente las dinámicas. Por esta razón, previamente, se determinó el contenido de humedad y comportamiento estático, para poder acotar el rango de trabajo en fatiga dentro del campo elástico. La humedad del material compuesto (H_c) se situó en torno al 2.4 %, pero teniendo en cuenta que la cantidad de agua absorbida por la fibra es nula y la de la interfase despreciable, la humedad de la matriz (H_m) alcanza el 3.2 %, obteniéndose este valor a partir de la siguiente expresión:

$$H_m = H_c \frac{1}{1 - FG} \tag{4}$$

El comportamiento mecánico estático de la PA 6 + 25 % FG, con un contenido de agua del 2.4 %, se muestra en la figura 2, comprobándose que alcanza los 100 MPa en rotura para una deformación superior al 5%.

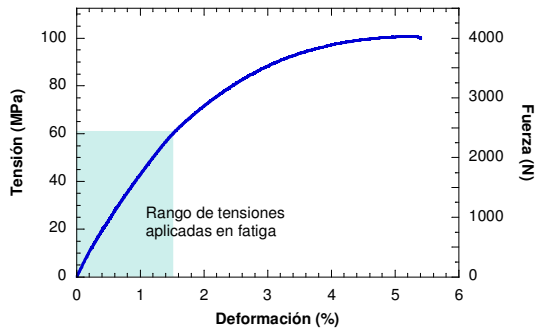


Figura 2.- Comportamiento estático de la PA6+25%FG con H=2.4 %

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Se realizaron ensayos de fatiga monótona en control de fuerza a temperatura ambiente (23±1 ºC). Para todos los ensayos se mantuvo constante la relación de tensiones, (R = 0.1), incrementándose, sucesivamente, el nivel máximo desde 1800 N hasta alcanzar los 2700 N, con variaciones de 100 N según se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de carga empleados en fatiga

Ensayo	F_{max} (N)	F_{min} (N)	σ_{max} (MPa)	σ_{min} (MPa)	$\Delta\sigma$ (MPa)
1	2700	270	67.5	6.75	60.75
2	2600	260	65	6.5	58.5
3	2500	250	62.5	6.25	56.25
4	2400	240	60	6	54
5	2300	230	57.5	5.75	51.75
6	2200	220	55	5.5	49.5
7	2100	210	52.5	5.25	47.25
8	2000	200	50	5	45
9	1900	190	47.5	4.75	42.75
10	1800	180	45	4.5	40.5

Para la realización de los ensayos de fatiga se empleó una máquina dinámica de ±5 kN de capacidad y durante los mismos se monitorizaron la carga aplicada y la deformación de la probeta medida con un extensómetro de 50 mm de base de medida.

A lo largo del ensayo de fatiga se realizó un análisis dinamo-mecánico con una diferencia respecto al método tradicional, la temperatura de la probeta es generada internamente por el componente por efecto de la carga cíclica, en lugar de recurrir a una fuente externa.

La medida de la temperatura se realiza sin contacto, para evitar rozamientos con la sonda en el proceso de fatiga. Se emplea una cámara termográfica de infrarrojos equipada con un software que permite monitorizar la temperatura en ocho puntos de la probeta repartidos a lo largo del fuste de la misma.

Se realiza un ensayo adicional de calorimetría diferencial de barrido (DSC) con el objeto de determinar el valor de la temperatura de transición vítrea, T_g, de la matriz del compuesto.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los resultados de fatiga obtenidos se reflejan en el diagrama de Whöler de la figura 3.

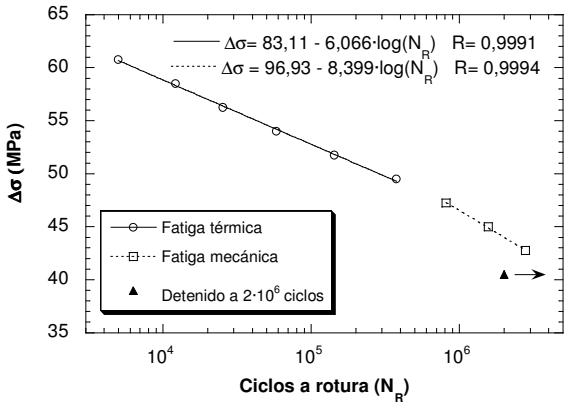


Figura 3.- Diagrama de Whöler

El ensayo de tensión más baja ($\Delta\sigma$ = 40.5 MPa) se detuvo con $2{\cdot}10^6$ ciclos, ya que todos los indicadores analizados, temperatura, deformaciones, energías y parámetros viscoelásticos, estaban estabilizados o decreciendo. Las probetas ensayadas en los dos niveles siguientes se rompieron por mordaza, superando los $2{,}7{\cdot}10^6$ ciclos en rotura el ensayo con $\Delta\sigma$ = 42.75 MPa.

A partir del DSC se obtuvo una temperatura de transición vítrea, T_g, de 32.7 ºC. Para la PA seca la T_g se sitúa en torno a 78 ºC, mientras que para PA saturada (H = 8%) puede descender hasta los 8 ºC [5].

En la figura 4 se puede observar la evolución de la temperatura a lo largo de los ensayos. Se puede comprobar la existencia de dos comportamientos claramente diferenciados. Por un lado, los ensayos realizados con tensiones elevadas, que superan la T_g, presentando temperaturas en rotura superiores a los 40º C, y por otro lado los niveles tensionales inferiores para los que la temperatura se estabiliza por debajo de la T_g. Esta diferencia de comportamiento se puede apreciar también en el diagrama de la figura 3 donde se diferencia entre fatiga térmica, los que han superado la T_g, y fatiga mecánica, los que no la superan.

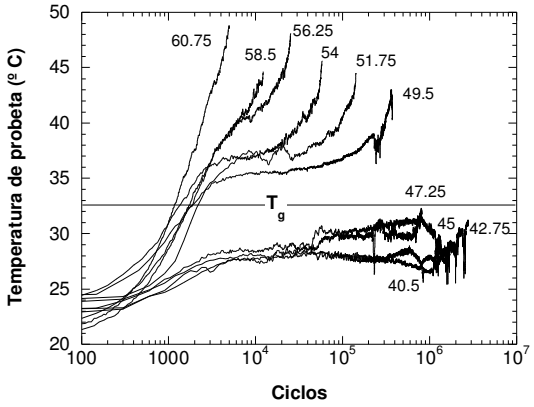


Figura 4.- Evolución de la temperatura

Con el objeto de obtener el daño continuo provocado en fatiga a partir de parámetros energéticos se determinó la evolución de las energías almacenadas o elásticas (E_a) y de las disipadas o anelásticas (E_d) a lo largo de los ciclos. Las figuras 5 y 6 representan la variación de estas energías para cada una de las tensiones ensayadas.

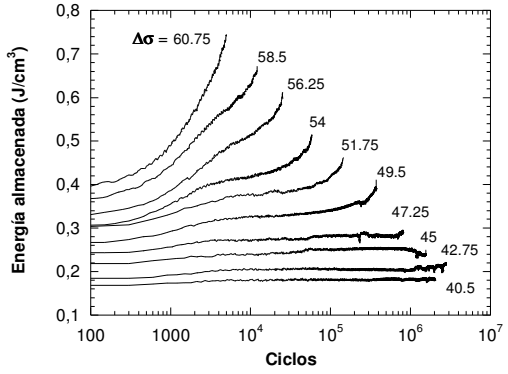


Figura 5.- Energía almacenada por ciclo

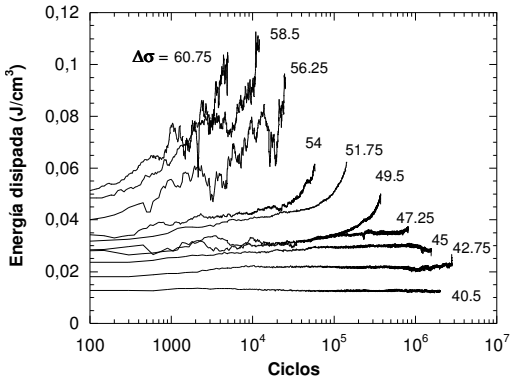


Figura 6.- Energía disipada por ciclo

En trabajos anteriores [6-7] se comprobó que para un material termoplástico se podían obtener parámetros viscoelásticos como el ángulo de desfase a partir de parámetros energéticos según la expresión:

$$tg\delta = \frac{4F_m \dfrac{E_d}{E_a}}{\pi F_0 \left(2 + \dfrac{E_d}{E_a}\right)} \qquad (5)$$

Esta expresión también es válida para materiales compuestos de matriz termoplástica según se puede ver en la figura 7, donde se representa la evolución del ángulo de desfase medido y calculado.

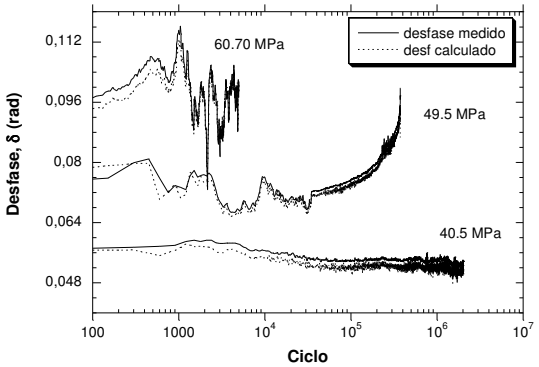


Figura 7.- Desfase medido y calculado

Para la fatiga térmica, el desfase presenta un pico, correspondiendo con la T_g, y posteriormente un crecimiento continuo hasta la rotura. Este crecimiento será más rápido al aumentar la solicitación. En los casos de fatiga mecánica, el desfase es creciente hasta que se produce el fallo final, salvo en el caso de menor tensión en el cual el desfase se estabiliza totalmente, llegando incluso a decrecer.

Para los ensayos que presenta fatiga térmica, se puede realizar una representación típica de un análisis dinamo-mecánico, es decir, ángulo de desfase frente a temperatura (Figura 8). Se puede apreciar que el pico del desfase tiene lugar para un rango de temperatura constante coincidente con la T_g medida por DSC. Para el caso de la PA sin reforzar la variabilidad de la temperatura del pico es inferior [8]

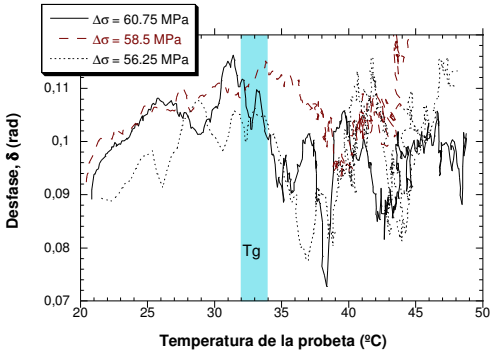


Figura 8.- Análisis dinamo-mecánico (δ-T^a)

Para determinar el daño continuo se elige como parámetro a evaluar la energía almacenada en lugar de la disipada, ya que los resultados obtenidos en este último son menos uniformes.

Se define el daño sufrido por fatiga en cada uno de los ciclos, D(N) como:

$$D(N) = 1 - \frac{E_{a0}}{E_a(N)} \tag{6}$$

Donde E_{a0} es la energía disipada en el primero de los ciclos. La evolución del parámetro de daño se representa en la figura 9.

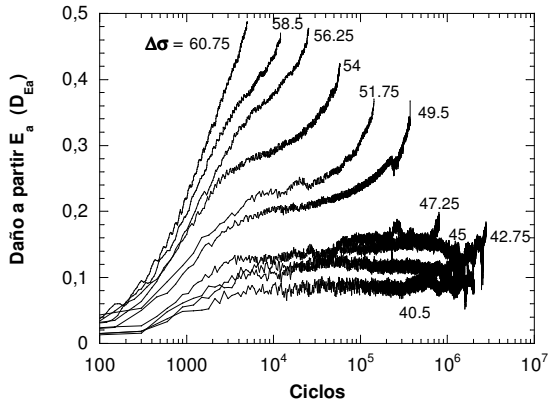


Figura 9.- Evolución del daño

Si se analiza cada una de las curvas por separado se comprueba que todas ellas obedecen a un mismo patrón. En la figura 10 se representa, en escala lineal, el correspondiente a Δσ = 54 MPa.

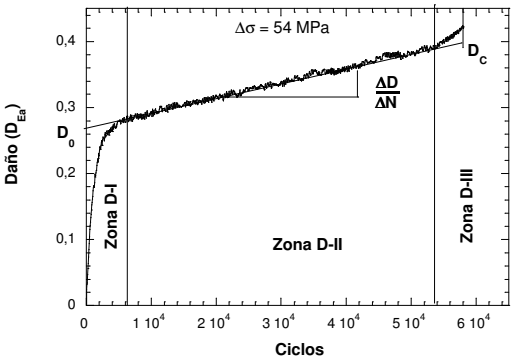


Figura 10.- Zonas de evolución del daño

Se comprueba para todos los niveles la existencia de tres zonas claramente diferenciadas, una zona inicial, D-I, de crecimiento rápido del daño con pendiente decreciente, una segunda zona, D-II, en las que se produce un crecimiento del daño con velocidad constante, ΔD/ΔN, y por último la zona D-III de rotura en la que el daño crece de forma inestable hasta la rotura con pendiente creciente.

Si se realiza un ajuste lineal de la zona D-II para cada uno de los niveles tensionales empleados:

$$D(N) = D_0 + \frac{\Delta D}{\Delta N} \cdot N \tag{7}$$

Resulta que tanto la velocidad de crecimiento del daño como la ordenada en el origen, D_0 o "daño inicial", son función del nivel tensional aplicado (Figuras 11 y 12)

$$\frac{\Delta D}{\Delta N} = A \cdot \Delta\sigma^B \tag{8}$$

$$D_0 = C + D \cdot \Delta\sigma \tag{9}$$

Donde A, B, C y D son constantes

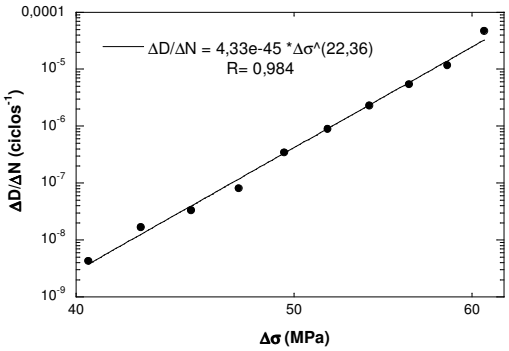


Figura 11.- Velocidad de crecimiento del daño

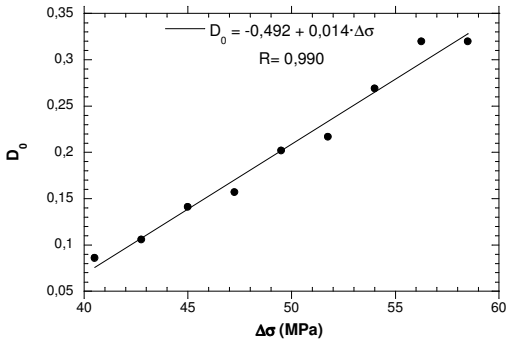


Figura 12.- D_0 en función del nivel tensional

Una vez definido el modelo de evolución del daño, solo falta determinar el valor para el que se produce el fallo del material o daño crítico, D_C. En la figura 10 se ha definido el daño crítico como la prolongación del ajuste lineal de la zona D-II hasta alcanzar el número de ciclos de rotura, N_R. Por tanto, se podría estimar el daño crítico a partir de la expresión 8, si se conoce la duración hasta rotura del ensayo:

$$D\Big|_{D_0}^{D_C} = A \cdot \Delta\sigma^B \cdot N\Big|_0^{N_R} \tag{10}$$

$$D_C = D_0 + N_R \cdot A \cdot \Delta\sigma^B \tag{11}$$

El valor de N_R se puede obtener a partir del nivel tensional y dependerá del tipo de fatiga, térmica o mecánica, al que se haya sometido al material según se puede observar en el diagrama de Whöler de la figura 3.

En el gráfico de la figura 13 se comparan los valores reales medidos de daño crítico con los obtenidos a partir de la expresión 11.

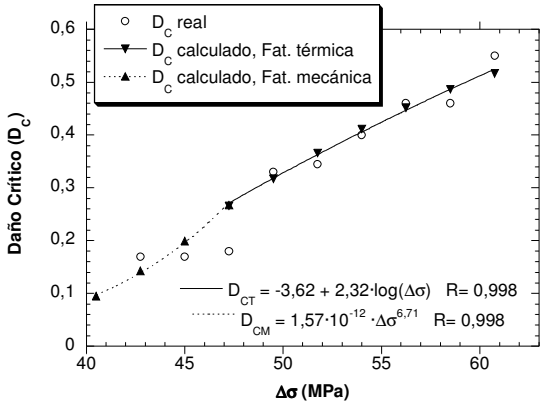


Figura 13.- Daño crítico en función del nivel tensional

El daño para cualquier situación tensional y número de ciclos se puede estimar a partir de la expresión 7, como se puede comprobar en la figura 14 donde se comparan la evolución real del parámetro de daño con los valores obtenidos del modelo.

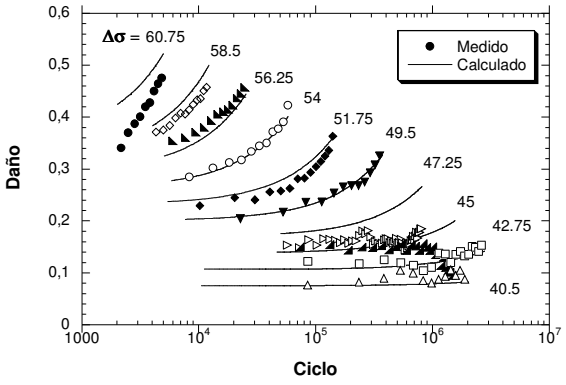


Figura 14.- Comparación modelo-valores reales

El procedimiento para determinar la vida residual de una probeta, N_x, desde un número de ciclos conocido, N_i, para un determinado nivel de tensión, $\Delta\sigma_i$, consistiría inicialmente en determinar el daño generado para N_i :

$$D_i = D_0 + A\cdot\Delta\sigma_i^{\ B}\cdot N_i \qquad (12)$$

Y posteriormente a partir de Di, determinar las vida residual N_x:

$$N_x = \frac{D_C - D_i}{A\cdot\Delta\sigma_i^{\ B}} \qquad (13)$$

La velocidad de crecimiento del daño a partir de la energía disipada por ciclo D_{Ed} se puede observar en la figura 15, pero como era de suponer, por los resultados de partida, la correlación de los datos es ligeramente inferior a la obtenida por el daño calculado a partir de la energía almacenada, D_{Ea}.

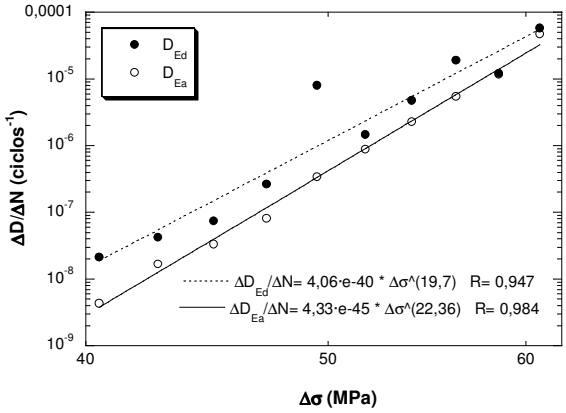


Figura 15.- Daño obtenido a partir de la E_d

En trabajos anteriores [9] se ha tratado de cuantificar el daño generado en las probetas a partir de la profundidad alcanzada por los crazes a través de la rugosidad superficial en las superficies laterales de la probeta. En este trabajo se ha intentado cuantificar el daño a partir de la superficie lateral ocupada por los crazes.

La medida se realizó de dos formas diferentes a partir de la imagen obtenida a partir de un microscopio óptico. La primera consistió en un tratamiento automático de la imagen para eliminar aquellas marcas que no correspondían a marcas de crazes. Mientras que la segunda consistió en el marcado manual de todos aquellos crazes visibles con un aumento de 2.5.

En la figura 16 se aprecia el aspecto que presentan los crazes medidos.

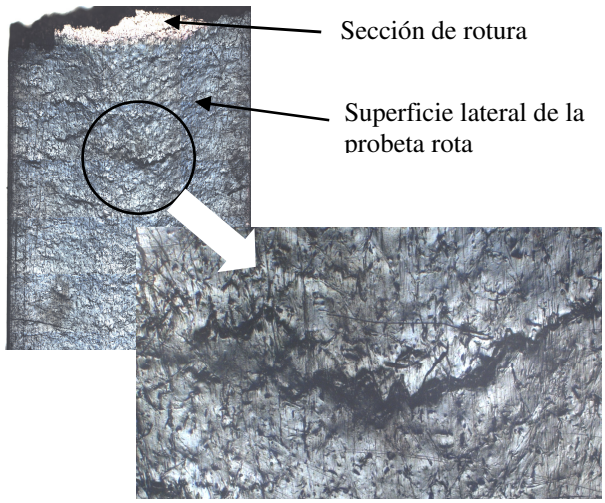


Figura 16.- Aspecto de los crazes laterales

Al igual que ocurría en la figura 9 se comprueba que la superficie de crazes medidos es creciente con el nivel tensional aplicado y además existe una correlación de tipo logarítmico con el daño crítico medido, Figuras 17 y 18, respectivamente.

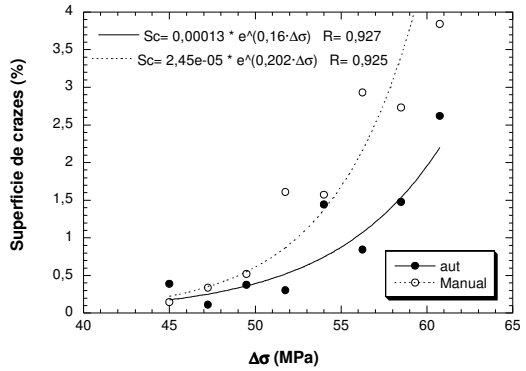


Figura 17.- Superficie de crazes.

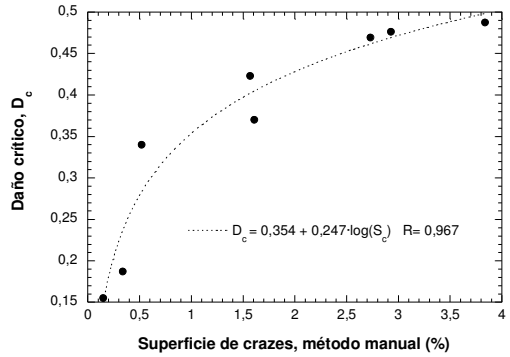


Figura 18- Relación entre D_C y la superficie de crazes.

Por último se realizaron ensayos a diferentes temperaturas, 17, 20 y 27 ºC, comprobándose que la velocidad de crecimiento del daño crece con la temperatura, figura 19.

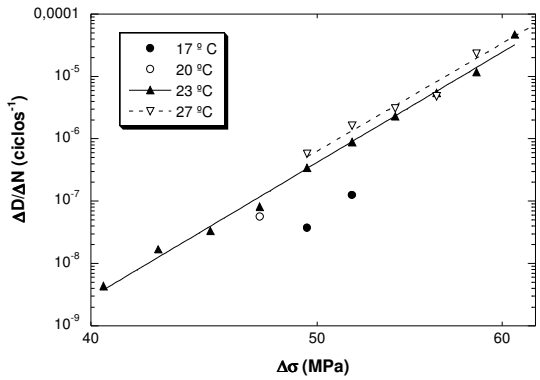


Figura 19- Influencia de la temperatura ambiente en la velocidad de crecimiento del daño.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se propone un modelo para la identificación del daño sufrido en un proceso de fatiga a través de la energía almacenada o elástica en función de la tensión aplicada y la temperatura ambiente.

En un proceso de fatiga térmica es posible determinar la T_g del material, como aquella temperatura para la que se produce un pico en el ángulo de desfase. Este ángulo es posible medirlo a partir de variables energéticas.

Se define el parámetro daño como la variación de la energía almacenada en cada momento respecto a las condiciones iniciales. En la evolución del daño en función del número de ciclos aplicados se distinguen tres zonas claramente diferenciadas. La primera de crecimiento rápido con pendiente decreciente; en la segunda el daño crece de forma lineal, de forma que se puede determinar la velocidad de crecimiento del daño como función potencial de la variación de tensión aplicada; y por último, una zona de crecimiento del daño con pendiente creciente hasta rotura.

Se ha encontrado una vinculación entre el parámetro daño y la superficie ocupada por los crazes en las paredes laterales de la probeta.

REFERENCIAS

[1] Jessen, S.M. and Plumtree A. Continuum damage mechanics applied to cyclic behaviour of a glass fibre composites pultrusion. Composites. Vol 22. nº 3, pg 181-190. 1991,

[2] Sullivan, R. W. Development of a viscoelastic continuum damage model for cyclic loading. Mechanics of Time-Dependent Materials 12 (4), pp. 329-342

[3] UNE-EN ISO 527-2:1997. Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción. Parte 2: Condiciones de ensayo de plásticos para moldeo y extrusión.

[4] .I Carrascal, J.A. Casado, J.A. Polanco and F. Gutiérrez-Solana. Absorption and diffusion of humidity in fiber-glass reinforced polyamide. Polymer composites, Vol 26, Pgs 580-586. 2005

[5] Ehrenstein, G. W., Polymeric materials, Hanser Publishers, Munich, 2001.

[6] Carrascal, I., Casado, J.A., Varona, J.M., Polanco, J.A. y Gutiérrez-Solana, F. Determinación del fallo por fatiga en base a consideraciones energéticas de componentes de PA 6.6 reforzada con fibra de vidrio. Anales de Mecánica de la Fractura. Vol 21. 2004.

[7] Casado, J.A., Carrascal, I., Polanco, J.A. y Gutiérrez-Solana. Fatigue failure of short glass fibre reinforced PA 6.6 structural pieces for railway track fasteners. Engineering Failure Analysis. 13. 2006

[8] I. Carrascal, J.A. Casado J.A. Polanco F. Gutiérrez-Solana. Aplicación del análisis dinamo-mecánico a la determinación de las condiciones críticas en fatiga de materiales poliméricos. Anales de mecánica de la fractura. Pgs. 397-402. 2008

[9] J.A. Casado, F. Gutiérrez-Solana, J.A. Polanco and I. Carrascal. A Roughness Technique to Assess the Fatigue Life of Short-Fibre-Glass Reinforced PA rugosidad Advances in Fracture and Damage Mechanics. Pgs 11-22. 2005

DETERMINACIÓN DEL LÍMITE A FATIGA EN HORMIGONES RECICLADOS DE APLICACIÓN ESTRUCTURAL

C. Thomas, I. Carrascal, J. Setién y J. A. Polanco

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

RESUMEN

El propósito de la presente investigación es valorar la influencia que supone utilizar áridos reciclados en el comportamiento a fatiga de hormigones elaborados con ellos. El objetivo final es proponer un grado de sustitución óptimo a la hora de diseñar hormigones de aplicación estructural. En este trabajo, se han estudiado reemplazos del 0% (hormigón patrón), 20%, 50% y 100% del árido grueso natural calizo, de un hormigón convencional, por áridos gruesos reciclados. La técnica experimental utilizada se ha desarrollado a partir de la propuesta por Locati. En cuanto a los resultados obtenidos, en primer lugar, se ha encontrado una mejora en las resistencias a compresión y el módulo elástico dinámico de los hormigones con mayor grado de sustitución, se han determinado las energías disipadas y almacenadas, encontrándose, no obstante, que para el caso de los hormigones con sustitución total de árido reciclado, la rigidez se ve reducida y la resistencia frente a cargas cíclicas aumenta.

ABSTRACT

The purpose of this research is the evaluation of the influence that involves the use of recycled aggregate in the fatigue behaviour of recycled concrete. The ultimate objective is to propose an optimal degree of substitution in the design of structural recycled concrete. In this work replacements of 0% (standard concrete), 20%, 50% and 100% of natural coarse limestone aggregate, of the conventional concrete, for recycled coarse aggregates have been studied. The experimental technique used was developed from the proposal by Locati. With regard to the results obtained, firstly, an improvement in the resistance to compression strength of the concrete with a higher degree of substitution has been identified and found the stored energy and the dynamic elastic modulus. Nevertheless, for the case the concrete with 100% recycled aggregate of, the stiffness is reduced and resistance to cyclic are reduced.

PALABRAS CLAVE: Hormigón reciclado, fatiga, RCD.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón reciclado es aquél en el cuál se realiza una sustitución parcial o total de los áridos que conforman su esqueleto pétreo, por otros materiales susceptibles de ser reutilizados.

Se entiende por árido reciclado el árido obtenido mediante el procesamiento de residuos de construcción y demolición (RCD). En función de la naturaleza de los residuos de origen, los áridos reciclados se pueden clasificar en áridos reciclados procedentes de hormigón, áridos reciclados cerámicos o áridos mixtos, cuando proceden de una mezcla de residuos de distinta naturaleza.

En concreto, en este trabajo, se han estudiado reemplazos del 0% (hormigón patrón), 20%, 50% y 100% del árido grueso natural calizo, de un hormigón convencional, por áridos gruesos reciclados obtenidos, en su mayor parte, por el machaqueo de residuos de hormigón estructural procedentes de derribo [1].

La técnica experimental utilizada se ha desarrollado a partir de la propuesta por Locati [2], en la que se aplican cargas crecientes hasta que los parámetros medidos indiquen que se ha superado el Límite a Fatiga. La metodología recoge la realización de un ensayo, sobre una única probeta, con intervalos de cargas suficientemente pequeños, a fin de desarrollar, en torno al escalón de rotura, una metodología que permita determinar, con mayor rigor, mediante el método Staircase el límite a fatiga correspondiente.

Se han fabricado 56 probetas cilíndricas normalizadas que se dividen en las 4 dosificaciones analizadas. Todas las probetas han sido refrentadas, con mortero de azufre, e instrumentadas, con dos galgas extensométricas a 180º, a fin de llevar a cabo 8 ensayos de compresión simple y 12 ensayos bajo cargas de

compresión cíclicas escalonadas según el método Locati y 32 según el método Staircase.

2. MATERIAL

Cada dosificación se ha estudiado edades superiores a los 365 días, cuando las propiedades mecánicas supuestamente han dejado de evolucionar.

2.1. Materiales de amasado

El primer paso fue la caracterización granulométrica de cada uno de los áridos, todos ellos, salvo el RCD, procedentes del machaqueo de roca caliza. El RCD utilizado procede de la trituración de residuos clasificados de demolición de hormigones estructurales que fueron procesados con trituradoras y eliminadas la mayor parte de impurezas [Figura 1].

La granulometría del RCD (entre 2 y 20 mm) es la adecuada para realizar la sustitución de una parte de gravilla (entre 2 y 16 mm) y otra de grava (entre 8 y 20 mm).

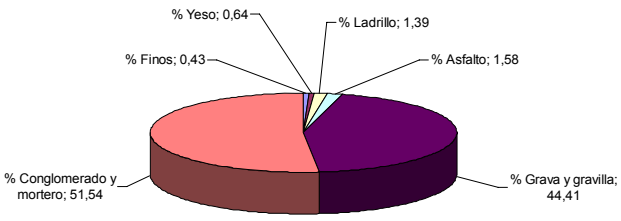


Figura 1. Componentes y proporciones encontradas en los RCDs utilizados en la fabricación del hormigón.

Paralelamente, se midieron las densidades, coeficientes de absorción y porosidades de los áridos reciclados para compararlas con las que presentan los áridos gruesos naturales que van a sustituir en el hormigón reciclado.

Como puede comprobarse en la Tabla 1, la porosidad del árido reciclado es muy superior a la de los áridos naturales, y este hecho tendrá una importancia crucial en las propiedades finales de la pasta de cemento hidratada [3].

Tabla 1. Propiedades físicas del RCD frente a la grava y la gravilla naturales.

Propiedad	RCD	Grava	Gravilla
Densidad [kg/m^3]:	2242	2716	2693
Coef. Absorción [% Peso]:	5.1	1.5	1.5
Porosidad [% Vol.]:	11.1	3.6	3.6

2.2. Dosificaciones

Las diferentes dosificaciones de los hormigones reciclados, con el objetivo de poder comparar los resultados de las prestaciones mecánicas con el hormigón de referencia, se definieron partiendo de una sustitución de grava y gravilla en unas proporciones que mantuvieran la granulometría del conjunto invariante y sustituyeran la misma cantidad en volumen de árido natural por reciclado [Tabla 2].

Tabla 2. Dosificación por m³ para los distintos grados de sustitución de RCD del hormigón H25.

Sustitución:	0%	20%	50%	100%
Cemento [kg]:	275	275	275	275
Agua [kg]:	179	179	179	179
Arena [kg]:	843	878	849	868
Grava [kg]:	752	565	350	0
Gravilla [kg]:	226	170	105	0
RCD [kg]:	0	184	455	830

2.3. Probetas de ensayo

Como ya se ha indicado, se han fabricado 56 probetas de hormigón cilíndricas normalizadas, de 15 cm de diámetro por 30 cm de altura, repartidas en 4 dosificaciones con distintos grados de sustitución de árido grueso por árido reciclado. Sus propiedades físicas se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Propiedades físicas del hormigón reciclado según el grado de sustitución.

Sustitución:	0%	20%	50%	100%
Densidad [kg/m^3]:	2.292	2.254	2.233	2.194
Coef. Abs. [% Peso]:	4.842	5.555	5.612	5.683
Porosidad [% Vol.]:	11.662	13.256	13.278	13.221

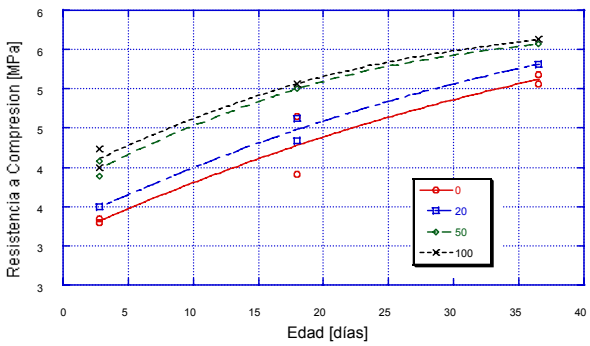


Figura 2. Evolución de la resistencia a compresión de los distintos hormigones objeto de estudio.

Como se observa en la Figura 2, la resistencia a compresión [4], [5], [6] del hormigón reciclado obtenido es claramente superior a la resistencia del

hormigón de referencia, aumentando proporcionalmente a la cantidad de árido sustituido debido, principalmente, a que la relación agua/cemento efectiva de la matriz cementicia se ve reducida, también proporcionalmente, a causa de la mayor porosidad y absorción que posee el RCD [4]. Sin embargo, como se verá, la resistencia a fatiga de los mismos se ve disminuida con la aplicación de cargas cíclicas en intervalos por debajo de la resistencia a compresión.

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

La técnica experimental de caracterización empleada para determinar el límite a fatiga de las probetas fue por un lado, el método Locati, que establece una propuesta de ensayo sobre probeta única y el Staircase, que requiere la utilización de varios ensayos para determinar la resistencia a fatiga de un componente estructural, y por otro lado la técnica Staircase que proporciona un valor más preciso del límite a fatiga [5].

3.1. Montaje experimental

Se utilizó, en la ejecución de los ensayos, una prensa servohidráulica universal de ± 1000 kN de carga máxima. Las probetas fueron dispuestas sobre un utillaje de acero a fin de garantizar la correcta posición de las mismas bajo el actuador. La cara refrentada se situó en la parte inferior y sobre la cara opuesta se dispuso un disco, también de acero, al cual se conectaba una rótula a fin de garantizar la correcta distribución de las cargas en el seno del material. Finalmente, la rótula se vinculaba directamente con el actuador de la máquina.

3.2. Método Locati

Este método requiere la aplicación de trenes de ondas de carga, de compresión en este caso, de amplitud ($\Delta\sigma$) constante durante un número determinado de ciclos, transcurridos los cuales se incrementa $\Delta\sigma$ en una cantidad preestablecida conservando el resto de parámetros [2]. Este suceso se repite hasta que se produzca la rotura o deterioro excesivo del hormigón.

Ésta metodología permite aproximar el intervalo de cargas donde se sitúa el límite de fatiga del hormigón estudiado, utilizando una única probeta. Para ello, se fija el valor de la carga σ_0 correspondiente al límite inferior y se varía, escalonadamente, σ_j ($j = 1, 2, 3\ldots$), el límite superior del intervalo de carga. En cada escalón de carga, se aplica un número estipulado de ciclos de fatiga, $1\cdot10^5$ ciclos en este caso [Tabla 4].

En general, los límites de carga estarán referidos a la resistencia a rotura del material, previamente medida.

Tabla 4. Programa de escalones Locati.

Escalón [j]	Carga mínima [kN]	Carga máxima [kN]	Nivel medio [kN]	Amplitud $\Delta\sigma_j$ [kN]
1	-50	-250	-150	200
2	-50	-300	-175	250
3	-50	-350	-200	300
4	-50	-400	-225	350
5	-50	-450	-250	400
6	-50	-500	-275	450
7	-50	-550	-300	500
8	-50	-600	-325	550
9	-50	-650	-350	600
10	-50	-700	-375	650

De este modo, el método permite de forma rápida, y sin un coste elevado de material, alcanzar el objetivo propuesto, dado que, con una sola probeta se puede tener una buena aproximación al límite a fatiga del material. Sin embargo, no proporciona un valor preciso de dicho límite y, por ello, el procedimiento debe validarse con otras metodologías que consiguen afinar más en la obtención de la carga límite a fatiga.

3.3. Método Staircase

El ensayo consiste en realizar una fatiga monótona con los parámetros del escalón de rotura $\Delta\sigma_j$, aplicando el número de ciclos acordado N, como representativo de la "vida infinita" del hormigón [7], $N = 2\cdot10^6$ ciclos en este caso. A continuación, se repetirá el ensayo sobre otra probeta con otro nivel tensional. El segundo intervalo de ensayo estará determinado por el resultado del primero. Si la primera probeta supera los N ciclos sin romper, se pasará a un intervalo superior $\Delta\sigma_{i+1}$ con un aumento δ del valor superior de carga, σ_{i+1}, manteniendo invariable la carga inferior σ_0.

A continuación, para determinar el límite a fatiga, se realizan los siguientes cálculos.

SMF — Se define como el suceso menos frecuente, es decir, SMF es VÁLIDO si entre todos los ensayos ha habido mayor número de ellos que han superado el número de ciclos establecido y toma el valor de NO VÁLIDO si ha habido mayor número de ensayos que no han superado los ciclos como consecuencia de la rotura de la probeta.

$\Delta\sigma_0$ — Se asigna el valor de *i=0* al menor valor de $\Delta\sigma_i$ en el que aparece el suceso menos frecuente, SMF.

Para cada nivel o escalón *i* estudiado:

i — Es el número de nivel desde $\Delta\sigma_0$

n_i Es el número de SMF del nivel *i*-ésimo

$$A = \sum i \cdot n_i$$

$$N = \sum n_i$$

$$B = \sum i^2 \cdot n_i$$

El límite a fatiga se obtiene a partir de la expresión:

$$\Delta\sigma_{LF} = \Delta\sigma_0 + \delta\left(\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2}\right) \quad (1)$$

Se tomará "+" si SMF es VÁLIDO y "-" si SMF es NO VÁLIDO.

La desviación típica se expresa por:

$$S = 1{,}62 \cdot \delta\left(\frac{B \cdot N - A^2}{N^2} + 0{,}029\right) \quad (2)$$

Finalmente, el límite a fatiga del material se expresa como:

$$\boxed{\Delta\sigma_{LF} \pm S\,[\text{MPa}]} \quad (3)$$

La formula es válida solo si se verifica que:

$$\frac{B \cdot N - A^2}{N^2} > 0{,}3 \quad (4)$$

4. RESULTADOS

4.1. Límite a fatiga según el método Locati

En la Figura 3 se muestra la deformación máxima, expresada en microdeformaciones, de todos los escalones, antes del colapso, de los ensayos realizados sobre las probetas de hormigón reciclado y de referencia.

Se puede observar, en primer lugar, cómo la deformación máxima aumenta progresivamente dentro de cada uno de los escalones, siendo ésta cada vez más pronunciada a medida que aumenta el escalón o nivel de carga. En particular, se debe prestar atención al último de los escalones ya que en todos los demás el máximo de deformación, a lo largo de los ciclos, forma una curva, más o menos lineal y poco pronunciada que, como los anteriores escalones, acaba estabilizando.

En cuanto a las conclusiones que pueden ser extraídas de la deformación máxima del último de los escalones, en primer lugar, nótese que la pendiente aumenta considerablemente respecto del anterior escalón y, en segundo lugar, el número de ciclos que es capaz de resistir el hormigón en estas condiciones es inversamente proporcional a la pendiente de la deformación máxima en ese mismo escalón.

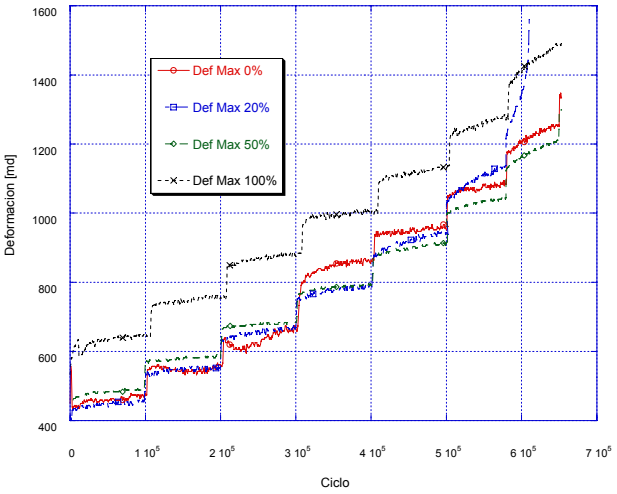


Figura 3. Deformación máxima de los hormigones de referencia y reciclados ensayados según la propuesta de Locati.

Asimismo, no se detecta diferencia en el comportamiento de los hormigones de referencia y 20 % de sustitución hasta el nivel de colapso, momento en el cual la pendiente de la deformación máxima se hace insostenible para el hormigón con áridos reciclados en comparación con el hormigón de referencia.

El hormigón con sustitución total de árido grueso reciclado (100%) presenta una deformación notablemente superior, proporcional al grado de sustitución, al resto de los hormigones analizados, debido a la mayor deformabilidad que, a su vez, poseen los áridos reciclados frente a los áridos naturales y a la presencia de un número mayor de macroporos.

Por otro lado, véase cómo en el caso de la evolución frente al número de ciclos de la deformación máxima en el último escalón forma una cuasi-recta hasta el momento de la rotura.

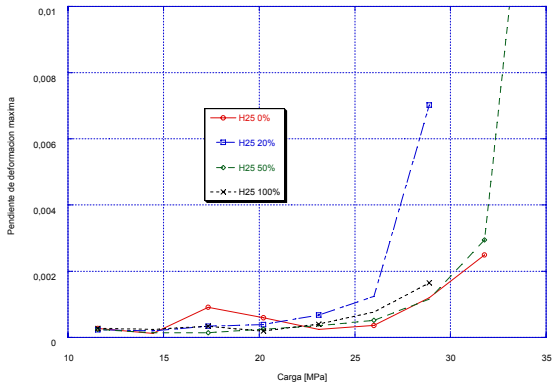


Figura 4. Evolución de la pendiente de deformación máxima de cada uno de los escalones respecto del nivel de carga aplicada.

Se ha realizado un ajuste lineal de la deformación máxima frente al número de ciclos en cada uno de los

escalones, en todos los casos con una correlación (R) de ajuste mayor de 0.98 para el último escalón, a fin de obtener el valor de la pendiente en cada uno de los niveles, representada frente a la carga aplicada en ese intervalo, y mostrada en la Figura 4. Las curvas obtenidas permiten identificar el momento de colapso del hormigón, pudiéndose identificar así el Límite a Fatiga mediante un simple ensayo Locati.

Como se ha comentado, la deformación sufrida por los hormigones con alto grado de sustitución, para el mismo intervalo de cargas, es notablemente superior. De ello se deduce que, a pesar de que el hormigón con alto grado de sustitución presentaba una mejor resistencia a la compresión simple, en el caso de la fatiga no sucede lo mismo. Este efecto detectado tiene un origen que debe buscarse en la estructura interna del material y por ello se ha procedido, también, a la caracterización microestructural de las muestras ensayadas a fatiga, utilizando un microscopio electrónico de barrido.

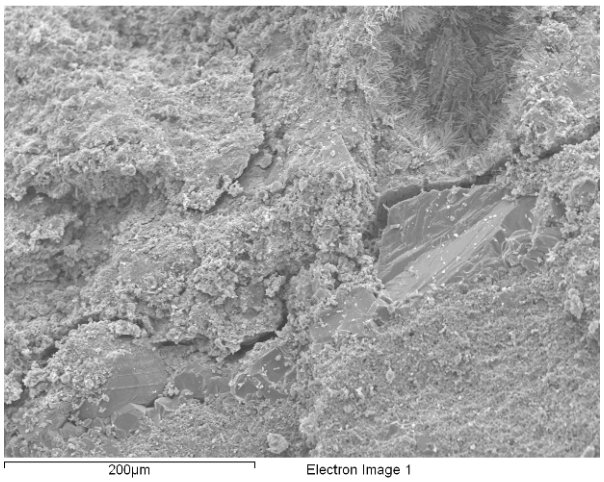


Figura 5. Micrografía del hormigón de referencia, 0% de sustitución en el que puede observarse la propagación de una fisura a través de la interfase pasta de cemento-árido.

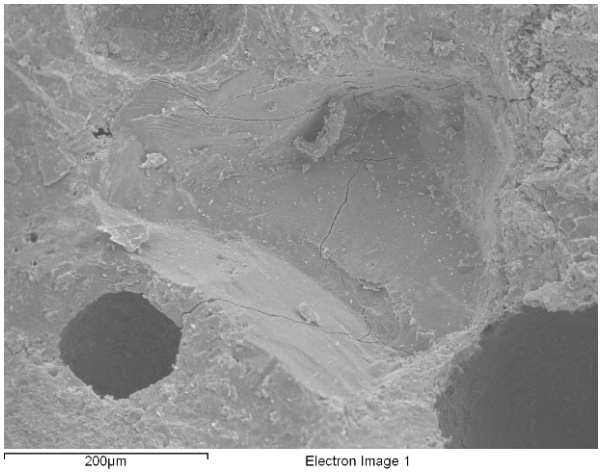


Figura 6. Micrografía del hormigón completamente reciclado, 100% de sustitución, donde se observa la propagación de una microfisura a partir de un poro de aire ocluido.

En cuanto a la microestructura [Figuras 5 y 6], en hormigones con alto grado de sustitución la pasta de cemento se muestra más compacta, aunque se observa una macroporosidad, también, mayor que en los hormigones con baja proporción de árido reciclado. Esta diferencia en la estructura podría ser el origen de la propagación de las fisuras.

Se debe tener en cuenta que el agregado reciclado, menos denso y más deformable, introduce en la estructura del hormigón reciclado una serie de patologías en forma de microfisuras, sufridas en la demolición de las estructuras o durante la trituración de los RCD para producir el árido reciclado proveniente de hormigón, que no tienen un efecto detectable en los ensayos de resistencia a compresión simple y sí son determinantes en cuanto a los ensayos de cargas cíclicas o fatiga, ya que suponen, tales patologías, el origen de las fisuras que ocasionan el colapso del material.

4.2. Límite a fatiga según el método Staircase

A fin de encontrar una relación entre la pendiente del ajuste lineal de la deformación máxima frente al número de ciclos obtenido por el método Locati, y el Límite a Fatiga del material, se han llevado a cabo ensayos del tipo Staircase, ya que éste proporciona un valor más exacto que el primero, sobre 6 probetas de hormigón reciclado 100%.

En la Tabla 5 se muestran los resultados obtenidos para las 6 probetas seleccionadas. En la siguiente tabla "X" hace referencia a rotura de la probeta antes de los $2 \cdot 10^6$ ciclos y "O" la no rotura.

Tabla 5. Resultados de la batería de ensayos Staircase.

Escalón $\Delta\sigma_j$		**Probeta**					
j	**[MPa]**	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
1	28.2						X
2	25.4	X				0	
3	22.6		X		0		
4	19.8			0			

Tabla 6. Cálculo de parámetros para la determinación del Límite a Fatiga.

i	**n_i**	**$i \cdot n_i$**	**$i^2 \cdot ni$**
2	1	2	4
1	1	1	1
0	1	0	0
	N=3	A=3	B=5

En este caso especial, puesto que el número de ensayos es un número par, se puede calcular estadísticamente el Límite a Fatiga para dos suposiciones:

1er SUPUESTO, SMF: X

El límite a fatiga resulta:

$$\Delta\sigma_{LF} = 22,6 + 2,83\left(\frac{3}{3} - \frac{1}{2}\right) = 24,015 \text{MPa} \quad (5)$$

La desviación típica:

$$S = 1,62 \cdot 2,83\left(\frac{5 \cdot 3 - 3^2}{3^2} + 0,029\right) = 3,18 \text{MPa} \quad (6)$$

Finalmente, el Límite a Fatiga del material, para el supuesto 1, se expresa como:

$$\Delta\sigma_{LF} = 24,015 \pm 3,18 \text{ MPa} \quad (7)$$

2º SUPUESTO, SMF: O:

El límite a fatiga:

$$\Delta\sigma_{LF} = 19,8 \mid 2,83\left(\frac{3}{3} \mid \frac{1}{2}\right) = 24,04 \text{MPa} \quad (8)$$

Y la desviación típica:

$$S = 1,62 \cdot 2,83\left(\frac{5 \cdot 3 - 3^2}{3^2} + 0,029\right) = 3,18 \text{ MPa} \quad (9)$$

Finalmente, el límite a fatiga del material, para el segundo supuesto, se expresa como:

$$\Delta\sigma_{LF} = 24,04 \pm 3,18 \text{ MPa} \quad (10)$$

5. CONCLUSIONES

En los ensayos de fatiga Locati, se detecta un aumento de la deformación máxima en cada uno de los niveles, aumentando la pendiente de la recta de cada uno de los escalones hasta el momento del colapso.

Además, se puede relacionar la pendiente de la deformación máxima con el número de ciclos para los cuales el hormigón es competente.

El hormigón reciclado presenta mejores prestaciones mecánicas frente a los ensayos de compresión simple, debido a las mejores características de la pasta de cemento. Sin embargo, esta particularidad no se ve reflejada en los ensayos mecánicos de fatiga a compresión debido a la naturaleza de los áridos reciclados y al tamaño de los poros de la pasta de cemento nueva.

Asimismo la deformación máxima sufrida por los hormigones reciclados es mayor que la de los hormigones de referencia.

El valor obtenido del Límite a Fatiga por el método Staircase puede identificarse en las curvas de pendiente de la deformación máxima frente a carga obtenidas mediante el método Locati, validando de esta forma esta metodología

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al Ministerio de Medio Ambiente la financiación, así como la coordinación por parte del CEDEX, del proyecto RECNHOR (Expediente 111/2006/2-3.2).

REFERENCIAS

[1] COMISIÓN 2 DEL GRUPO DE TRABAJO 2/5 "HORMIGÓN RECICLADO" (sept. 2006). Utilización de árido reciclado para la fabricación de hormigón estructural. Monografías M-11, ACHE.

[2] Locati, L. Programed Fatigue test, Variable Amplitude Roat. Metalurgia Italiana, Vol 44, nº 4, pp. 135-144. 1952

[3] Rakesh Kumar, B. Bhattacharjee, "Porosity, pore size distribution and in situ strength of concrete", Cement and Concrete Research 33 (2003) 155-164.

[4] Thomas, C., Setién, J., Polanco, J.A., "Comparación de las prestaciones mecánicas entre hormigones reciclados con residuos de construcción y demolición (RCDs) y hormigones convencionales" Materiales Compuestos 07 AEMAC, (2007) 221-228.

[5] UNE-EN 1936:1999. Cálculo de las densidades y porosidades para hormigones endurecidos.

[6] UNE-EN 12390-3:2003. Resistencia a compresión de probetas cilíndricas de hormigón.

[7] prEN 14587-1. Railway applicatios – Track – Flash butt welding of rails – Part 1: New 220 and 260 Grade Rails in afixed plant. 2002

LÍMITE DE FATIGA EN ENTALLAS DE GEOMETRÍA ARBITRARIA BAJO CARGA EN MODO I

V. Chaves, A. Navarro

Dpto. Ing. Mecánica y de los Materiales. Escuela Superior de Ingenieros. Universidad de Sevilla.
Avda. Camino de los Descubrimientos, s/n. 41092. Sevilla.
E-mails: chavesrv@us.es, navarro@us.es

RESUMEN.

En este trabajo se muestra la aplicación de técnicas de Mecánica de Fractura Microestructural y métodos numéricos de formulación e integración de ecuaciones integrales para estudiar el límite de fatiga de componentes con entallas de forma arbitraria sometidos a carga en modo I. En particular, se presenta la aplicación al caso de entallas de forma semicircular y en V. Se han calculado los límites de fatiga para diversos materiales, radios de agujero, ángulos de flanco de la V y radio de fondo de la entalla en V. Los resultados obtenidos muestran un buen acuerdo con datos experimentales. También se muestra la comparación con predicciones efectuadas con otros métodos.

ABSTRACT.

Microestructural fracture mechanics and numerical techniques are applied to study the fatigue limit of components with a notch of arbitrary form subjected to Mode I loading. The application of the techniques described to semicircular and V-notches is presented. The fatigue limit has been predicted for different materials and a wide range of hole radii and V-notch depth, angle and root radius. The predictions are quite close to the experimental results. Discussion and comparison of the results with those calculated with other methods are presented.

PALABRAS CLAVE: Grieta pequeña, Barrera microestructural, Dislocación, Límite de fatiga, Entalla

1 INTRODUCCIÓN

En los últimos veinte años se han desarrollado teorías de crecimiento de grieta pequeña que tratan de extender la Mecánica de Fractura al estudio de grietas del tamaño de la microestructura [1]. Estas teorías consideran el material como heterogéneo y estudian la interacción entre la grieta y las barreras microestructurales, como los bordes de grano, que restringen el deslizamiento plástico a través del sólido. La teoría desarrollada por Navarro y de los Rios [2], basada en un sucesivo bloqueo de dislocaciones en los bordes de grano, ha sido capaz de explicar razonablemente el perfil de crecimiento de las grietas pequeñas, con velocidades muy altas y oscilantes y su progresiva convergencia al régimen de grieta larga. Esta teoría se ha aplicado también al cálculo del límite de fatiga en componentes entallados, considerando tanto la influencia de la microestructura como el gradiente de tensiones asociado a la entalla. En [3] se estudió la solución analítica para entallas elípticas en Modo III y su extrapolación al modo I. Más recientemente en [4] se mostró la solución numérica para entallas circulares sometidas a Modo I. El objetivo del presente trabajo es la extensión de este método a entallas de geometría arbitraria.

2 MODELO MICROESTRUCTURAL PARA ENTALLAS

El modelo de Navarro y de los Rios se basa en el trabajo clásico de Bilby, Cottrell y Swinden [5], que representa la grieta y su zona plástica asociada mediante distribuciones continuas de dislocaciones. Se reduce la grieta y su zona plástica a una línea, lo que se considera apropiado para grietas pequeñas atravesando los primeros granos y si se tiene en cuenta que en esta etapa transcurre la mayor parte de la vida a fatiga del componente. El modelo considera que la grieta se desarrolla dentro de un grano y avanza hasta llegar a la primera microbarrera (e.g. el borde de grano) donde se frena hasta que la tensión local en la barrera alcanza un valor suficiente para activar el deslizamiento plástico en el siguiente grano. El proceso se va repitiendo en los sucesivos granos y barreras. La Figura 1 muestra la base del modelo: una grieta con su zona plástica delante y la barrera modeladas con dislocaciones de borde, en un sólido policristalino sometido a una tensión externa, en este caso τ. Las tensiones $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ representan la resistencia al movimiento de dislocaciones en la grieta, zona plástica y barrera respectivamente. La ecuación de equilibrio de dislocaciones es una ecuación integral del tipo Cauchy. Su expresión general es:

$$\frac{1}{\pi}\int_{-1}^{1}\frac{f(\zeta)\,d\zeta}{x-\zeta} + \frac{(\tau-\sigma_f)}{\pi\,A} = 0 \qquad (1)$$

En el caso de que exista una entalla, la existencia del gradiente de tensiones modifica la capacidad de la grieta para ir superando los sucesivos bordes de grano. La grieta puede superar los primeros bordes pero no ser capaz de hacerlo en los siguientes, convirtiéndose en una grieta no-propagante. Este problema analizado con la técnica

de dislocaciones da lugar a una ecuación integral del siguiente tipo:

$$-\frac{[\sigma_y(x)-\sigma_f(x)]}{\pi\, A} = \frac{1}{\pi}\int_{-1}^{1} f(\zeta)K(x,\zeta)d\zeta =$$

$$= \frac{1}{\pi}\int_{-1}^{1} f(\zeta)\left[\frac{1}{x-\zeta}+K'(x,\zeta)\right]d\zeta \qquad (2)$$

$K(x,\zeta) = 1/(x-\zeta)+K'(x,\zeta)$ es el denominado núcleo de la ecuación y su expresión es función de la geometría de la entalla.

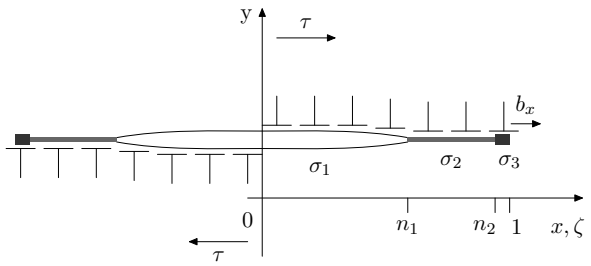


Figura 1. Grieta, zona plástica y barrera modelada con dislocaciones

3 Generalización para una geometría de entalla arbitraria

El uso de la técnica anteriormente explicada para cualquier geometría de entalla (por ejemplo entallas en V o semicirculares) requiere el conocimiento del núcleo específico para esa geometría, el cual se puede obtener resolviendo un problema de elasticidad clásica. En la referencia [6] se proporciona un listado de núcleos conocidos en la literatura, no incluyendo ni la entalla en V ni la semicircular. Para estos casos en los que no se tiene el núcleo se puede utilizar la técnica de modelar la propia entalla con dislocaciones, desarrollada por Hills et al. [6] para obtener Factores de Intensidad de Tensiones. La distribución de dislocaciones requerida en el contorno de la entalla, la grieta y la barrera vendrá dada por el cumplimiento de las condiciones de contorno en la entalla ($\sigma_{rr} = \sigma_{r\theta} = 0$) y el equilibrio de dislocaciones en la grieta y la barrera. Con esta técnica, sea cual sea la entalla, el núcleo empleado es el de una dislocación en presencia de un plano semi-infinito, que está resuelto en la literatura [6].

La Figura 2 muestra la aplicación de esta variante a una entalla en V sometida a tensión normal σ. La entalla se define por su profundidad α, su ángulo respecto a la horizontal ψ y su radio ρ. La mitad de la longitud del contorno de la entalla S mide:

$$S = \alpha\left[\frac{1}{\cos\psi}+\frac{\rho}{\alpha}\left(\tan\psi+\frac{\pi}{2}-\psi-\frac{1}{\cos\psi}\right)\right] \qquad (3)$$

Este problema necesita el uso de dislocaciones con vectores de Burgers b_y en la grieta y la barrera (asociados a desplazamientos verticales en la dirección y, Modo I) y b_x, b_y en el contorno de la entalla, dado que en la entalla habrá desplazamientos verticales y horizontales. De modo que se tiene cuatro distribuciones de dislocaciones. Debido a la simetría del problema, la entalla tiene una distribución de dislocaciones antisimétrica en b_x respecto al eje x y simétrica en b_y también respecto al eje x.

Las tensiones debido a la carga externa son las correspondientes a una geometría de plano semi-infinito y como si no existiera la entalla ni la grieta. En la grieta y la barrera (se usa subíndice 1 para la grieta y 3 para la entalla) son $\sigma_y(\hat{x}_1) = \sigma_y(\hat{x}_3) = \sigma$ y en el contorno de la entalla $\sigma_{rr}(\theta) = \sigma\sin^2(\theta)/2$, $\sigma_{r\theta}(\theta) = \sigma\sin(\theta)\cos(\theta)$, siendo θ una variable angular que se mueve a lo largo del contorno de la entalla.

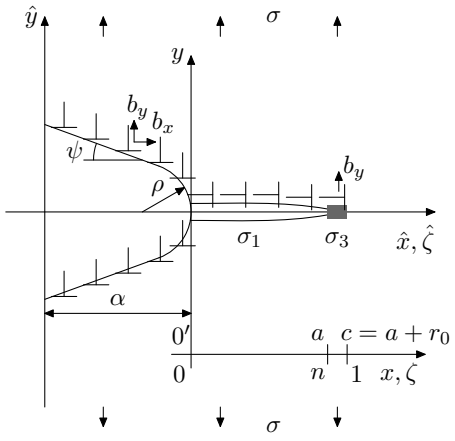


Figura 2. Entalla en V modelada con dislocaciones

Las tensiones en un punto (x_K, y_K) producidas por una dislocación genérica ubicada en $(\zeta_K, 0)$ respecto al borde del plano semi-infinito y con vectores de Burgers (b_x, b_y) pueden ser tomada de la literatura [6]. De estas tensiones, para la grieta y la barrera sólo se necesitan las tensiones σ_{yy}, mientras que para la entalla se necesitan las tensiones normales y tangenciales al contorno de la entalla, fácilmente deducibles mediante una transformación de Mohr. Las ecuaciones integrales de este problema y su transformación en ecuaciones lineales se muestra en el Apéndice.

4 Resultados

Se han comparado las predicciones del modelo expuesto con resultados experimentales de Frost [7], Susmel et al. [8] y Tanaka [1] y también con predicciones obtenidas con los métodos de Peterson [9] y Taylor [10]. Peterson consideró que la resistencia a fatiga dependía de la tensión medida a una cierta profundidad de la superficie y proporcionó una fórmula para calcular el factor de fatiga en entalla K_f:

$$K_f = 1 + \frac{K_t - 1}{1 + \mathrm{a}/R} \qquad (4)$$

siendo "a" una constante del material, con dimensión de longitud, que depende principalmente de la profundidad a la que se mide la tensión [9]. Su valor fue ajustado con valores experimentales de coeficientes de sensibilidad a la

entalla. En los handbooks de fatiga de SAE [11] y ASM [12] se encuentra la siguiente expresión de "a":

$$\mathrm{a} = 0{,}0254 \left(\frac{2069}{\sigma_{UTS}} \right)^{1{,}8} \tag{5}$$

estando "a" en *mm* y σ_{UTS}, la tensión de rotura del material, en *MPa*.

El "Point Method" introducido por Taylor [10] se basa en la misma idea de Peterson. Se considera que hay rotura si la tensión a una profundidad de $L/2$ es igual al límite de fatiga. La aplicación de esta idea a una grieta en vez de a una entalla permitió a Taylor derivar una expresión simple para la distancia crítica de un material L en función de parámetros de la Mecánica de Fractura Elástico Lineal. Esta expresión de L, que coincide con la distancia de El Haddad a_0 (ver más abajo), es la siguiente:

$$L = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{th}}{\sigma_{FL}} \right)^2 \tag{6}$$

Cuadro 1. Propiedades del material (R=-1). Ensayos de Frost.

Material	σ_{UTS} (MPa)	σ_{ys} (MPa)	K_{th} (MPa$\sqrt{m}$)	σ_{FL} (MPa)
Steel (0.22 % C)	434	295	6.5	202

Las probetas que usó Frost en sus ensayos eran planas de $63{,}5$ *mm* de espesor y con una doble entalla en V, de $5{,}08$ *mm* de profundidad y diversos radios. El ángulo de la entalla era 55º grados. El material era un acero con bajo contenido en carbono cuyas propiedades se muestran en la Tabla 1. Según estos valores, las longitudes características del modelo de Peterson y Taylor son respectivamente $\mathrm{a} = 0{,}42$ *mm* y $L = 0{,}33$ *mm*. Para aplicar el modelo microestructural se necesita además el tamaño de grano medio y el diagrama de Kitagawa-Takahashi. Del tamaño de grano se ha hecho una estimación dado que Frost no lo proporciona en sus artículos, usando la expresión microestructural del diagrama de Kitagawa-Takahashi (ver [13]):

$$D = \frac{2}{\pi} \left(\frac{K_{th}}{\sigma_{FL}} \right)^2 \left(\frac{m_1^*}{m_\infty^*} \right)^2 \tag{7}$$

Con un valor de $\frac{m_1^*}{m_\infty^*} = \frac{1}{3{,}1}$, apropiado para un material policristalino con una grieta larga, se obtiene un tamaño de grano de $D = 0{,}068$ *mm*. Frost sí incluye en su trabajo valores experimentales para construir el diagrama de Kitagawa-Takahashi e incluso aporta una ecuación que interpola estos resultados. La ecuación es:

$$\sigma^3 \cdot l = 140 \tag{8}$$

con σ en ton/in^2 y l, que es la longitud de grieta, en *mm*. Todos los valores de σ_{Li} usados en el modelo han sido tomados de esta ecuación excepto el σ_{L1}, que se ha igualado al límite de fatiga de la probeta plana. El motivo es ser consistentes con la teoría utilizada, en la que el límite de fatiga de una probeta plana se define como la tensión necesaria a aplicar para que la grieta supere el primer grano.

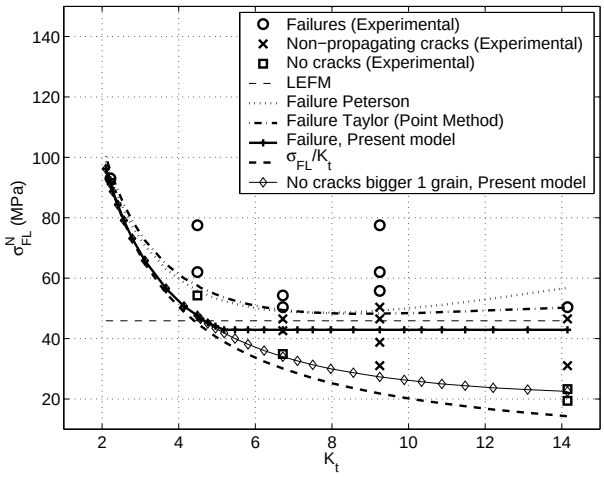


Figura 3. Resultados de Frost para entallas en V. Predicciones con varios modelos

Respecto a los parámetros usados en el modelo, se ha tomado $N = 500$ para modelar la media entalla (es simétrica) y $N = 300$ para la grieta y la barrera, que son más pequeñas y necesitan menos puntos para ser correctamente definidas. Para el tamaño de barrera se ha tomado $r_0 = D/30$. Los resultados experimentales de Frost y las predicciones se muestran en la Figura 3, donde el límite de fatiga de la probeta entallada σ_{FL}^N se representa frente a K_t. Todas las tensiones nominales están definidas respecto al área neta, tal y como lo hizo Frost en su trabajo. Los valores de K_t se han calculado con modelos de elementos finitos elástico-lineales. Además se han añadido la recta de la LEFM ($\sigma = K_{th}/1{,}12\sqrt{\pi\alpha} = 45{,}9$ *MPa*) y la curva de iniciación de grieta ($\sigma = \sigma_{FL}/K_t$).

Cuadro 2. Propiedades del material (R=0.1). Ensayos de Susmel et al.

Material	σ_{UTS} (MPa)	σ_{ys} (MPa)	ΔK_{th} (MPa$\sqrt{m}$)	$\Delta\sigma_{FL}$ (MPa)
Steel C10	412	263	5.6	360

Susmel et al. para sus ensayos utilizaron probetas planas de 23 *mm* de ancho con doble entalla en U de 5 *mm* de profundidad y diferentes radios. El material era un acero comercial llamado C10, cuyas propiedades se muestran en la Tabla 2, y expresadas en rango como hizo el autor. Las longitudes características de Peterson y Taylor resultan ser en este caso $\mathrm{a} = 0{,}46$ *mm* y $L = 0{,}08$ *mm* respectivamente. El tamaño de grano medio, dado por el autor, es $D = 0{,}018$ *mm*. El diagrama de Kitagawa-Takahashi no fue calculado en los ensayos de modo que ha sido estimado. Se ha empleado la ecuación propuesta por El Had-

dad et al. [14]:

$$\Delta\sigma = \frac{\Delta K_{th}}{\sqrt{\pi(a+a_0)}} \tag{9}$$

con $a_0 = [\Delta K_{th\infty}/\Delta\sigma_{FL}]^2/\pi$. A partir de esta ecuación se deducen los valores de $\Delta\sigma_{Li}$, excepto el $\Delta\sigma_{L1}$ que se toma igual al límite de fatiga, como se hizo anteriormente. Estos valores son:

$$\Delta\sigma_{Li} = \Delta\sigma_{FL}\sqrt{\frac{a_0}{\frac{iD}{2}+a_0}} \tag{10}$$

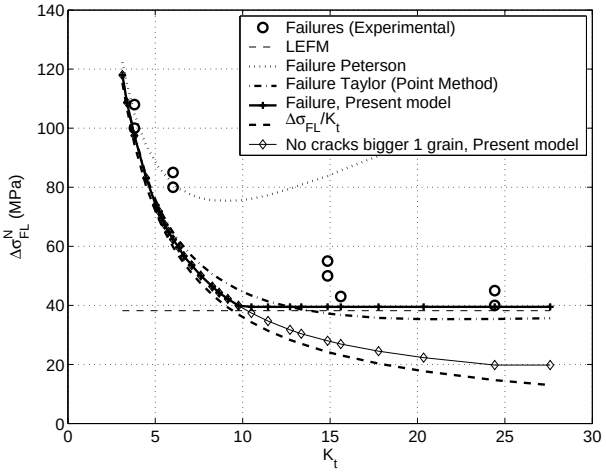


Figura 4. Resultados de Susmel para entallas en U. Predicciones con varios modelos

En la Figura 4 se muestran los resultados experimentales y las predicciones. Los límites de fatiga $\Delta\sigma_{FL}^N$ y los factores de concentración de tensiones K_t están referidos al área completa. El autor proporciona el factor de forma de LEFM $= 1{,}17$, resultando $\Delta\sigma = \Delta K_{th}/1{,}17\sqrt{\pi\alpha} = 38{,}2$ *MPa*.

Cuadro 3. Propiedades del material (R=-1). Ensayos de Tanaka et al.

Material	σ_{UTS} (MPa)	σ_{ys} (MPa)	K_{th} (MPa$\sqrt{m}$)	σ_{FL} (MPa)
Steel SM41B	423	194	6.18	163

El tercer grupo de resultados experimentales corresponden al trabajo de Tanaka. El material era el acero estructural (SM41B) con propiedades mostradas en la Tabla 3. La longitud de Peterson es a $= 0{,}44$ *mm* y la del Point Method es $L = 0{,}46$ *mm*. Para estimar el diagrama de Kitagawa-Takahashi se ha vuelto a usar la ecuación propuesta por El Haddad et al. (9). La probeta es plana de 45 *mm* de ancho y con una entalla elíptica en el centro. Esta entalla tiene un semieje de longitud 3 *mm* ($\alpha = 3$ *mm*) y diversos radios, no superando éstos el valor de 3 *mm*. En el modelo la geometría elíptica se ha aproximado con una entalla en U de la misma profundidad y el mismo radio de entalla. Como el modelo trabajo con entallas en un plano semi-infinito y los resultados experimentales son para entallas internas, es necesario corregir los resultados del modelo multiplicando por un factor de $1{,}12$ que corrige esta diferencia geométrica.

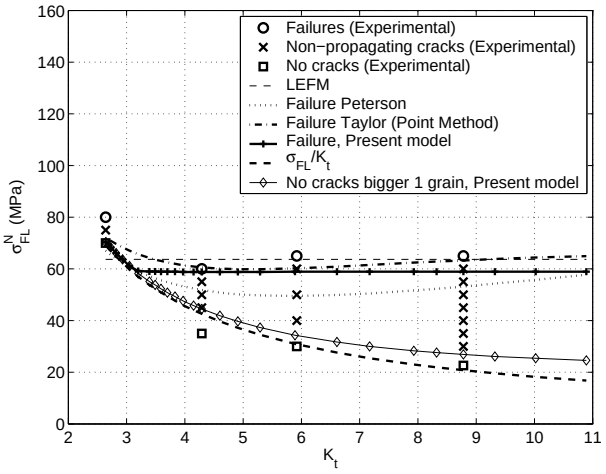


Figura 5. Resultados de Tanaka para entallas elípticas. Predicciones con varios modelos

La Figura 5 muestra los resultados experimentales y las predicciones. Los valores de σ_{FL}^N y K_t están referidos a la sección neta, como muestra Tanaka en su trabajo. En este caso, al ser una entalla interna, la línea de LEFM toma un valor de $\sigma = K_{th}/\sqrt{\pi\alpha} = 63{,}6$ *MPa*, mientras que la curva teórica de iniciación de grieta sería $\sigma = 1{,}12\sigma_{FL}/K_t$, en concordancia con la definición dada por Miller [15].

5 Discusión

El modelo presentado proporciona una curva de rotura que va de forma continua de la zona de bajos K_t hasta la zona de la Mecánica de la Fractura (altos K_t), incluyendo una transición suave. Para entallas agudas tiende a una recta horizontal, al igual que la Mecánica de la Fractura, aunque en estos ejemplos la recta se encuentra un poco por debajo. El modelo de Peterson da unas predicciones aceptables para bajos K_t pero no predice correctamente la zona de K_t altos. Este resultado es lógico porque Peterson desarrolló su regla para aplicarla a entallas que no eran muy agudas. El Point Method de Taylor da unas predicciones bastante buenas y en cierto modo muy similares a las del modelo presentado. Se puede observar que el Point Method no da exactamente una recta para altos K_t, sino que es un poco curva. Eso viene motivado del hecho de obtener la predicción con la tensión en un solo punto.

Además el modelo proporciona una curva de grietas menores que un grano, lo que en la práctica se puede considerar como la curva de grietas no-visibles.

Las dos curvas dadas por el modelo, tanto la de rotura como la de grietas menores que un grano se ajustan bastante bien a los resultados experimentales y también a las curvas teóricas.

6 Conclusiones

El estudio del equilibrio de dislocaciones a lo largo de una grieta proveniente de una entalla requiere la solución fundamental o núcleo de la solución de una dislocación en presencia de la entalla, solución que sólo está disponible para geometrías muy simples. En este trabajo se presenta una técnica que consiste en modelar el borde de la entalla también con dislocaciones, técnica ya usada por Hills et al. para calcular Factores de Intensidad de Tensiones. Además de mantener el equilibrio en la grieta se deben mantener las condiciones de contorno en el borde de la entalla. Para cualquier geometría de entalla el núcleo es siempre el mismo, el de una dislocación en un medio semiinfinito, de modo que se permite la aplicación de la técnica a cualquier geometría de entalla. Como ejemplo en este trabajo se ha aplicado a entallas con geometría de V. En esta línea se considera un trabajo futuro el modelar con esta técnica geometrías finitas.

El modelo ha sido aplicado a un conjunto de materiales, entallas y radios de entallas, proporcionando unas predicciones a fatiga cercanas a las experimentales y a las calculadas teóricamente con otros métodos.

Agradecimientos
A los autores les gustaría agradecer el apoyo financiero recibido del Ministerio de Educación y Ciencia de España mediante el proyecto DPI2005-04077 y a la Junta de Andalucía con los proyectos TEP-1752 y TEP-03045.

REFERENCIAS

[1] Tanaka, K. and Akinawa, Y. Notch-geometry effect on propagation threshold of short fatigue cracks in notched components. Fatigue'87, Third international conference on Fatigue and Fatigue thresholds, 1987;2:739-748.

[2] Navarro A, De los Rios ER. Short and long fatigue crack growth: a unified model. Phil Mag A 1988;57:12-36.

[3] Vallellano C, Navarro A, Domínguez J. Fatigue crack growth threshold conditions at notches. Part I: theory. Fatigue Fract Eng Mater Struct 2000;23:113-21.

[4] Chaves V, Navarro A. Application of a microstructural model for predicting notch fatigue limits under Mode I loading. Int J Fatigue 2008; doi:10.1016/j.ijfatigue.2008.09.009.

[5] Bilby BA, Cottrell AH, Swinden KH. The spread of plastic yield from a notch. Proc R Soc A 1963;272:304-14.

[6] Hills DA, Kelly PA, Dai DN, Korsunsky AM. Solution of cracks problems, the distributed dislocation technique. Kluwer academic publishers; 1996.

[7] Frost NE. A relation between the critical alternating propagation stress and crack length for mild steel. Proc Instn Mech Engrs. 1959;173:811-27.

[8] Susmel L. High-cycle fatigue crack paths in specimens having different stress concentration features. Engineering Failure Analysis. 2007;14:656-672.

[9] Peterson RE. Notch sensitivity. In: Metal fatigue. Edited by G. Sines and J. L. Waisman, McGraw-Hill, New York; 1959.

[10] Taylor D. Geometrical effects in fatigue: a unifying theoretical approach. Int J Fatigue 1999;21:413-20.

[11] SAE Fatigue Design Handbook, AE-22, third edition. Edited by Rice RC, Society of Automotive Engineers. Warrendale, PA 1997:296.

[12] Mitchell MR. Fundamentals of modern fatigue analysis for design. In section 3: Fatigue strength prediction and analysis. ASM Handbook, Volume 19 "Fatigue and Fracture". ASM International. Material Park, OH 1996:242.

[13] Navarro A, Vallellano C, de los Rios ER, Xin XJ. Notch sensitivity and size effects by a short crack propagation model. In: Engineering Against Fatigue, Proc of an International Conference, Sheffield, U K, A A Balkema Publishers, Rotterdam; 1997.

[14] El Haddad MH, Topper TH, Smith KN. Prediction of non propagating cracks. Eng Fract Mech 1979;11:573-84.

[15] Miller KJ. The two thresholds of fatigue behaviour. Fatigue Fract Eng Mater Struct 1993;16:931-939.

[16] Chaves V. PhD thesis: Modelo microestructural para la predicción de fallo por fatiga en entallas. Universidad de Sevilla; 2006.

[17] Erdogan F, Gupta GD, Cook TS. Numerical solution of singular integral equations. In: Methods of analysis and solutions of crack problems. Edited by Sih GC, Noordhoff International Publishing, Leyden; 1973.

Apéndice

Ecuaciones para una entalla en V:

Las ecuaciones integrales que definen el equilibrio de una dislocación genérica ubicada en uno de los tres subintervalos, entalla, grieta y barrera, son las siguientes (para más detalles ver [16]:

$$\frac{-[\sigma_y(\hat{x}_1)-\sigma_1]}{\pi\ A} = \frac{1}{\pi}\left[\int_0^a f_1(\hat{\zeta}_1)K_{cycy}(\hat{x}_1,\hat{\zeta}_1)d\hat{\zeta}_1+\right.$$
$$+\int_a^c f_3(\hat{\zeta}_3)K_{cyby}(\hat{x}_1,\hat{\zeta}_3)d\hat{\zeta}_3+$$
$$\left.+\int_0^S [g_n^x(t)K_{cynx}(\hat{x}_1,t)+g_n^y(t)K_{cyny}(\hat{x}_1,t)]\,dt\right] \quad (11)$$

$$\frac{-1}{\pi\ A}[\sigma_y(\hat{x}_3)-\sigma_3] = \frac{1}{\pi}\left[\int_0^a f_1(\hat{\zeta}_1)K_{bycy}(\hat{x}_3,\hat{\zeta}_1)d\hat{\zeta}_1+\right.$$
$$+\int_a^c f_3(\hat{\zeta}_3)K_{byby}(\hat{x}_3,\hat{\zeta}_3)d\hat{\zeta}_3+$$
$$\left.+\int_0^S [g_n^x(t)K_{bynx}(\hat{x}_3,t)+g_n^y(t)K_{byny}(\hat{x}_3,t)]\,dt\right] \quad (12)$$

$$\frac{-1}{\pi\ A}[\sigma_{rr}(\theta)] = \frac{1}{\pi}\left[\int_0^a f_1(\hat{\zeta}_1)K_{nrcy}(\theta,\hat{\zeta}_1)d\hat{\zeta}_1+\right.$$
$$+\int_a^c f_3(\hat{\zeta}_3)K_{nrby}(\theta,\hat{\zeta}_3)d\hat{\zeta}_3+$$
$$\left.+\int_0^S [g_n^x(t)K_{nrnx}(\theta,t)+g_n^y(t)K_{nrny}(\theta,t)]\,dt\right] \quad (13)$$

$$\frac{-1}{\pi\ A}[\sigma_{r\theta}(\theta)] = \frac{1}{\pi}\left[\int_0^a f_1(\hat{\zeta}_1)K_{n\theta cy}(\theta,\hat{\zeta}_1)d\hat{\zeta}_1+\right.$$
$$+\int_a^c f_3(\hat{\zeta}_3)K_{n\theta by}(\theta,\hat{\zeta}_3)d\hat{\zeta}_3+$$
$$\left.+\int_0^S [g_n^x(t)K_{n\theta nx}(\theta,t)+g_n^y(t)K_{n\theta ny}(\theta,t)]\,dt\right] \quad (14)$$

El método de Erdogan et al. [17] permite, mediante el uso de cuadraturas, la transformación de estas ecuaciones integrales en un conjunto de ecuaciones lineales. Considerando que la tensión de fricción en la grieta σ_1 es cero y añadiendo la condición de unión grieta-barrera se obtiene un sistema lineal de $4N+1$ ecuaciones y $4N+1$ incógnitas, que son $\phi_1(u_{1j}), \phi_3(u_{3j}), \phi_n^x(u_{nj}), \phi_n^y(u_{nj})$ y la tensión σ_3 necesaria para mantener el equilibrio. Las ecuaciones que resultan son:

$$\frac{-[\sigma_y(v_{1k})]}{\pi\ A} = \sum_{j=1}^{N}\left[\frac{2(1+u_{1j})}{2N+1}\frac{c\ n}{2}K_{cycy}(v_{1k},u_{1j})\phi_1^y(u_{1j})+\right.$$
$$+\frac{2(1-u_{3j})}{2N+1}\frac{c(1-n)}{2}K_{cyby}(v_{1k},u_{3j})\phi_3^y(u_{3j})+$$
$$+\frac{(1-u_{nj}^2)}{N+1}\frac{S}{2}[K_{cynx}(v_{1k},u_{nj})\phi_n^x(u_{nj})+$$
$$\left.+K_{cyny}(v_{1k},u_{nj})\phi_n^y(u_{nj})]\right], \qquad k=1,2,\dots N \quad (15)$$

$$\frac{-[\sigma_y(v_{3k})-\sigma_3]}{\pi\ A} = \sum_{j=1}^{N}\left[\frac{2(1+u_{1j})}{2N+1}\frac{cn}{2}K_{bycy}(v_{3k},u_{1j})\phi_1^y(u_{1j})+\right.$$
$$+\frac{2(1-u_{3j})}{2N+1}\frac{c(1-n)}{2}K_{byby}(v_{3k},u_{3j})\phi_3^y(u_{3j})+$$
$$+\frac{(1-u_{nj}^2)}{N+1}\frac{S}{2}[K_{bynx}(v_{3k},u_{nj})\phi_n^x(u_{nj})+$$
$$\left.+K_{byny}(v_{3k},u_{nj})\phi_n^y(u_{nj})]\right], \qquad k=1,2,\dots N \quad (16)$$

$$\frac{-[\sigma_{rr}(v_{nk})]}{\pi\ A} = \sum_{j=1}^{N}\left[\frac{2(1+u_{1j})}{2N+1}\frac{cn}{2}K_{nrcy}(v_{nk},u_{1j})\phi_1^y(u_{1j})+\right.$$
$$+\frac{2(1-u_{3j})}{2N+1}\frac{c(1-n)}{2}K_{nrby}(v_{nk},u_{3j})\phi_3^y(u_{3j})+$$
$$+\frac{(1-u_{nj}^2)}{N+1}\frac{S}{2}[K_{nrnx}(v_{nk},u_{nj})\phi_n^x(u_{nj})+$$
$$\left.+K_{nrny}(v_{nk},u_{nj})\phi_n^y(u_{nj})]\right], \qquad k=1,2,\dots N \quad (17)$$

$$\frac{-[\sigma_{r\theta}(v_{nk})]}{\pi\ A} = \sum_{j=1}^{N}\left[\frac{2(1+u_{1j})}{2N+1}\frac{cn}{2}K_{n\theta cy}(v_{nk},u_{1j})\phi_1^y(u_{1j})+\right.$$
$$+\frac{2(1-u_{3j})}{2N+1}\frac{c(1-n)}{2}K_{n\theta by}(v_{nk},u_{3j})\phi_3^y(u_{3j})+$$
$$+\frac{(1-u_{nj}^2)}{N+1}\frac{S}{2}[K_{n\theta nx}(v_{nk},u_{nj})\phi_n^x(u_{nj})+$$
$$\left.+K_{n\theta ny}(v_{nk},u_{nj})\phi_n^y(u_{nj})]\right], \qquad k=1,2,\dots N \quad (18)$$

Ecuación de unión:

$$\sum_{j=1}^{N}\left(\frac{\sin\left[\frac{2j-1}{2N+1}N\pi\right]}{\tan\left[\frac{2j-1}{2N+1}\frac{\pi}{2}\right]}\phi_1^y(u_{1j})\right) =$$
$$=\sum_{j=1}^{N}\left(\frac{\sin\left[\frac{2j-1}{2N+1}N\pi\right]}{\tan\left[\frac{2j-1}{2N+1}\frac{\pi}{2}\right]}\phi_3^y(u_{3(N+1-j)})\right) \quad (19)$$

Con los siguientes puntos de integración y colocación:

$$u_{1j} = \cos\left(\pi\tfrac{2j-1}{2N+1}\right), \quad v_{1k} = \cos\left(\pi\frac{2k}{2N+1}\right)$$
$$u_{3j} = \cos\left(\pi\tfrac{2j}{2N+1}\right), \quad v_{3k} = \cos\left(\pi\frac{2k-1}{2N+1}\right)$$
$$u_{nj} = \cos\left(\pi\tfrac{j}{N+1}\right), \quad v_{nk} = \cos\left(\pi\frac{2(k+1)-1}{2N+2}\right)$$
$$j,k=1,2,\dots N \quad (20)$$

EFECTO DEL NÚMERO DE RECICLADOS EN EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE LA POLIAMIDA REFORZADA

J. A. Casado, S. Diego, I. Carrascal, J. A. Polanco y F. Gutiérrez-Solana.

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Cantabria, Avda Los Castros s/n, 39005 Santander, España.
E-mail: jose.casado@unican.es

RESUMEN

En este trabajo se ha realizado el proceso de reciclado de una poliamida 6.6 (PA 6.6) reforzada con un 35% en peso de fibra corta de vidrio, que conlleva las operaciones de trituración, fusión y moldeo por inyección. Este proceso ha sido reiterado hasta en tres ocasiones, con el objeto de investigar las causas de deterioro asociadas al proceso de su recuperación y establecer las condiciones de viabilidad de su reutilización.

Se ha determinado que el módulo de elasticidad del material compuesto, E_C, que establece los condicionantes de su comportamiento mecánico general, depende fundamentalmente de tres parámetros: 1) de la atrición de las fibras, 2) de la desorientación del refuerzo y 3) del acortamiento de las cadenas poliméricas de la matriz. Por lo tanto, el valor del módulo de elasticidad se ha determinado en función de tres factores que tienen en cuenta estos aspectos: Factor de longitud de fibra (F_L), Factor de orientación de la fibra (F_θ) y Factor molecular de la matriz (F_m). Se ha demostrado que el factor F_L, es el parámetro más variable, y ejerce el mayor efecto sobre la pérdida de capacidad resistente en fatiga de material compuesto, denominada F_F, creciente con el número de reciclados.

ABSTRACT

In this work a short-fibre glass reinforced polyamide 6.6 recycling by milling, molten and injection has been performed. This process has been done up to three times in order to investigate the deterioration associated to recycling and to establish the possibility of reusing the material.

It has been determined that the composite material elasticity modulus, E_C, which establishes its general mechanical behaviour, mainly depends on three parameters: 1) fibber-glass shortening, 2) disorientation reinforcement and 3) polymeric molecular chains shortening. So the composite material elasticity modulus has been established as a function of those three aspects: fibber longitude factor (F_L), fibber disorientation factor (F_θ) and chain molecular factor (F_m). It has been demonstrated that the most variable parameter which exerts the higher effect on the material fatigue resistance (F_F) lost is the mentioned factor F_L. The fatigue resistance lost grows with the number of recycling.

PALABRAS CLAVE: reciclado, poliamida reforzada, resistencia a fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

El objetivo de este trabajo es estudiar el proceso de reciclado de placas acodadas empleadas como sujeción de carril de vía para tren de alta velocidad, que conlleva las operaciones de trituración y reinyección de la PA 6.6 reforzada con un 35% de fibra corta de vidrio, y conocer las causas de deterioro asociadas al proceso de su recuperación para establecer las condiciones de viabilidad de reutilización del material. Para ello se ha estudiado el comportamiento de la matriz polimérica y de la fibra inorgánica para justificar la disminución de la resistencia a fatiga de las placas acodadas a medida que se reciclan [1].

En concreto, se ha estudiado con respecto a la matriz polimérica, el valor de su viscosidad y propiedades térmicas, incluyendo el análisis del cambio que sufre el grado de cristalinidad con cada reciclado. Con respecto al refuerzo se ha caracterizado la variación de la longitud de fibra y la de su disposición angular fundamentalmente. De especial interés resultan las propiedades de la interfase matriz–refuerzo al estar directamente implicada en los mecanismos de transferencia de carga entre ambos constituyentes y, por lo tanto, se ha evaluado las características de la misma, a través del cálculo de su resistencia a la cortadura.

2. MATERIAL

El estudio se ha llevado a cabo sobre placas acodadas de PA 6.6 con un refuerzo del 35% en peso de fibra corta de vidrio, cuya masa se establece en torno a 130 g. La Figura 1 muestra una vista inferior y superior.

Figura 1: Placa acodada

Las piezas utilizadas para reciclar y realizar los ensayos de este trabajo han sido rechazadas para su puesta en vía, dado que han sido consideradas defectuosas, por no disponer de la geometría adecuada o por presentar exceso o defecto de masa. Dichas piezas deben ser sometidas a un proceso de reciclaje que consta de las siguientes fases: trituración hasta obtener tamaño de granza, secado controlado a 100 ºC durante 7 días y conformado por inyección a alta temperatura (298 ºC).

La trituración fue llevada a cabo empleando un molino de cuchillas con tamices que reducen las partículas al tamaño de 5-6 mm, equivalente al gránulo de la materia prima. El secado del material, dosificación y reinyección fue realizada por la empresa CEBUTOR S.L., industria transformadora de plásticos. Para este estudio, se han contemplado 4 placas de diferente condición de reciclado, cuya identificación es la siguiente:

R0: Placa inyectada con material puro.
R1: Placa reciclada una vez.
R2: Placa reciclada una segunda vez.
R3: Placa reciclada una tercera vez.

3. ENSAYOS Y METODOLOGÍA

3.1. Caracterización geométrica del refuerzo

De cada placa acodada se extrajo una porción de tamaño equivalente a su cuarta parte. Después las muestras se introdujeron en una mufla, marca Carbolite, a 625 ºC durante 3 horas para volatilizar la matriz de PA y el material de la interfase. Luego las muestras se extrajeron del horno y se prepararon para su observación en un microscopio óptico metalográfico marca Nikon, determinando la longitud media y el diámetro de 100 fibras por cada muestra.

3.2. Determinación de las longitudes de transferencia (L_t) y crítica (L_C)

L_t representa la longitud mínima del refuerzo para la que la tensión máxima de fibra, σ_{fmax}, es alcanzada, pudiéndose determinar a partir de la expresión (1), donde E_c y E_f son los módulos de elasticidad del compuesto y la fibra, respectivamente, d es el diámetro de la fibra, σ_c es la tensión sobre el compuesto y τ_y la resistencia de la interfase a cortadura [2].

$$L_t = \frac{\sigma_c \cdot E_f \cdot d}{2 \cdot E_c \cdot \tau_y} \qquad (1)$$

La longitud crítica de la fibra, L_C, se define como el valor mínimo que garantiza que el esfuerzo aplicado sobre el compuesto sea íntegramente transferido desde la matriz al refuerzo a través de la interfase bajo esfuerzos cortantes, pudiendo llegar a alcanzar la resistencia última de la fibra, σ_{fu}. Se puede determinar a partir de la expresión (2).

$$L_c = \frac{\sigma_{fu} \cdot d}{2 \cdot \tau_y} \qquad (2)$$

Por otro lado, Templeton [3], estima el valor de L_C experimentalmente, a partir de la medida de la longitud de las fibras rotas más largas que sobresalen de la superficie de fractura de una probeta de un material compuesto sometido a un ensayo de tracción estándar. Esta longitud es la mitad del valor de la longitud crítica de la fibra ya que la otra mitad se ha quedado embebida en el seno de la matriz polimérica, según se indica en la expresón (2).

$$L_c = 2 \cdot L_{medida} \qquad (3)$$

El valor de la resistencia a la cortadura entre la matriz y la fibra se ha determinado empleando un micro-durómetro Vickers, marca Matsuzawa, estableciendo la fuerza necesaria para desplazar por empuje del indentador la fibra con respecto a la matriz. Para ello, se preparó una lámina transversal al eje de las fibras de 300 μm de espesor, para obtener las fibras orientadas perpendicularmente al plano de corte. La lámina se encapsuló para dotarla de un cuerpo soporte y evitar su flexión al aplicar el esfuerzo. La muestra fue pulida y a 400 aumentos se buscaron las superficies circulares correspondientes a fibras bien alineadas, cargando con la punta del indentador en el centro de la sección transversal de la fibra, para analizar el posible despegue de la fibra con respecto de la matriz.

3.3. Determinación de la orientación de fibras

La condición de isodeformación garantiza la máxima eficiencia del refuerzo, obtenida cuando las fibras se alinean paralelas a la dirección de los esfuerzos sobre el compuesto. Sin embargo, si el refuerzo se desorienta, la transferencia de carga desde la matriz a las fibras no es tan efectiva y las propiedades mecánicas del material disminuyen. El alineamiento de la fibra corta se realiza en el proceso de inyección del compuesto en el molde que incorpora los canales que habilitan el flujo del material hacia las cavidades que conforman los nervios de la placa A2, donde la fibra queda orientada en su misma dirección.

La orientación de las fibras se definió a partir de la observación de las secciones transversales, cortadas y pulidas, de los nervios de las placas. La pérdida de orientación del refuerzo se denota por la ovalización de las secciones circulares de las fibras. Los parámetros geométricos medidos fueron la longitud de ejes (2a y 2b) y el ángulo (α) de las elipses definidas, de acuerdo con la Figura 2.

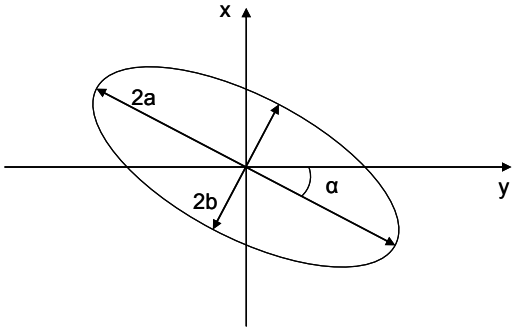


Figura 2: Determinación de la orientación de la fibra

3.4. Número de viscosidad (VN) y Temperatura de transición vítrea (T_G)

Las características viscoelásticas de un termoplástico condicionan su respuesta mecánica. El número de viscosidad, VN, se puede definir como la viscosidad reducida [4], equivalente a la viscosidad específica por unidad de concentración del polímero, C (en g/cm^3) de acuerdo con la expresión (3).

$$VN = \eta_{red} = \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0}\right) \cdot \frac{1}{C} \qquad (4)$$

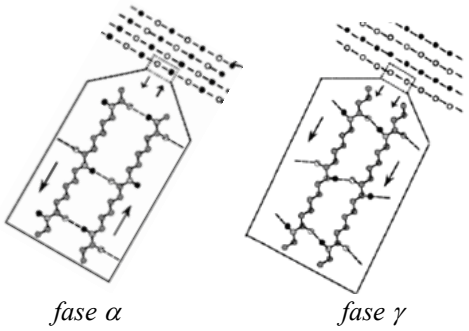
η_0: viscosidad del disolvente (ácido fórmico)
η: viscosidad de la disolución
C: concentración del polímero

Para obtener el número de viscosidad se empleó un viscosímetro UBBELOHDE del tipo 0b.

La temperatura de transición vítrea de la PA establece el nivel térmico por encima del cual presenta un ablandamiento acusado y un descenso notorio de prestaciones mecánicas. Este fenómeno se produce por el inicio del movimiento relativo de segmentos de cadenas moleculares favorecido por la agitación térmica. El valor de T_G, para cada condición de reciclado, se determinó empleando la técnica DSC (Differential Scanning Calorimeter) con un calorímetro diferencial de barrido, modelo Setaram 131.

3.5. Grado cristalinidad y Temperatura cristalización

El grado de cristalinidad establece la fracción relativa de polímero en estado cristalino. Las estructuras polimorfas de la PA son resultado del diferente arreglo espacial del puente de H entre el O en el grupo carbonilo (C**O**) y el H conectado al nitrógeno (N**H**) en su vecindad [5]. Las estructuras cristalinas presentan dos fases: α y γ. En la fase α las cadenas del polímero se orientan de forma antiparalela, y en la fase γ los puentes se forman entre cadenas de PA paralelas, como muestra la Figura 3.



fase α *fase γ*

Figura 3: Puentes de H en las fases α y γ [5]

La determinación del grado de cristalinidad se llevó a cabo a partir de muestras en pastillas sólidas empleando un difractómetro de rayos X marca Philips. Adicionalmente, se determinó, para cada condición, la temperatura de cristalización y la entalpía de cristalización, por medio de la técnica DSC, descrita en el apartado anterior. En cada caso se obtuvieron los correspondientes diagramas temperatura-flujo de calor.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. Caracterización geométrica del refuerzo

De las imágenes tomadas de las fibras como las de la Figura 4, sobre una población de 100 muestras se determinaron con el software adecuado las longitudes y distribución estadística, que se representa en la Figura 5. La Tabla 1 presenta los valores medidos para cada condición de reciclado.

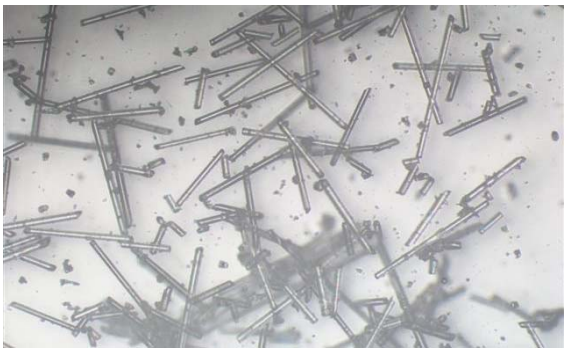


Figura 4: Dispersión y observación de fibras (x 400)

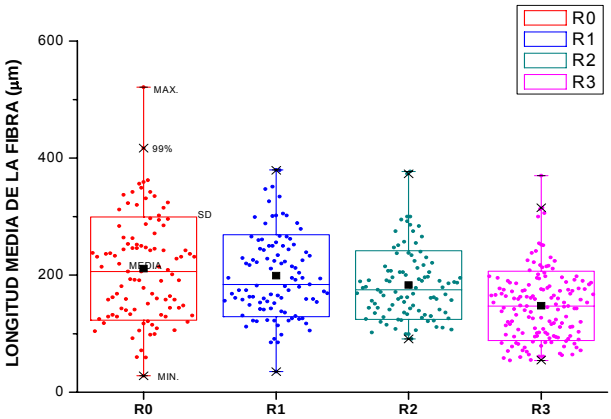


Figura 5: Distribución de longitudes de fibras

Tabla 1. Longitud de fibras

Condición	Longitud (μm)
R0	211
R1	199
R2	183
R3	147

La longitud de fibra disminuye como consecuencia de su atrición debida a las moliendas y re-inyecciones del material. La rotura en dos o más trozos además provoca que aumente el número de extremos, carentes de agente adhesivo, que actúan como puntos de concentración de tensiones. Por lo tanto, se reduce la capacidad de transferencia de carga desde la matriz y la eficacia del refuerzo. En cuanto al diámetro de las fibras, éste se sitúa en torno al valor inicial de 10 μm.

4.2. Determinación de la longitud crítica (L_c)

La longitud crítica media de las fibras se determinó a partir de las fractografías de las muestras ensayadas, sobre una población representativa de 100 fibras en cada condición de reciclado. (Ver Figura 6).

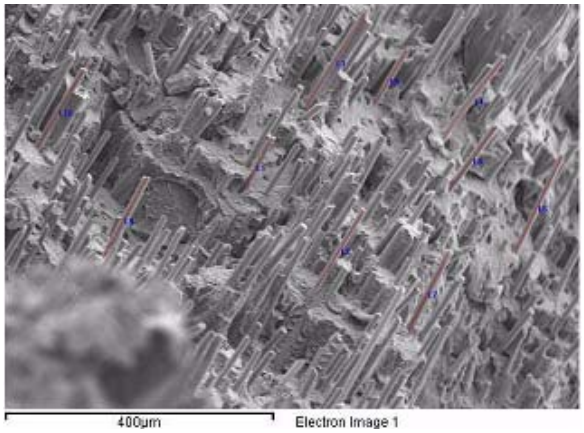


Figura 6: Medición de la longitud crítica (L_C)

La Figura 7 presenta la distribución de la medida de las longitudes críticas obtenida en cada condición de reciclado.

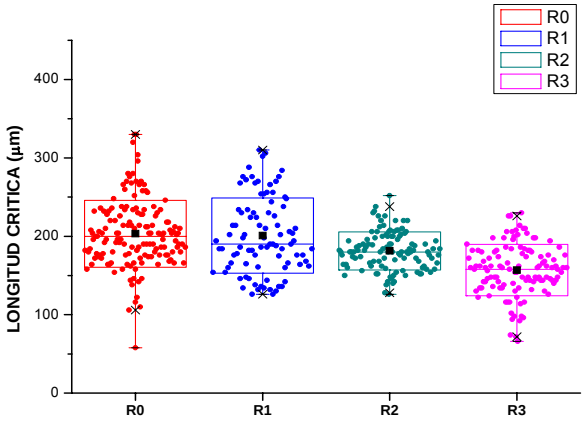


Figura 7: Distribuciones de L_C

Considerando una resistencia a la tracción típica de la fibra σ_{fu} de 72.5 GPa [6] la tensión de cortadura para la interfase en cada reciclado, que garantizaría una correcta transmisión de esfuerzos entre la matriz y las fibras, se presenta en la Tabla 2. Se aprecia que se requeriría un aumento de la resistencia a la cortadura superior al 30% en el caso de 3 reciclados para garantizar un óptimo funcionamiento de la interfase.

Tabla 2. Tensión de cortadura en la interfase

Condición	$\tau_y = \frac{(\sigma_{fu})\cdot d}{2\cdot L_c}$ (MPa)	Pérdida (%)
R0	34.0	---
R1	34.6	1.8
R2	38.5	13.2
R3	44.6	31.2

En bibliografía se establece una tensión de cortadura entre la fibra de vidrio y otras matrices termoestables en un intervalo comprendido entre 4 y 34 MPa [7]. La tensión de cortadura determinada a través del ensayo de empuje establece un valor medio de 16 MPa. La Figura 8 representa, teniendo en cuenta la expresión (1) el valor de L_t necesario para soportar el esfuerzo aplicado sobre el compuesto, en función de la tensión de cortadura de la interfase. Para una resistencia a cortadura de 16 MPa la Tabla 3 muestra la máxima tensión admisible por el material, donde se aprecia una merma de prestaciones mecánicas importante, creciente con el número de reciclados.

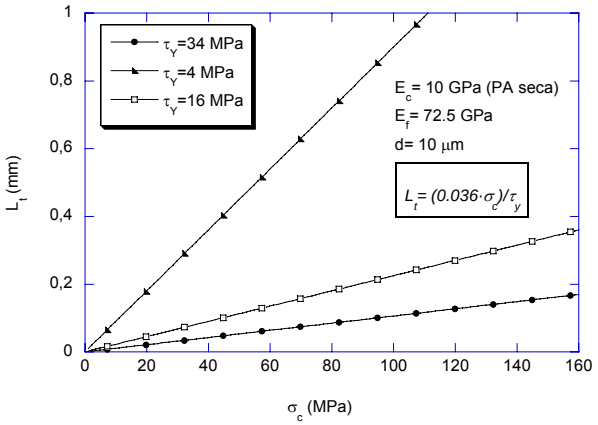


Figura 8: L_t para diferentes valores de τ_Y

Tabla 3: Tensión admisible para transferencia óptima

Condición	L_f (μm)	σ_c (MPa)	Pérdida (%)
R0	211	94	---
R1	199	88	6.4
R2	183	81	13.8
R3	147	65	30.8

4.3.- Distribución de la Orientación de fibras

La medición se realizó sobre el material encapsulado y pulido, (Figura 9), tomando como sistema de referencia de orientación óptima (isodeformación) a 90º y la de perdida máxima de transmisión de carga (isoesfuerzo) a 0º. Los resultados de las medidas efectuadas y su distribución se presentan en la Figura 10.

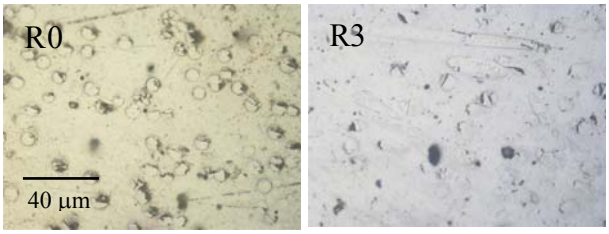


Figura 9: Micrografías de las muestras pulidas

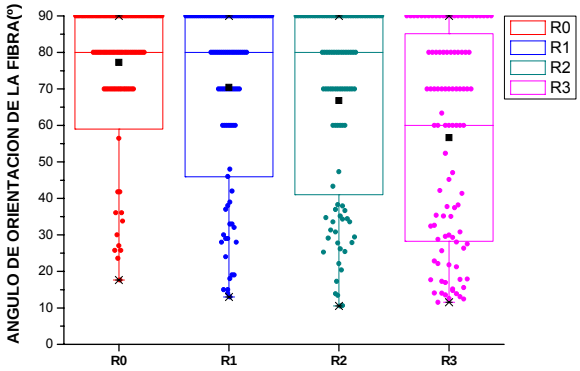


Figura 10: Distribución orientación de fibras

Los valores medios de los ángulos medidos, θ_{med}, se indican en la Tabla 4, mostrándose la pérdida de orientación porcentual con respecto de la condición R0, que aumenta de forma acusada en el tercer reciclado.

Tabla 4. Ángulos de orientación medio de las fibras

Condición	θ_{med} (º)	Variación con R0 (%)
R0	83	---
R1	76	8.43
R2	73	12.05
R3	63	24.10

4.4. Número de viscosidad y T_G de la matriz

La Figura 11 presenta una disminución de la viscosidad, creciente con el reciclado, lo que indica que la reinyección produce roturas por cizalla de las cadenas de PA, aumentando su fluidez, que para el caso de R3 se sitúa en el 11,57%. Este hecho incide en una mayor capacidad de deformación bajo carga y pérdida de rigidez. Se aprecia también una disminución lineal de T_G conforme aumenta el reciclado, lo que pone de manifiesto que el material presente una resistencia a la temperatura cada vez menor.

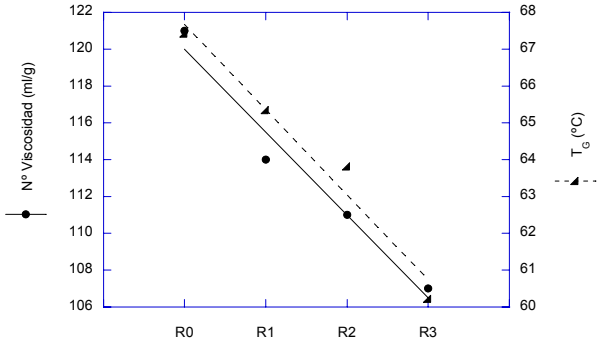


Figura 11: Disminución de viscosidad y T_G

4.5. Grado de Cristalinidad y T_C

Los diagramas de difracción de rayos X de la Figura 12, muestran escasa variabilidad con el número de reciclados. Se observa la parte cristalina correspondiente a los picos sobresalientes y la parte amorfa relativa a la zona plana. Los ángulos de difracción obtenidos, coinciden con los aportados por la bibliografía [8]: α1 (20.5º), α2 (23.5º), γ1 (13.9º) y γ2 (21.7º).

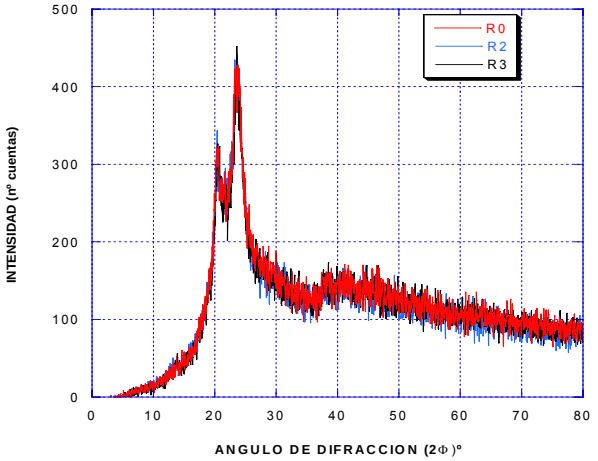


Figura 12: Diagramas de difracción de Rayos X

Sin embargo, se aprecia un descenso de la intensidad de la fase α2 con el número de reciclados: 400.0 (R0), 385.5 (R2) y 375.5 (R3), que establece una disminución del porcentaje de cristalinidad de la muestra [9]. Por otro lado, los resultados aportados por la técnica DSC se observan en la Figura 13.

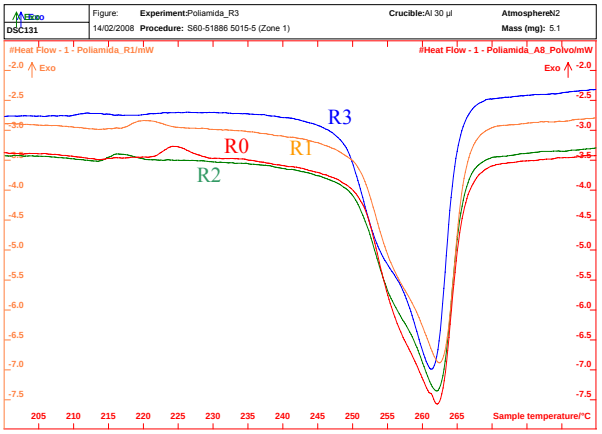


Figura 13: Diagramas DSC

La Tabla 5 recoge los datos extraídos de los diagramas, donde T_{occ} es la temperatura de inicio de la cristalización, T_{cc} es la temperatura de cristalización, T_{of} es la temperatura de inicio de la fusión, T_f es la temperatura pico de la fusión, Δh entalpía de fusión, Δh' entalpía de cristalización en el calentamiento y Δh_{cc} entalpía de cristalización.

Tabla 5. Datos de los diagramas DSC

Condición	R0	R1	R2	R3
Δh (kJ/kg)	84	82	90	86
Δh' (kJ/kg)	1.50	1.30	0.82	0.27
Δh_{cc} (kJ/kg)	82.5	80.7	89.2	85.7
T_{of} (ºC)	250.1	248.6	248.9	247.7
T_f (ºC)	262.1	261.8	262.1	261.4
T_{occ} (ºC)	221.4	216.1	214.0	2096
T_{cc} (ºC)	224.2	219.3	216.3	212.1

Se aprecia que las entalpías de cristalización en el calentamiento (Δh') disminuyen, al igual que las temperaturas de inicio y de fin de cristalización (T_{occ} y T_{cc}) con el número de reciclados, así como la del inicio de fusión (T_{of}). Esto pudiera incidir en los parámetros térmicos a definir en el proceso de calentamiento y fusión para reinyectar el material reciclado.

5. CONCLUSIONES

La longitud crítica de la fibra se reduce el 23 % en el tercer reciclado. Hasta el segundo reciclado, la longitud de la fibra permanece igual o superior a la crítica y, por tanto, se mantendría una transferencia de carga efectiva. Se ha obtenido una relación empírica para determinar la longitud de transferencia de carga mínima requerida en función de la carga externa aplicada al material.

La desorientación en la re-inyección aumenta con el grado de reciclado, como consecuencia de la atrición de las fibras que produce una relación (diámetro/longitud) cada vez mayor, perdiéndose progresivamente la condición óptima de isodeformación.

En general, la rotura de fibras genera la formación de un mayor número de extremos que, además de estar desprovistos de agente adhesivo, generan mayor número de discontinuidades y potenciales núcleos de defectos en el material compuesto reciclado.

En cuanto a la matriz de PA, su grado de cristalinidad disminuye de forma sensible con el reciclado, denotado por un leve descenso de intensidad de la fase α de la zona cristalina. Además el reciclaje genera una caída de viscosidad y de su temperatura de transición vítrea, que pudiera incidir en la limitación de su empleo para aplicaciones que generen sobre el material incrementos térmicos importantes.

Como consecuencia del reciclado se ha determinado un descenso de la rigidez del material, estableciéndose que es el factor de acortamiento de la longitud de la fibra, F_L, el parámetro más variable y, por lo tanto, el que mayor efecto ejerce sobre la pérdida de capacidad resistente en la fatiga de material compuesto [1] determinada, ésta última, por medio de ensayos Locati realizados sobre placas acodadas de cada una de las condiciones de reciclado y representada por el factor F_F (Figura 14), que para la condición de no reciclado, R0, toma el valor 1.

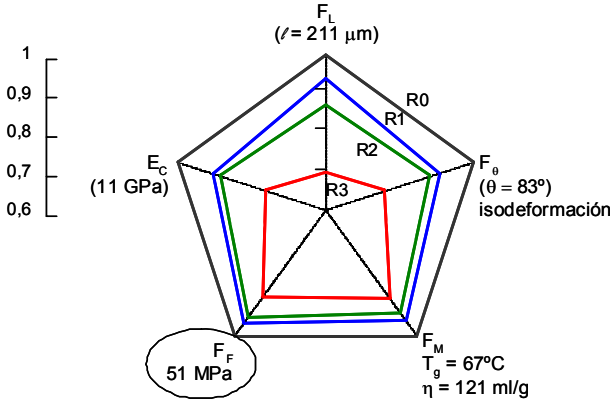


Figura 14: Factores de pérdida de resistencia a fatiga

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Fomento, la ayuda prestada para llevar a cabo el proyecto número 88/06 "Estudio de viabilidad de reutilización de poliamida reforzada con fibra de vidrio corta para inyectar placas de sujeción de vía de ferrocarril para alta velocidad española (AVE)".

REFERENCIAS

[1] Casado, J. et al. *Efecto del reciclado de poliamida reforzada en el comportamiento mecánico de placas de sujeción de vía de ferrocarril para AVE*. MATCOMP-07. pp. 811- 818, 2007.

[2] Mallick, P. *Fiber-Reinforced Composites*. Materials, Manufacturing, and Design. Dept. of Mech. Eng. University of Michigan.

[3] Templeton, P.A. "*Strength Predictions of injection molding compounds*", Journal of Reinforced plastics and composites. Vol.9 – May 1990.

[4] UNE-EN ISO 307. Plásticos. Poliamidas: 1998. *Determinación del número de viscosidad*.

[5] Fornes T., Paul D.R. "*Crystallization behaviour of nylon 6 nanocomposites*". University of Texas. Dept of Chemical Eng. Polymer 44 (2003) 3945–3961.

[6] Hull, D. *Materiales compuestos*. Professor of Materials Engineering, University of Liverpool. Editorial Reverté, S.A. (1987).

[7] Thomason, J.L., "*Structure–Property relationships in glass reinforced polyamide. Part 2: The effects of average fiber diameter and diameter distribution*". Dept. of Mech. Eng. Univ. of Strathclyde, Glasgow.

[8] Xiaohui et al, "*Polymorphism in polyamide 66/clay nanocomposites*". Division of Polymer Engineering, University of Technology, Lulea, Sweden. Polymer 43 (2002) 4967–4972.

[9] Sengupta, R. et al, "*Electron beam irradiated polyamide-6,6 films. I: charact. by wide angle X-ray scattering and infrared spectroscopy*". Radiation Physics and Chemistry 72 (2005) 625–633.

EFECTO DE LOS CAMBIOS BRUSCOS DE CARGA SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE ACERO PERLITICO TREFILADO

J.C. Matos[1], B. González[2], F.J. Ayaso[2], J. Toribio[2]

[1] Departamento de Informática y Automática (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: jcmatos@usal.es

[2] Ingeniería de Materiales (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: bgonzalez@usal.es

RESUMEN

Este artículo analiza el efecto que producen los cambios bruscos de carga (σ_{max} ó $\Delta\sigma$) sobre la fatiga de acero perlítico trefilado. Para ello se han realizado, sobre probetas cilíndricas, ensayos de fatiga en control de fuerza empleando dos escalones con tensiones diferentes, observándose la aparición de un *estado transitorio* en la curva de propagación de fisuras por fatiga (da/dN-ΔK) al decrecer bruscamente el parámetro $K_{max}\Delta K$, una suerte de *efecto de retardo por sobrecarga* que ha permitido calcular el tamaño de zona plástica. El estudio de la superficie de fractura por fatiga en los cambios bruscos de K_{max} ó ΔK muestra: (i) que la microrrugosidad del patrón de microdesgarros dúctiles es función de K_{max} y (ii) la existencia, en algunos ensayos, de una pequeña zona con fractografía de iniciación de fatiga relacionada con la disminución de la apertura de la punta de fisura, fenómeno similar al de crecimiento a partir de una microentalla.

ABSTRACT

This paper analyzes the effect produced by sudden load changes (σ_{max} or $\Delta\sigma$) on the fatigue of cold drawn pearlitic steel. To this end, fatigue tests were performed on cylindrical samples under load control, using two fatigue steps with different stress amplitude, and observing the appearance of a *transient state* in the fatigue crack propagation curve (da/dN-ΔK) when suddenly decreasing the parameter $K_{max}\Delta K$, a sort of overload retardation effect that allowed the calculation of the plastic zone size. The study of the fatigue fracture surface associated with sudden changes of K_{max} or ΔK shows: (i) that the micro-roughness of ductile micro-tearing patterns is a function of K_{max} and (ii) the existence, in some tests, of a small zone with fatigue initiation fractography related to the decrease of crack tip opening displacement, a phenomenon similar to that of crack initiation and growth from a micro-notch.

PALABRAS CLAVE: Fisuración por fatiga, Cambios bruscos de carga, Acero perlítico trefilado.

1. INTRODUCCIÓN

El fenómeno de propagación de fisuras por fatiga implica dos fuerzas motrices en la punta de fisura, ΔK y K_{max} [1-3], mostrando este último parámetro una gran influencia. Por ello existen dos valores para el umbral de propagación, ΔK^*_{th} (daño cíclico) y K^*_{max} (daño estático), que son las condiciones mínimas para que la fisura avance, dependientes de la historia de carga y del medio ambiente [4-7]. Para materiales dúctiles la fuerza motriz de fatiga es dominada por ΔK, mientras que en materiales frágiles K_{max} es el parámetro relevante [8].

La razón principal del retardo en el avance de la fisura por sobrecarga, además del cierre en la punta de la fisura, son las ramificaciones en la misma y el contacto entre las superficies, de fractura rugosa, después de la sobrecarga [9]. Así, un bloque de ciclos de sobrecarga a compresión puede provocar retardo en la velocidad de crecimiento inicial de la fisura, debido al cierre inducido por el óxido que genera partículas residuales o *debris* [10]. Por el contrario, otros autores mantienen que toda desviación del comportamiento de crecimiento de fisuras largas puede relacionarse con la presencia de tensiones residuales en el material [6].

El efecto del retardo por sobrecarga aumenta con el número de ciclos de sobrecarga hasta alcanzar un valor máximo y existe una distancia característica entre sobrecargas que asegura el mayor efecto del retardo [11]. Una sobrecarga a tracción seguida de una sobrecarga a compresión produce la aceleración de la velocidad de crecimiento de fisuras por fatiga para valores negativos del factor R [12].

El objetivo de este artículo es analizar el efecto de los cambios bruscos de carga en la fatiga de alambres de acero perlítico trefilado, a partir de ensayos con dos escalones de carga con tensiones σ_{max} ó $\Delta\sigma$ diferentes, estudiando el efecto de los últimos ciclos de un escalón sobre los primeros ciclos del siguiente. Para ello se han examinado: (i) la velocidad de crecimiento de la fisura, (ii) el tamaño de la zona plástica, (iii) el patrón de micro-desgarros y (iv) la apertura del extremo de la fisura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Material de análisis

El material de estudio ha sido acero de pretensado de composición eutectoide (tabla 1), resultado de siete pasos de trefilado más un tratamiento de termo-relajación que elimina las tensiones residuales que se provocan con el proceso de trefilado. Este acero es el producto comercial final.

Tabla 1. Composición química del acero (% peso).

% C	% Mn	% Si	% Cr	% V
0.789	0.681	0.210	0.218	0.061

Las propiedades mecánicas características del material, obtenidas con el ensayo de tracción simple, son: módulo de Young (E=214 GPa), límite elástico (σ_Y=1480 MPa) y resistencia a tracción (σ_{max}=1820 MPa).

2.2. Ensayos de fatiga

Las probetas de ensayo fueron varillas de sección circular de 300 mm de longitud y diámetro 5.1 mm. Previo al ensayo de fatiga, se efectuó a las probetas de forma mecánica un corte transversal en la zona media de su longitud, para determinar en ese punto la iniciación de la fisura por fatiga.

La influencia de K_{max} y ΔK sobre la fatiga se ha estudiado a partir de ensayos en los cuales se realizó carga de tracción en la dirección axial en dos escalones, con σ_{max} y $\Delta\sigma$ constantes en cada escalón y diferentes entre los dos escalones (variando uno o ambos parámetros). La frecuencia utilizada fue de 10 Hz con una forma de onda sinusoidal y la tensión máxima estuvo siempre por debajo del límite elástico del material. Cada paso de carga se mantuvo el tiempo suficiente para apreciar avance de fisura.

Los tipos de ensayo diseñados se esquematizan en las figuras 1, 2 y 3. Los ensayos A y A' (figura 1) presentan un cambio en la carga máxima de fatiga (σ_{max}), los ensayos B y B' (figura 2) en el intervalo de oscilación de tensiones ($\Delta\sigma$) y los ensayos C y C' (figura 3) en ambos parámetros. En todos ellos, el cambio en las condiciones de carga de un paso al siguiente ha sido de forma brusca. Para los ensayos A, B y C con un descenso de σ_{max} o de $\Delta\sigma$ del 50% de su valor anterior, mientras que en los ensayos A', B' y C' ha existido un aumento del 30% de su valor anterior, puesto que existe un mayor riesgo de que se produzca la fractura del alambre.

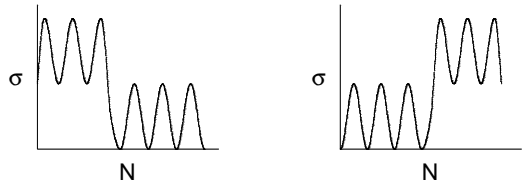


Figura 1. Escalones de carga para los ensayos A y A'.
Ensayo A: disminución de σ_{max} e igual $\Delta\sigma$.
Ensayo A': aumento de σ_{max} e igual $\Delta\sigma$.

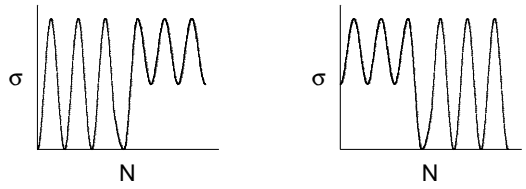


Figura 2. Escalones de carga para los ensayos B y B'.
Ensayo B: disminución de $\Delta\sigma$ e igual σ_{max}.
Ensayo B': aumento de $\Delta\sigma$ e igual σ_{max}.

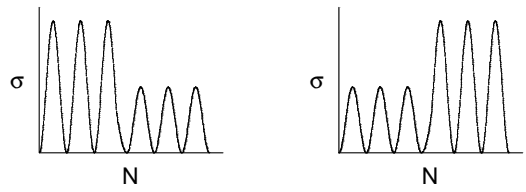


Figura 3. Escalones de carga para los ensayos C y C'.
Ensayo C: disminución de σ_{max} y $\Delta\sigma$.
Ensayo C': aumento de σ_{max} y $\Delta\sigma$.

2.3. Análisis fractográfico

Mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (x1000) se observaron las superficies de fractura producto de la fatiga, en los alambres de acero de pretensado objeto de estudio, para los cambios de escalón de los distintos ensayos.

También se realizaron varios cortes longitudinales en secciones perpendiculares al frente de fisura de algunas de las probetas ensayadas a fatiga. Tras una adecuada preparación (embutición, desbaste, pulido especular y ataque con nital al 5% durante unos segundos), se observaron también con microscopía electrónica de barrido (x1000).

En todas las fotografías de la superficie de fractura y de los cortes fracto-materialográficos mostradas en este artículo, el avance de la fisura de fatiga sucede siempre de izquierda a derecha.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Velocidad cíclica de crecimiento de fisuras

La curva de crecimiento de fisuras por fatiga en el régimen de Paris, d*a*/d*N*-Δ*K*, para el acero perlítico trefilado se muestra en la figura 4. Esta representación es la misma para distintos valores del factor *R* [13], por lo que la velocidad cíclica de crecimiento de fisuras depende fundamentalmente del intervalo de oscilación del factor de intensidad de tensiones, Δ*K*, y apenas de la intensidad máxima de la fatiga, K_{max}.

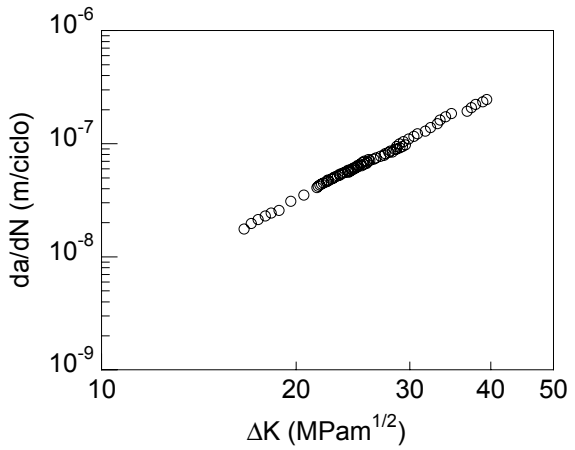


Figura 4. Curva da/dN-ΔK en el régimen de Paris.

El ajuste de la curva de Paris para el acero de pretensado es [13],

$$\frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}N} = 4.1 \cdot 10^{-12} \Delta K^{3.0} \qquad (1)$$

donde las unidades de los coeficientes *C* y *m* de Paris son las correspondientes para que d*a*/d*N* esté en m/ciclo y Δ*K* en MPam$^{1/2}$.

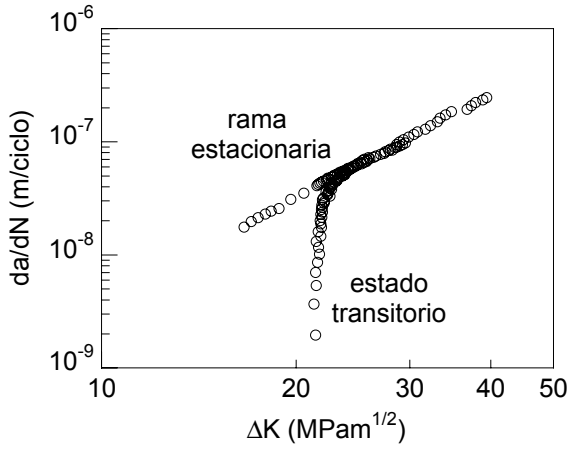


Figura 5. Curva da/dN-ΔK:
rama estacionaria + estado transitorio.

El efecto producido por la variación brusca de carga sobre la curva de crecimiento de fisuras por fatiga en el régimen de Paris, es la inducción de un *estado transitorio* en el avance de la fisura, donde la velocidad de propagación muestra una suerte de retardo. Una vez atravesada esta zona se restablece de nuevo la velocidad correspondiente a la rama estacionaria [14,15]. El estado transitorio se muestra en la curva d*a*/d*N*-Δ*K* en forma de ramales que se unen a la rama estacionaria, como se puede observar en la figura 5.

3.2. Zona plástica

Se ha realizado una estimación experimental del tamaño de zona plástica (r_P) en la punta de fisura, durante los ensayos realizados en los alambres de acero de pretensado, al considerar que es la principal responsable del estado transitorio de acuerdo con un mecanismo análogo al de retardo por sobrecarga que se genera por la zona plástica próxima al extremo de la fisura [16].

Se considera que el retardo se produce mientras la zona plástica originada en la punta de fisura por los últimos ciclos de un escalón es atravesada por la zona plástica, de menor tamaño, consecuencia de los ciclos iniciales del escalón posterior (figura 6). El fenómeno de retardo por sobrecarga se ha comprobado que depende del número de ciclos que lo provocan [11], aunque se admitió que el último ciclo de carga es el principal responsable de este hecho.

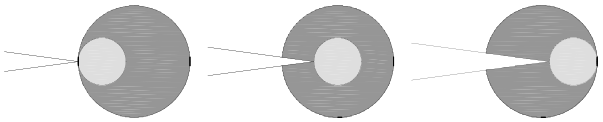


Figura 6. Propagación a través
de la zona plástica por sobrecarga.

Utilizando las hipótesis anteriores, la expresión obtenida de forma experimental para el tamaño de zona plástica del acero perlítico trefilado es la siguiente,

$$r_p = 0.14 \frac{K_{max} \Delta K}{\left(\frac{\sigma_Y + \sigma_R}{2} \right)^2} \qquad (2)$$

donde el tamaño de zona plástica es directamente proporcional al factor $K_{max}\Delta K$, que tiene en cuenta los dos parámetros que gobiernan los mecanismos en la punta de fisura [1-3]. Además, su valor es inversamente proporcional al valor medio del límite elástico y de la resistencia a tracción del acero perlítico trefilado (obtenidos a través del ensayo de tracción simple), ya que este material presenta endurecimiento por deformación. La expresión muestra un coeficiente de 0.14, muy próximo al de otros modelos [17,18].

3.3. Patrón de microdesgarros dúctiles

En la figura 7 se muestran las superficies de fractura por fatiga en los alambres, para los distintos casos de carga en dos escalones, tras la separación de la probeta en dos partes mediante la aplicación de carga creciente hasta rotura. En ellas se observa la existencia, sobre la superficie de fatiga de todos los ensayos (excepto B') de un frente de fisura de forma semielíptica que se corresponde con el cambio brusco de escalón. El frente de fisura visible es posible atribuirlo a la variación fractográfica a un nivel microscópico y al cambio en la apertura de la punta de fisura, que ocurren con el cambio de escalón en algunos ensayos.

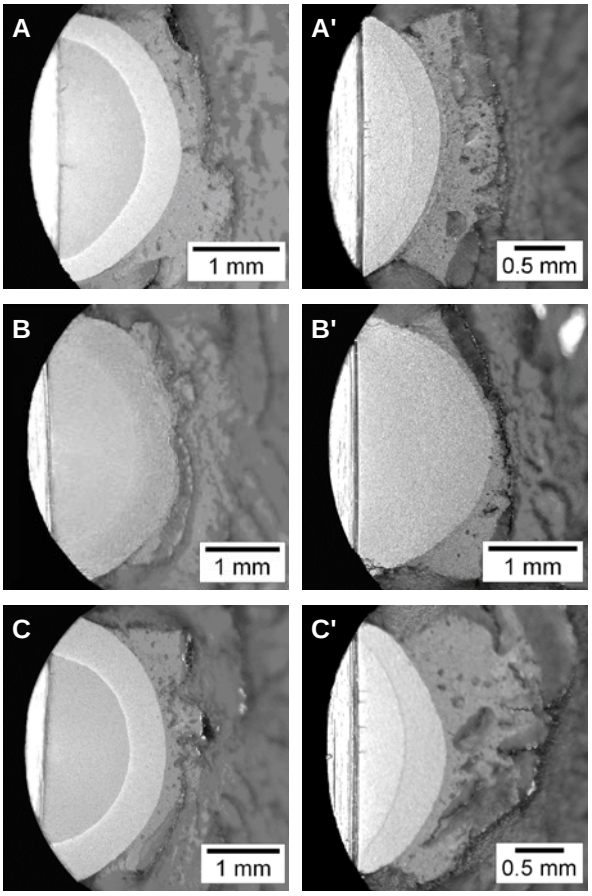


Figura 7. Superficie de fractura por fatiga. A y A' (arriba), B y B' (centro), C y C' (abajo).

La superficie de fatiga en el acero perlítico está formada por microdesgarros, mecanismo de fractura dúctil con evidencia de flujo plástico que proporciona una apariencia típica al proceso de fatiga. El modo de propagación de las fisuras para este acero no muestra estrías, cómo ocurre en metales puros y aleaciones dúctiles. Los microdesgarros en el acero perlítico trefilado presentan un tamaño más pequeño y curvado que en el alambrón del que procede, debido a los cambios microestructurales (orientación de las láminas de perlita y disminución de su espaciado interlaminar) y a la deformación plástica que ha sufrido el acero durante el proceso de trefilado [13].

Las figuras 8, 9 y 10 muestran el patrón de microdesgarros dúctiles para varias intensidades de fatiga. Su observación, junto al hecho de que en los ensayos B y B' (donde K_{max} es constante) no aparezca un cambio fractográfico a nivel microscópico, conduce a pensar que la forma del patrón de los microdesgarros está determinada, fundamentalmente, por la intensidad máxima de fatiga K_{max}, y apenas por el intervalo de oscilación del factor de intensidad de tensiones ΔK.

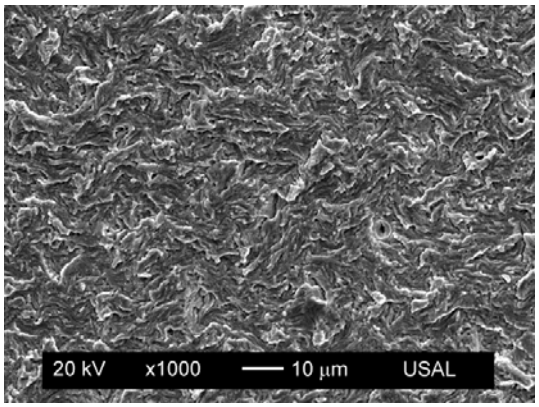


Figura 8. Fractografía, K_{max} =20 MPam$^{1/2}$ y ΔK=20 MPam$^{1/2}$.

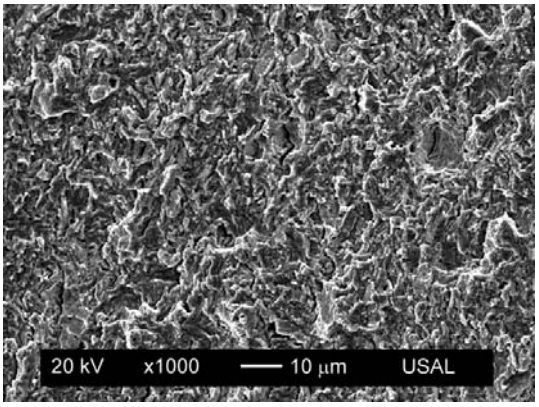


Figura 9. Fractografía, K_{max}=54 MPam$^{1/2}$ y ΔK= 27 MPam$^{1/2}$.

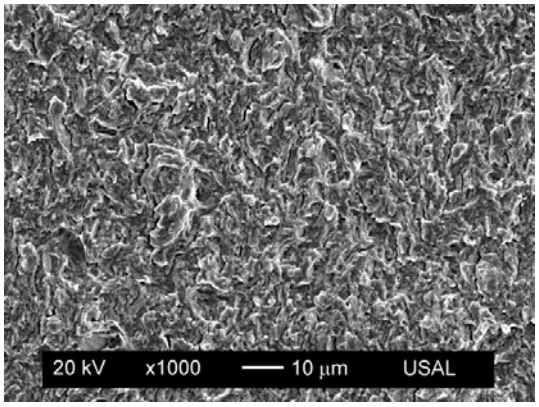


Figura 10. Fractografía, K_{max}=40 MPam$^{1/2}$ y ΔK=40 MPam$^{1/2}$.

Para algunos de los ensayos (concretamente A y C) la superficie de fractura en el cambio de escalón muestra una pequeña zona de aproximadamente 20 μm (figura 11), con una topografía de iniciación de fatiga formada por microdesgarros dúctiles bastante planos y con orientación en la dirección principal del avance de la fisura (figura 12), denominada en inglés *tearing topography surface* o *TTS* [19-22].

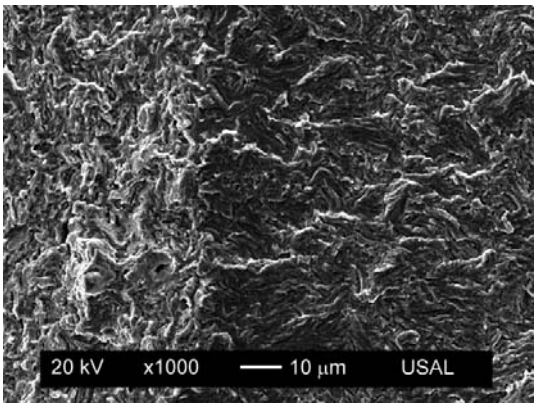


Figura 11. Fractografía en el cambio de K_{max}=54 a 27 MPam$^{1/2}$ con ΔK=27 MPam$^{1/2}$.

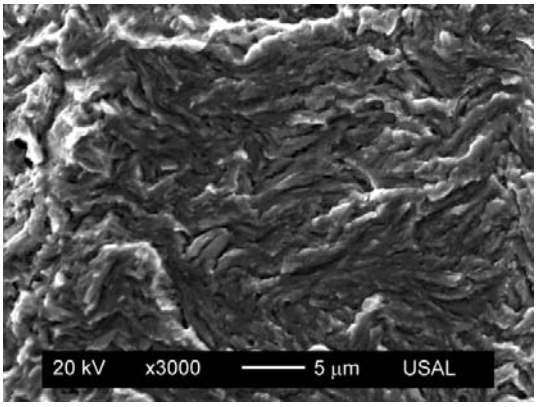


Figura 12. Fractografía de iniciación de fatiga, TTS.

3.4. Apertura en la punta de fisura

Una posible explicación de esta región con fractografía de iniciación, es la disminución brusca en la apertura de la punta de fisura (*crack tip opening displacement* o CTOD) en el inicio del segundo escalón de algunos ensayos, que hace que la fisura tenga que originarse de nuevo a partir de otra con un CTOD tal, que puede considerarse una microentalla. El retardo en el avance de la fisura por sobrecarga lo gobiernan, además de la zona plástica, los micromecanismos de crecimiento cerca del umbral [9].

Este fenómeno aparece de forma muy intensa en el ensayo A, donde se ha observado mediante cortes longitudinales de las probetas que la variación de la apertura de fisura es muy acusada cuando cambia el escalón de carga (figura 13).

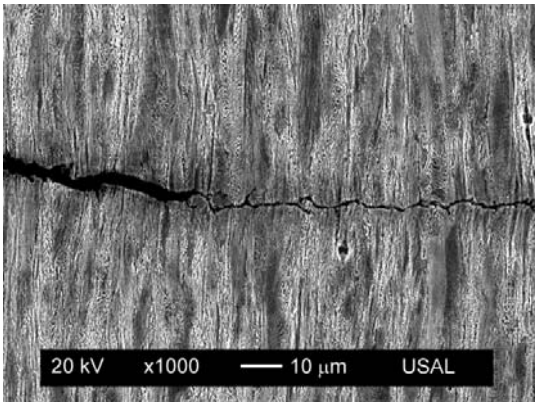


Figura 13. Fracto-materialografía en la disminución brusca de K_{max} con ΔK constante.

La apertura máxima en la punta de fisura, δ_{max}, en condiciones de deformación plana, se puede calcular con la expresión siguiente, donde E es el módulo de Young y σ_Y el límite elástico,

$$\delta_{max} \approx \frac{K_{max}^2}{2\sigma_Y E} \quad (3)$$

siendo el desplazamiento cíclico de apertura en la punta de fisura,

$$\Delta\delta_t \approx \frac{\Delta K^2}{4\sigma_Y E} \quad (4)$$

Con estas ecuaciones se realizó una estimación del cambio en la apertura de la punta de fisura con la variación brusca de carga al pasar de un escalón al siguiente para los ensayos realizados (figura 14).

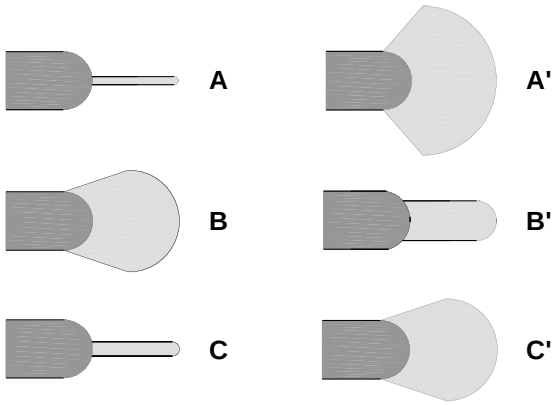


Figura 14. CTOD para K_{min}. A y A' (arriba), B y B' (centro), C y C' (abajo).

Se observa en los ensayos A, B' y C que existe una reducción del CTOD en el cambio brusco de carga, siendo este fenómeno más acusado en el ensayo A, donde tal efecto se ha observado experimentalmente (figura 13). En cambio en los ensayos A', B y C' existe un CTOD mayor después del cambio de escalón, hecho que se muestra sobre su superficie de fatiga (figura 7).

4. CONCLUSIONES

La velocidad de crecimiento de fisuras por fatiga en el régimen de Paris, da/dN, obedece fundamentalmente al parámetro ΔK y apenas se ve afectado por el cambio de la intensidad máxima de fatiga K_{max}. El descenso brusco en $K_{max}\Delta K$ produce un estado transitorio en la curva.

El tamaño de zona plástica depende del producto de ambos parámetros característicos de fatiga, $K_{max}\Delta K$. Su descenso brusco provoca el efecto de retardo por sobrecarga, debido al cambio en el tamaño de la zona plástica, permitiendo calcular su valor.

La superficie de fractura por fatiga en la perlita presenta un patrón de microdesgarros dúctiles, cuyo aspecto y microrrugosidad cambia con K_{max}. En cambio ΔK apenas afecta al aspecto de la superficie de fractura por fatiga.

El cambio brusco de carga en algunas ocasiones produce una zona cuya fractografía es de iniciación de fatiga, consistente con *tearing topography surface* o *TTS*. Ésta se atribuye a la disminución brusca en la apertura de fisura, lo que produce un fenómeno similar al de crecimiento de una fisura a partir de una entalla.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08), y por el suministro de acero por parte de TREFILERÍAS QUIJANO (Los Corrales de Buelna, Cantabria, España).

REFERENCIAS

[1] Sadananda, K., Vasudevan, A.K., "Crack tip driving forces and crack growth representation under fatigue", *Int. J. Fatigue* **26**, pp. 39-47, 2004.

[2] Stoychev, S., Kujawski, D., "Analysis of crack propagation using ΔK and K_{max}", *Int. J. Fatigue* **27**, pp. 1425-1431, 2005.

[3] Zhang, J., He, X.D., Du, S.Y., "Analyses of the fatigue crack propagation process and stress ratio effects using the two parameter method", *Int. J. Fatigue* **27**, pp. 1314-1318, 2005.

[4] Vasudevan, A.K., Sadananda, K., Louat, N., "Two critical stress intensities for threshold fatigue crack propagation", *Scr. Metall. Mater.* **28**, pp. 65-70, 1993.

[5] Kamat, S.V., Srinivas, M., "Effect of load ratio on the fatigue crack growth behaviour of DISPAL 2 alloy", *Int. J. Fatigue* **21**, pp. 169-172, 1999.

[6] Vasudevan, A.K., Sadananda, K., Glinka, G., "Critical parameters for fatigue damage", *Int. J. Fatigue* **23**, pp. S39-S53, 2001.

[7] Sadananda, K., Vasudevan, A.K., "Fatigue crack growth mechanisms in steels", *Int. J. Fatigue* **25**, pp. 899-914, 2003.

[8] Dinda, S., Kujawski, D., "Correlation and prediction of fatigue crack growth for different R-ratios using K_{max} and ΔK^{+} parameters", *Eng. Fract. Mech.* **71**, pp. 1779-1790, 2004.

[9] Suresh, S., "Micromechanisms of fatigue crack growth retardation following overloads", *Eng. Fract. Mech.* **18**, pp. 577-593, 1983.

[10] Suresh, S., Ritchie, R.O., "On the influence of fatigue underloads on cyclic crack growth at low stress intensities", *Mater. Sci. Eng.* **51**, pp. 61-69, 1981.

[11] Pommier, S., De Freitas, M., "Effect of fatigue crack growth of interactions between overloads", *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* **25**, pp. 709-722, 2002.

[12] Makabe, C., Purnowidodo, A., McEvily, A.J., "Effects of surface deformation and crack closure on fatigue crack propagation after overloading and underloading", *Int. J. Fatigue* **26**, pp. 1341-1348, 2004.

[13] Matos, J.C., González, B., Toribio, J., Ayaso, F.J., "Influencia de la microestructura perlítica en el comportamiento en fatiga para distintos factores R", *Anal. Mec. Fract.* **25**, pp. 331-336, 2008.

[14] Toribio, J., González, B., Matos, J.C., "Fatigue crack propagation in cold drawn steel", *Mater. Sci. Eng. A* **468-470**, pp. 267-272, 2007.

[15] Yarema, S.Y., *Test method for the determination of crack growth rates and crack growth resistance under cyclic loading*, Academy of Sciences of Ukraine, National Karpenko Physico-Mechanical Institute, Lviv, 1994.

[16] Suresh, S., *Fatigue of materials*, University Press, Cambridge, 1994.

[17] Irwin, G.R., "Plastic zone near a crack and fracture toughness" in *Mechanical and metallurgical behaviour of sheet materials*, Proc. 7th Sagamore Research Conf. Fract., Section IV. Syracuse University, New York, USA, pp. 63-71, 1960.

[18] Dugdale, D.S., "Yielding of steel sheets containing slits", *J. Mech. Phys. Solids* **8**, pp. 100-104, 1960.

[19] Thompson, A.W., Chesnutt, J.C., "Identification of a fracture mode: the tearing topography surface", *Metall. Trans.* **10A**, pp. 1193-1196, 1979.

[20] Costa, J.E., Thompson, A.W., "Hydrogen cracking in nominally pearlitic 1045 steel", *Metall. Trans.* **13A**, pp. 1315-1318, 1982.

[21] Gray III, G.T., Thompson, A.W., Williams, J.C., "Influence of microstructure on fatigue crack initiation in fully pearlitic steels", *Metall. Trans.* **16A**, pp. 753-760, 1985.

[22] Beretta, S., Matteazzi, S., "Short crack propagation in eutectoid steel wires", *Int. J. Fatigue* **18**, pp. 451-456, 1996.

INFLUENCIA DEL ESTADO TENSODEFORMACIONAL RESIDUAL GENERADO POR FATIGA EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ALAMBRES FISURADOS

L. Aguado[1], M. Lorenzo[2], V. Kharin[1] y J. Toribio[1]

[1] Departamento de 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, E-mail: laguado@usal.es

[2] Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca.
E.T.S., Ingeniería Industrial, Avda. Fernando Ballesteros 2, 37700 Béjar (Salamanca).

RESUMEN

La presencia de fisuras en alambres de acero de pretensado implica un grave riesgo para la integridad estructural de los mismos. Durante la vida en servicio, estos alambres sufren habitualmente cargas cíclicas (fatiga) que generan en la zona próxima a la punta de la fisura elevadas tensiones y deformaciones plásticas. Este *estado tenso-deformacional residual* (*tras la fatiga*) juega un papel determinante en procesos de fragilización por hidrógeno (FH). Este artículo analiza la influencia de dicho estado residual sobre los perfiles de concentración de hidrógeno en el material, utilizando un modelo de difusión de hidrógeno asistida por la tensión *y* la deformación. Los resultados de este análisis revelan que las *deformaciones plásticas* generadas en las proximidades del extremo de una fisura juegan un papel relevante, y por tanto deben ser tenidas en cuenta, en todo proceso de FH que tenga lugar en alambres de acero de pretensado.

ABSTRACT

The presence of cracks in prestressing steel wires implies a great risk for the structural integrity of them. During life in service, these wires usually undergo cyclic loads (fatigue) that generate elevated stress and plastic strains in the vicinity of the crack tip. This *residual stress-strains state* (*after fatigue*) plays a relevant role in hydrogen embrittlement (HE) processes. This paper analyzes the influence of such a residual state on the hydrogen concentration profiles in the material, using a model of hydrogen diffusion assisted by stress *and* strain. Results of the analysis reveal that *plastic strains* generated in the vicinity of the crack tip play a relevant role, and thus must be taken into account, in any hydrogen embrittlement (HE) processes taking place in prestressing steel wires.

PALABRAS CLAVE: Estado tensodeformacional residual, Acero perlítico, Fragilización por Hidrógeno.

1. INTRODUCCIÓN

Los alambres de acero de pretensado se utilizan ampliamente en la ingeniería civil y, al igual que en el resto de materiales, la presencia de fisuras es inherente tanto a su naturaleza como a su forma de obtención. La existencia de dichos defectos condiciona el comportamiento mecánico del alambre durante su vida en servicio. Habitualmente estos alambres están sometidos a cargas cíclicas capaces de producir el crecimiento subcrítico de la fisura por fatiga [1].

La principal consecuencia de la presencia de fisuras en el alambre de pretensado es la aparición de un fuerte efecto concentrador del estado tensodeformacional en la punta de la fisura. De esta forma en esta zona se producen fenómenos de plasticidad localizada bajo cargas externas inferiores al límite elástico del material, lo que supone un grave riesgo para la integridad estructural puesto que puede ser el origen del fallo del componente durante su vida en servicio.

Por estos motivos la presencia de fisuras en el alambre supone la aparición de estados tensodeformacionales residuales de forma localizada en la punta de la fisura al finalizar el proceso de carga. Estos estados son determinantes en los procesos de corrosión bajo tensión en régimen catódico, la denominada fragilización por hidrógeno (FH), fenómeno al que estos aceros de alta resistencia son especialmente susceptibles [2]. Diversos estudios han establecido que el principal mecanismo de fractura se produce por el transporte de hidrógeno desde la superficie del alambre hacia determinadas zonas, lugares potenciales de fractura, situados en el interior

del material, donde se acumula hasta producir el daño a nivel microscópico al alcanzar un valor crítico de concentración [2, 3].

Este artículo analiza la influencia de dicho estado tenso-deformacional residual (tras la fatiga) sobre los perfiles de concentración de hidrógeno en el material, utilizando un modelo de difusión de hidrógeno asistida por la tensión *y* la deformación, con el fin de elucidar las consecuencias en cuanto a la FH de alambres de acero de pretensado.

2. MODELIZACIÓN NUMÉRICA

Para alcanzar el objetivo planteado en este estudio el análisis se ha dividido en dos grandes bloques. En el primero se determinan los estados tensodeformacionales producidos por diferentes solicitaciones de fatiga en un alambre fisurado mediante la simulación numérica en un programa comercial (MSC.MARC) que implementa el *método de los elementos finitos* (MEF). Los resultados obtenidos de esta simulación permiten determinar los estados tensodeformacionales en la zona próxima a la punta de la fisura y, a partir de estos resultados, plantear el segundo análisis. En el segundo bloque se obtienen las distribuciones de hidrógeno en el interior del alambre mediante la simulación del proceso de difusión considerando tres casos de estudio: difusión asistida por el estado tensodeformacional, difusión asistida por las tensiones y finalmente difusión convencional. De esta forma la comparación de las distribuciones de concentración de hidrógeno obtenidas en cada uno de estos tres casos permite vislumbrar la contribución de las tensiones y deformaciones plásticas en los procesos de difusión de hidrógeno.

La geometría analizada en este estudio corresponde a un alambre de acero de diámetro exterior d = 11.03 mm con una fisura de borde cuyo perfil es elíptico siendo la profundidad de fisura $a = 0.2d$. En trabajos previos [4] se ha demostrado que las fisuras en este tipo de aceros presentan una forma redondeada en su extremo con un radio de curvatura de 5 µm aproximadamente.

El alambre fisurado se ha modelizado asumiendo que el cilindro tridimensional (3D) de partida se puede reducir a un sólido bidimensional (2D), tal como se muestra en la figura 1, aplicando la hipótesis de deformación plana a una laja central del alambre para incluir el efecto de constricción que ejercen el resto de las secciones longitudinales del alambre sobre la sección central. Debido a la simetría respecto al eje longitudinal de la fisura, el sólido bidimensional se puede reducir simplemente imponiendo una restricción al movimiento en la dirección perpendicular al eje de simetría en los puntos situados sobre dicho eje. Las condiciones de contorno del problema se completan aplicando la carga exterior sobre el borde superior de la laja de tal forma que la carga esté situada lo suficientemente lejos de la punta de la fisura como para asegurar que se cumplan las hipótesis de la Mecánica de Fractura.

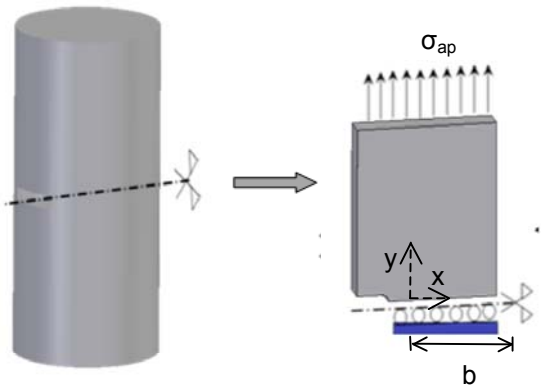


Figura 1. Modelización de la geometría del alambre fisurado y condiciones de contorno utilizadas en la simulación.

La condición de contorno aplicada a la malla consiste en diez ciclos de amplitud de carga constante, figura 2, donde el nivel de carga se obtiene a partir del valor del factor de intensidad de tensiones (FIT) K=30 MPa·m$^{1/2}$. De esta forma, y mediante la expresión (1) se obtienen los valores de la carga máxima aplicada en etse caso.

$$K = Y \cdot \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \tag{1}$$

donde a es la longitud de la fisura e Y es el FIT adimensional. Este último valor, obtenido a partir de expresiones dadas por varios autores, depende de la relación existente entre la longitud de fisura y el diámetro del alambre. El valor tomado en este caso es un promedio de los proporcionados en los estudios de Valiente [5] y Carpinteri [6].

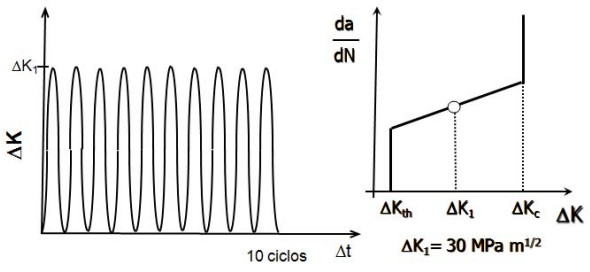


Figura 2. Solicitación y carga máxima considerada.

Para garantizar la validez del cálculo dentro de las hipótesis de plasticidad a pequeña escala hay que asegurar que la zona de dominio de K esté contenida dentro de la geometría analizada en el estudio y, por otra parte, que el tamaño de la zona plástica generada en la punta de la fisura sea lo suficientemente pequeño. De esta forma es conveniente elegir tanto los valores de K

máximo aplicado como el tamaño de la apertura de la fisura, b_0, de tal forma que se cumpla la relación:

$$\delta_t = \left(\frac{1-\upsilon^2}{\lambda}\right)\frac{K^2}{E\sigma_Y} \geq 2b_0 \qquad (2)$$

donde υ es el coeficiente de Poisson, λ una constante que toma el valor de 1.48 en el caso de material sin endurecimiento y δ_t es el valor del CTOD [7].

Debido a las reducidas dimensiones de la fisura respecto a las dimensiones del alambre el mallado de la laja es un proceso laborioso, en el que la malla se refina de forma progresiva desde la zona de aplicación de la carga externa hasta la zona próxima a la punta de la fisura. En la figura 3 se muestra la malla utilizada en los cálculos compuesta por 1232 elementos y 1312 nodos.

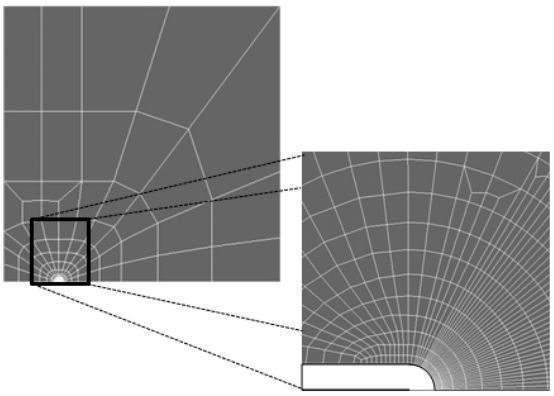


Figura 3. Malla utilizada en la modelización y detalle de la punta de la fisura.

El material empleado corresponde a un acero de alta resistencia cuya curva de comportamiento se muestra en la figura 4, con módulo de Young E = 202 GPa y límite elástico σ_Y = 696 MPa. El modelo de endurecimiento por deformación del material empleado ha sido el isótropo, considerando como superficie de cedencia la dada por el criterio de von Mises.

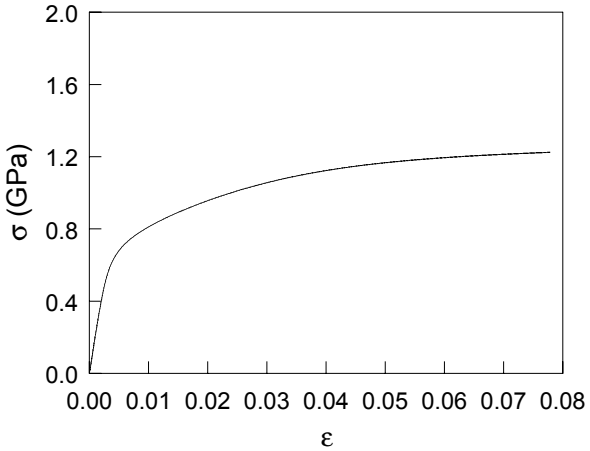


Figura 4. Curva de comportamiento del acero.

El segundo subproblema en el que se divide este estudio consiste en la modelización numérica del proceso de transporte de hidrógeno en el interior del alambre por difusión asistida por el estado tensodeformacional. En este modelo se considera que el flujo de hidrógeno en el interior del material viene gobernado por la ecuación de difusión de Fick modificada (expresión (3)) en la que se incluyen dos términos que añaden el efecto del campo tensional, representado por el gradiente de tensiones hidrostáticas ($\nabla\sigma$), y el efecto de las deformaciones plásticas, incluido de forma indirecta a través de la solubilidad de hidrógeno en el metal que, tal como se muestra en (4), depende de la deformación plástica (ε_P).

$$\mathbf{J} = -D(\varepsilon_p)\left\{\nabla C - C\left[\Omega\nabla\sigma + \frac{\nabla K_{S\varepsilon}(\varepsilon_p)}{K_{S\varepsilon}(\varepsilon_p)}\right]\right\} \qquad (3)$$

$$K_{S\varepsilon}^{(i)}(r) = 1 + 4\varepsilon_P^{(i)}(r) \qquad (4)$$

donde $K_{S\varepsilon}$ es la componente de la solubilidad dependiente de la deformación plástica.

Además es necesario definir otros parámetros que afectan al proceso de difusión, como por ejemplo la temperatura (T = 323 K) y el volumen parcial molar de hidrógeno en el acero v_H = 2 cm^3/mol [2]. Otro factor que influye en la difusión de hidrógeno es la difusividad. Este parámetro es muy sensible a los cambios microestructurales, así como a los cambios producidos por las deformaciones plásticas del material [8, 9, 10]. Existen estudios en los que se estima que la difusividad de hidrógeno en aleaciones BCC a temperaturas inferiores a 500 K está comprendida entre 10^{-13} a 10^{-8} m^2/s [8]. El coeficiente de difusión de hidrógeno se puede tomar de [11] D = 6.6x10^{-11} m^2/s.

La distribución tensodeformacional en las proximidades del extremo de la fisura, dada por la simulación numérica del proceso de carga, presenta variaciones tanto en la dirección axial como en la radial del alambre. Por este motivo resulta necesaria la utilización de la aproximación bidimensional (2D) del modelo de difusión asistida por el estado tensodeformacional [12].

3. TENSIONES Y DEFORMACIONES RESIDUALES

Tal como se ha visto anteriormente el estado tenso-deformacional viene representado en el modelo de difusión a través de la tensión hidrostática (σ) y la deformación plástica equivalente (ε_P). Por este motivo los resultados obtenidos en la simulación numérica presentados en este estudio se centran en estas variables. Las distribuciones de tensiones hidrostáticas y deformaciones plásticas equivalentes mostradas en las figuras 5 y 6 se han tomado en dirección radial del alambre (i.e., en la sección transversal fisurada) representados frente a la coordenada longitudinal (x),

medida desde el extremo de la fisura, y adimensionalizada con la longitud del ligamento de la probeta fisurada (*b*), cf. figura 1.

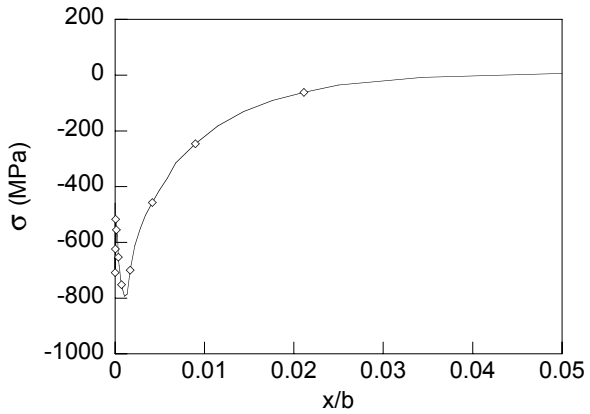


Figura 5. Distribución de tensiones hidrostáticas en las proximidades del extremo de la fisura.

En los tres casos de carga estudiados la distribución de las tensiones hidrostáticas está fuertemente localizada en las proximidades de la punta de la fisura, donde aparecen estados de compresión lo suficientemente elevados como para generar en dicha zona deformaciones plásticas. En dicha distribución se puede observar que el valor mínimo de la distribución estudiada se localiza en un punto de la sección ligeramente desplazado de la punta de la fisura.

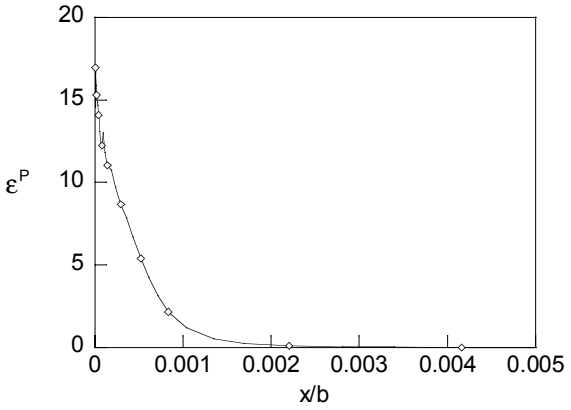


Figura 6. Distribución de deformaciones plásticas en las proximidades del extremo de la fisura.

En la distribución de las deformaciones plásticas equivalentes mostrada en la figura 6 se puede apreciar cómo, de forma análoga a la distribución de tensiones hidrostáticas de la figura 5, las deformaciones plásticas se localizan fundamentalmente en la punta de la fisura. A partir de este punto disminuyen bruscamente con la coordenada adimensionalizada hasta alcanzar un punto en el que se anulan que delimita la zona plástica generada por la carga externa.

Estas distribuciones permiten establecer un análisis cualitativo *a priori* de los procesos de difusión de hidrógeno (con asistencia de tensión y deformación). La distribución de tensiones hidrostáticas de compresión en la superficie resulta beneficiosa, puesto que impide la entrada de hidrógeno proveniente del ambiente agresivo. Este efecto se ve reforzado por el gradiente de tensiones hidrostáticas negativo entre la superficie y el valor de la tensión mínima.

La distribución de las deformaciones plásticas establece un efecto contrario al producido por las tensiones hidrostáticas de compresión. Esto se debe a que los valores de las deformaciones plásticas son muy elevados, lo que produce una mayor capacidad para alojar hidrógeno en esa zona, tal como indica la expresión de la solubilidad dependiente de las deformaciones plásticas (cf. expresión (4)). La existencia de altos valores de deformación plástica en la punta de la fisura implica una mayor capacidad para atraer el hidrógeno. Esto supone que el efecto protector de las tensiones de compresión localizadas en las proximidades de la punta de la fisura podría ser contrarrestado por el efecto de las deformaciones plásticas. Este análisis se corroborará con los resultados de la simulación del proceso de difusión.

4. DISTRIBUCIONES DE CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENO EN EL ALAMBRE

Tal como se ha comentado anteriormente, con los estados tensodeformaciones obtenidos de la simulación mecánica del estudio, se ha realizado la simulación del proceso de difusión asistida por el estado tensodeformacional de acuerdo al modelo expuesto en el apartado 2. A partir de esta simulación es posible conocer las distribuciones de la concentración de hidrógeno en los diferentes puntos del material. Las figuras 7a y 7b ofrecen los perfiles de concentración relativa de hidrógeno en función de la coordenada (*x/b*) para tiempos de difusión largos (200 horas).

Los resultados obtenidos en los tres casos de estudio del proceso de difusión de hidrógeno establecen tres comportamientos claramente diferenciados en las proximidades a la punta de la fisura tal como se puede apreciar en las figuras 7a y 7b.

Según el modelo de difusión convencional no asistida, se alcanza un valor uniforme de concentración. Por el contrario, el caso del modelo de difusión asistido exclusivamente por la tensión predice una concentración relativa de hidrógeno inferior a la unidad en la zona próxima a la punta de la fisura. Esto se debe al efecto protector de las tensiones de compresión en dicha zona (cf. figura 5) que impide la entrada de hidrógeno.

Por el contrario, el modelo de difusión asistida por el estado tensodeformacional produce un aumento sustancial de la concentración de hidrógeno en la zona de las proximidades del extremo de fisura donde, tal

como se mostró en la figura 6, la deformación plástica equivalente es mucho mayor. Este efecto se debe fundamentalmente a la fuerte concentración de las deformaciones plásticas en la punta de la fisura observadas previamente en la figura 6.

De esta forma se establece la necesidad de considerar el efecto de las deformaciones plásticas en los procesos de difusión de hidrógeno en estos aceros fisurados puesto que, tal como se puede apreciar en los resultados de este estudio, el caso de la difusión asistida por el estado tensional subestima en gran medida la cantidad de hidrógeno presente en las proximidades de la punta de la fisura debido a que los estados tensionales residuales generados por la carga son de compresión.

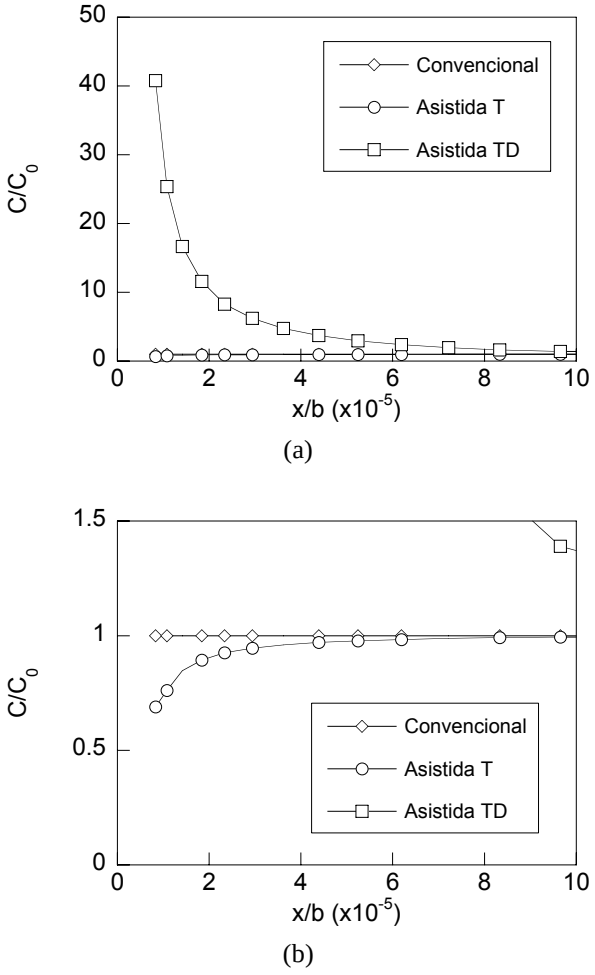


Figura 7. Concentración relativa de hidrógeno cerca de la punta de fisura dada para los tres casos de difusión estudiados: (a) general, (b) ampliación de la zona próxima al extremo de la fisura.

Evidentemente los resultados obtenidos en el modelo de difusión asistida por el estado tensodeformacional son manifiestamente muy elevados, puesto que en la simulación no se ha considerado el proceso de fractura del material una vez alcanzada la concentración crítica de hidrógeno. El proceso de fisuración por hidrógeno se produce cuando la concentración local de hidrógeno en las proximidades de la punta de fisura alcanza la concentración crítica. De esta manera se produce un avance de la fisura a saltos, provocando un crecimiento subcrítico de la fisura.

5. CONCLUSIONES

Los resultados de este estudio revelan que los estados tensodeformacionales residuales producidos por una carga cíclica en las proximidades de la punta de una fisura condicionan los procesos de difusión de hidrógeno que, a su vez, son decisivos en los procesos de fragilización por hidrógeno (FH).

Entre los tres factores que influyen en el proceso de difusión de hidrógeno en un metal, se ha observado en los resultados de este estudio que el factor determinante en el proceso es la *deformación plástica* presente en el material. Se muestra, a partir de la simulación numérica del proceso de difusión asistida por el estado tenso-deformacional, que los valores de concentración de hidrógeno son ostensiblemente mayores a los obtenidos por los casos en los que se ha analizado el proceso de difusión convencional o sólo asistido por las tensiones.

Precisamente en el caso de la difusión asistida por las tensiones resulta especialmente grave el no considerar el papel que juegan las deformaciones plásticas en el proceso de difusión de hidrógeno puesto que, debido a que el estado tensional producido en la punta de una fisura es de compresión, los procesos de difusión no se ven favorecidos, dando lugar a una subestimación de la cantidad de hidrógeno del material. Por el contrario, el modelo de difusión asistida por el estado tenso-deformacional predice valores de la concentración relativa de hidrógeno sensiblemente superiores debido a que no se considera el proceso de fractura dentro de la simulación del fenómeno. Aún así, este último caso reproduce con mayor fidelidad el comportamiento del hidrógeno dentro del material.

Por estos motivos, a la vista de los resultados obtenidos en este estudio, se establece la necesidad de considerar los *estados deformacionales* en los procesos de difusión de hidrógeno en metales con el fin de no subestimar la concentración de hidrógeno presente en el interior del material. También se muestra la utilidad de introducir en el modelo de difusión el criterio de fractura en ambiente agresivo con el fin de reproducir con mayor exactitud el proceso de fisuración subcrítica.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08).

REFERENCIAS

[1] B. Goes, J. Gil-Sevillano y U. D´Haene, Short crack propagation in eutectoid steels wires. *International Journal of Mechanics*, **41**, 1031-1050, 1996.

[2] J. Toribio y M. Elices, Influence of residual stresses on hydrogen embrittlement susceptibility of prestressing steels. *International Journal of Solids and Structures*, **28**, 791-803, 1991.

[3] J. Toribio y V. Kharin, A hydrogen diffusion model for applications in fusion nuclear technology. *Fusion and Engineering Design*, **51-52**, 213-218, 2000.

[4] K.J. Handerhanand y W.M. Garrison Jr., A study of crack tip blunting and the influence of blunting behavior on the fracture toughness of ultra high strength steels. *Acta Metallurgica Materialia*. 1992, **40**, 1337-1355.

[5] A. Valiente, *Criterios de fractura para alambres*. Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Madrid, 112-114, 1980.

[6] A. Carpinteri, Elliptical-arc surface cracks in round bars. *Fatigue Fracture of Engineering Materials*, **15**, 1141-1153, 1992.

[7] D. Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*. Kluwer Academic Publishers, Boston, 1984.

[8] J. P. Hirth, Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. *Metallurgical Transations*, **11A**, 861-890, 1980.

[9] B. A. Kolachev, *Hydrogen Brittleness of Metals*. Metallurgia, Moscow, 1985.

[10] H. L. Lee y S. L. I. Chan, Hydrogen embrittlement of AISI 4130 steel with an alternate ferrite/pearlite banded structure. *Materials Science and Engineering*, **A142**, 193-201, 1991.

[11] R.S. Lillard, D.G. Enos, J.R. Scully, Calcium hydroxide as a promoter of hydrogen absorption in 99.5% Fe and a fully pearlitic 0.8% C steel during electrochemical reduction of water. *Corrosion*, **56**, 1119-1132, 2000.

[12] D. Vergara, M. Lorenzo, V. Kharin, y J. Toribio, Análisis de la direccionalidad de la difusión de hidrógeno en las proximidades de entallas. *Anales de Mecánica de Fractura*, **1**, 453 – 458, 2007.

INFLUENCIA DE LA LONGITUD DE TRANSICIÓN DE LA HILERA DE TREFILADO SOBRE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ACEROS DE PRETENSADO

M. Lorenzo[1], V. Kharin[2], J. Toribio[2]

[1] Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca
E. T. S. de Ingeniería Industrial. Avda. Fernando Ballesteros, 2 37700 Béjar (Salamanca).
Correo-e: mlorenzo@usal.es

[2] Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora

RESUMEN

Los aceros de pretensado son altamente susceptibles a la fragilización por hidrógeno (FH). En este proceso de fractura el estado tensodeformacional residual producido por el proceso de trefilado juega un papel esencial, puesto que condiciona la difusión de hidrógeno hacia determinadas zonas del material. De esta forma las variaciones producidas en este estado tensodeformacional debidas a cambios en las condiciones del proceso de trefilado pueden modificar la vida en servicio de estos componentes estructurales. En este estudio se ha analizado el efecto en la FH de uno de los parámetros del proceso de trefilado, la *longitud de transición*, mediante diversas simulaciones numéricas mediante el método de los elementos finitos (MEF). Los resultados de este estudio permiten establecer un valor característico de dicho parámetro, por encima del cual los efectos de los campos tensodeformacionales producidos por el proceso de trefilado en la FH se ven reducidos, mejorando así el comportamiento en servicio de los alambres de pretensazo.

ABSTRACT

Prestressing steels are highly susceptible to hydrogen embrittlement (HE). Residual stress and strain states, produced by the wire drawing process, play an essential role in this fracture process because stress and strains fields affect the hydrogen diffusion towards specific places of the material. Therefore variations on stress and strain fields, due to changes in wire drawing process conditions, could modify the life in service of these structural components. In this work the effect on HE of a parameter of the wire drawing process, the *bearing length*, is analyzed by means of diverse numerical simulations by the finite element method (FEM). The results of this work allow one to establish a characteristic value of the aforesaid parameter, above which the effects of stress and strains fields produced by wire drawing process in HE are reduced, thus improving the performance of prestressing steel wires in service.

PALABRAS CLAVE: Estado tensodeformacional residual, Longitud de transición, Fragilización por hidrógeno.

1. INTRODUCCIÓN

Los alambres de acero de pretensado, ampliamente utilizados en la ingeniería civil como elementos estructurales, se obtienen mediante un proceso de conformación plástica en frío denominado trefilado. Este proceso consiste en la reducción progresiva de la sección transversal del alambre al pasar por una matriz denominada hilera de trefilado. Durante este proceso se produce una distribución de deformaciones plásticas no homogéneas en las diferentes secciones transversales del material. De esta forma se puede considerar que el alambre conformado al final del proceso presenta un estado tensodeformacional residual producido por el proceso de fabricación [1].

Estos estados tensodeformacionales no son en ninguna medida despreciables [1,2,3], y en caso de aparecer tensiones de tracción en la superficie pueden causar la aparición de procesos de iniciación y propagación de fisuras por fatiga que pueden comprometer la integridad estructural del material durante su vida en servicio [4]. Por este motivo diversos estudios se han centrado en determinar mediante simulaciones por el método de los elementos finitos (MEF) estos estados tensionales producidos durante el proceso de fabricación [2,5,6].

Además de la importancia en la vida en fatiga de los aceros de pretensado, los estados tensodeformacionales residuales pueden jugar un papel fundamental en el principal mecanismo de fractura en ambientes agresivos de estos aceros: la fragilización por hidrógeno (FH) [1,7-11]. La importancia radica en que, de acuerdo a las teorías universalmente aceptadas por la comunidad científica [7], el medio de transporte del hidrógeno en el interior del material depende del estado tenso-deformacional al que está sometido. Así pues las diferencias que pudieran aparecer en cuanto a los

estados tensodeformacionales producidos durante el proceso de trefilado condicionan el comportamiento en fractura de estos componentes estructurales. Entre los factores que influyen en la generación de tensiones residuales durante el proceso de trefilado destaca la geometría de la hilera de trefilado en la zona de contacto entre el alambre y la hilera [3,5,6,12].

De esta forma este estudio se plantea como continuación del trabajo [12] siendo su objetivo obtener los estados tensodeformacionales producidos por tres procesos de trefilado distintos en los que se ha variado uno de los parámetros que definen la geometría de la hilera de trefilado, la *longitud de transición*, y a partir de ellos obtener las distribuciones de hidrógeno en el interior del alambre considerando el modelo de difusión asistida por el estado tensodeformacional que permiten determinar la influencia de la longitud de transición de la hilera de trefilado sobre la FH de los alambres de pretensado.

2. MODELIZACIÓN NUMÉRICA

Para poder determinar la influencia de la longitud de transición en la FH de los aceros de pretensado el estudio se ha dividido en dos subproblemas. El primero corresponde al análisis mecánico del estudio mediante la simulación del proceso de trefilado en un programa comercial (MSC.MARC) que implementa el MEF. Los resultados de esta simulación permiten determinar el estado tensodeformacional al final del proceso de trefilado. A partir de estos resultados se realiza la segunda simulación que corresponde al análisis del proceso de FH mediante la simulación por MEF en un programa *ad hoc* del proceso de difusión asistida por el estado tensodeformacional residual determinado en la simulación anterior. Los resultados de esta simulación permiten obtener la concentración de hidrógeno en cualquier punto del material a lo largo del tiempo.

Para realizar la primera modelización hay que tener en cuenta que durante el trefilado el comportamiento de los dos elementos que intervienen es diferente. Por un lado la hilera de trefilado no debe sufrir deformaciones plásticas en ningún instante del proceso. Por este motivo se suele utilizar materiales cerámicos con módulos de elasticidad y límites elásticos altos (e.g. CW, utilizado en este estudio con E = 600 GPa). Por otro lado, el acero trefilado debe sufrir deformaciones plásticas que permitan obtener, al final del proceso, el alambre con las dimensiones deseadas. Por tanto el estudio planteado consiste en un análisis elastoplástico de un problema de contacto entre dos cuerpos deformables (la hilera de trefilado y el alambre de acero). Debido a la simetría de revolución de ambos cuerpos es posible reducir las geometrías 3D a un problema axisimétrico imponiendo desplazamientos impedidos en el eje de revolución.

Teniendo en cuenta estas consideraciones se ha realizado la simulación del primer paso de un proceso de trefilado de un acero comercial de composición eutectoide. En esta etapa de trefilado, esquematizada en las figuras 1 y 2 se reduce un alambre de acero (cuya ecuación de comportamiento corresponde a un alambrón laminado en caliente con límite elástico de 600 MPa aproximadamente), de diámetro inicial, d_{i-1} = 12 mm, hasta un diámetro final d_i = 10.8 mm. Tal como se expuso anteriormente, para analizar el efecto de la longitud de transición de la hilera de trefilado se han considerado tres procesos de trefilado en los que se han variado únicamente dicha longitud. Los valores de este parámetro se han tomado de las recomendaciones de la norma [13] en la que establece que esta longitud debe ser superior al diámetro del alambre trefilado. De esta forma los casos de estudio corresponden a una longitud de transición inferior al valor recomendado (Caso I: $l_z = d_i/2$), igual a la longitud recomendada (Caso II: $l_z = d_i$) y superior al valor recomendado (Caso III: $l_z = 2\ d_i$).

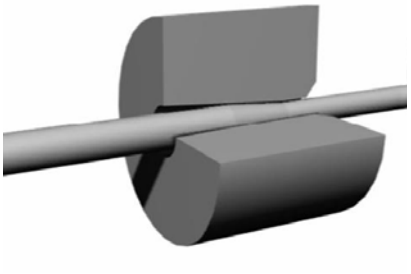


Figura 1. Etapa del proceso de trefilado.

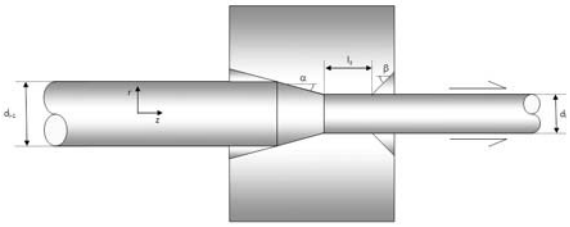


Figura 2. Parámetros que definen la primera etapa del proceso de trefilado.

El segundo subproblema en el que se divide este estudio consiste en la modelización numérica del proceso de difusión de hidrógeno en el interior del alambre, estando dicha difusión asistida por el estado tensodeformacional generado por el proceso de trefilado. En este modelo se considera que el flujo de hidrógeno en el interior del material viene gobernado por la ecuación de difusión de Fick modificada (expresión (1)) en la que se incluyen dos términos que añaden el efecto del campo tensional, representado por el gradiente de tensiones hidrostáticas ($\nabla\sigma$), y el efecto de las deformaciones plásticas, incluido de forma indirecta a través de la solubilidad de hidrógeno en el metal que, tal como se muestra en la expresión (2) basada en estudios previos [7], depende de la deformación plástica (ε_P).

$$\mathbf{J} = -D(\varepsilon_p)\left\{\nabla C - C\left[\Omega\nabla\sigma + \frac{\nabla K_{S\varepsilon}(\varepsilon_p)}{K_{S\varepsilon}(\varepsilon_p)}\right]\right\} \quad (1)$$

$$K_{S\varepsilon}^{(i)}(r) = 1 + 4\varepsilon_P^{(i)}(r) \quad (2)$$

donde $K_{S\varepsilon}$ es la componente de la solubilidad dependiente de la deformación plástica.

La simulación del proceso de difusión de hidrógeno requiere definir otros parámetros que afectan al mismo, por ejemplo la temperatura (T = 323 K) y el volumen parcial molar de hidrógeno en el acero v_H = 2 cm^3/mol [8]. Otro factor que influye es la difusividad, parámetro muy sensible a los cambios microestructurales, así como a las modificaciones producidas por las deformación plástica en el material [8,9,10]. Existen estudios en los que se estima que la difusividad de hidrógeno en aleaciones BCC a tempera-turas inferiores a 500 K está comprendida entre 10^{-13} y 10^{-8} m^2/s [9].

A partir de lo expuesto anteriormente se ha adoptado una estimación analítica sencilla de la difusividad de hidrógeno en estos aceros. De esta forma el valor del coeficiente de difusión de hidrógeno medio se puede estimar a partir de una interpolación lineal (expresión (3)) entre los coeficientes de difusión de acero inicial (paso 0, antes del primer paso de trefilado) y el coeficiente de difusión del producto final trefilado (paso 6, último paso del trefilado).

$$< D >^{(i)} = < D >^{(0)} + < \varepsilon_P >^{(i)} \frac{< D >^{(6)} - < D >^{(0)}}{< \varepsilon_P >^{(6)}} \quad (3)$$

donde (i) representa el grado de trefilado (número de pasos, i = 0,…,6), <D> es el coeficiente de difusión promedio para los diferentes aceros y <ε_p> la deformación plástica acumulada promedio después del paso de trefilado sufrido indicado en el superíndice, i.e.

$$< \varepsilon_P >^{(i)} = \ln\left[\frac{\phi^{(0)}}{\phi^{(i)}}\right]^2 \quad (4)$$

en la cual $\phi^{(0)}$ es el diámetro inicial del alambre antes del trefilado y $\phi^{(i)}$ es el diámetro del alambre después del paso de trefilado (i). En el caso particular del primer paso de trefilado del acero en estudio, la deformación plástica equivalente media es de 0.21. Los valores medios del coeficiente de difusión de hidrógeno en el alambre se pueden tomar a partir de los resultados del estudio de Lilliard *et al.* [10] para el acero inicial $< D >^{(0)} = 6.6 \cdot 10^{-11} m^2 / s$ y del estudio de Toribio y Elices [7] para el acero final fuertemente trefilado $< D >^{(6)} = 4.99 \cdot 10^{-12} m^2 / s$.

Al final del proceso la distribución de tensiones hidrostáticas es similar en todas las secciones del alambre (al igual que sucedía en el caso de las deformaciones plásticas equivalentes). Por este motivo se ha considerado que la aproximación unidimensional (1D) del modelo de difusión asistida por el estado tensodeformacional es la más adecuada, puesto que parece apropiado considerar que el flujo se producirá exclusivamente en dirección radial y no en la dirección axial o eje del alambre [14].

3. ESTADO TENSODEFORMACIONAL TRAS EL TREFILADO

Tal como se ha visto anteriormente (cf. ecuación 1) el estado tensodeformacional viene representado en el modelo de difusión a través de la tensión hidrostática (σ) y la deformación plástica equivalente (ε_P). Por este motivo los resultados numéricos se centran en estas variables. En las figuras 3 y 4 se dan las distribuciones de tensión hidrostática y deformación plástica equivalente en una sección intermedia del alambre para los tres casos analizados frente a la coordenada radial (r) adimensionalizada con el radio exterior del alambre (a).

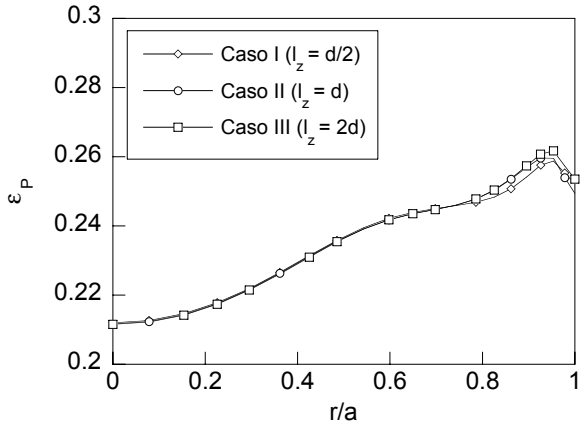


Figura 3. Distribución de deformaciones plásticas a lo largo de la sección transversal del alambre trefilado con diferentes longitudes de transición.

Los resultados obtenidos han permitido comprobar que las distribuciones de las deformaciones plásticas son semejantes en los tres casos estudiados. En la figura 3 se puede observar como los valores máximos de la distribución se localizan en una zona próxima a la superficie del alambre (r/a > 0.8). No obstante a pesar de esta semejanza manifiesta se pueden observar ciertas diferencias entre los tres casos estudiados, localizadas fundamentalmente en la zona de máximas deformaciones plásticas (r/a = 0.9). En esta zona se puede apreciar que los casos analizados en los que la longitud de transición supera el valor recomendado por la norma (casos II y III) las distribuciones de las deformaciones plásticas son prácticamente idénticas. Por el contrario la distribución obtenida en el proceso de trefilado con una longitud de transición inferior a dicho valor presenta deformaciones plásticas ligeramente superiores situadas más cerca de la superficie del alambre.

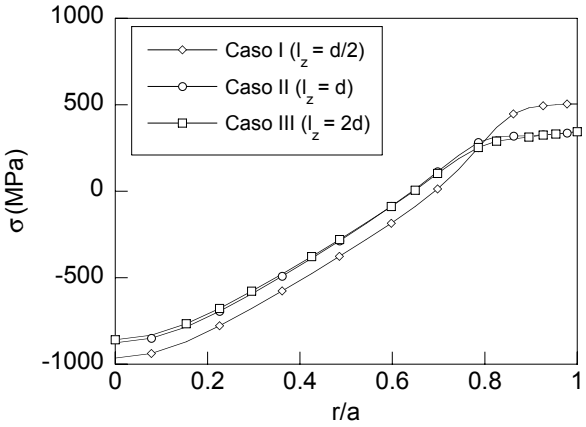


Figura 4. Distribución de tensiones hidrostáticas a lo largo de la sección transversal del alambre trefilado con diferentes longitudes de transición.

Las distribuciones de las tensiones hidrostáticas (figura 4) obtenidas en la simulación del proceso de trefilado muestran el mismo comportamiento observado en las distribuciones de deformaciones plásticas de la figura 3. En los casos simulados con hileras con una longitud de transición superior al valor recomendado las distribuciones son prácticamente idénticas, diferenciándose claramente, a lo largo de toda la sección del alambre, de la distribución obtenida en el caso del trefilado cuya hilera presentaba una longitud de transición inferior al valor recomendado.

En los tres casos los perfiles presentan estados de tracción en la superficie del alambre y estados de compresión en el interior, lo que supone un grave riesgo para la vida en servicio de estos alambres puesto que se favorece la iniciación y propagación de fisuras [4]. Este efecto es más intenso en el caso I (longitud de transición inferior al valor recomendado en la norma).

Las principales diferencias entre los perfiles se localizan cerca de la superficie donde la zona de altas tensiones hidrostáticas es menos profunda en el caso I (r/a = 0.85) alcanzando valores de tensión más altos (33%) que los obtenidos en los casos II y III. De forma semejante en el interior también se produce un aumento del 10% de las tensiones en el caso I respecto a los valores obtenidos en los casos II y III.

A la vista de estos resultados obtenidos se podría pensar *a priori* que el alambre trefilado en una hilera con longitud de transición inferior a la recomendada presenta un comportamiento frente a la FH peor que el de los casos en los que el alambre se trefilo en hileras con longitudes superiores a dicho valor. Esto se debe a que la entrada y acumulación de hidrógeno se ve favorecida en el caso I por tener valores de tensión hidrostática y deformaciones plásticas mayores, estando además dichos valores localizados en la zona más próxima a la superficie del alambre.

4. DISTRIBUCIONES DE HIDRÓGENO EN EL ALAMBRE TREFILADO

Tal como se ha comentado anteriormente, a partir de los estados tensodeformaciones obtenidos de la simulación mecánica del estudio se ha realizado la simulación del proceso de difusión asistida por el estado tenso-deformacional de acuerdo al modelo expuesto en el apartado 2. Los resultados de esta simulación permiten conocer las distribuciones de la concentración de hidrógeno en los diferentes puntos del material.

En las figuras 5 y 6 se muestran los perfiles de concentración de hidrógeno a lo largo del radio adimensional del alambre (r/a) en dos instantes del proceso de difusión: tiempos relativamente cortos (2.75 horas) y tiempos largos (200 horas) respectivamente.

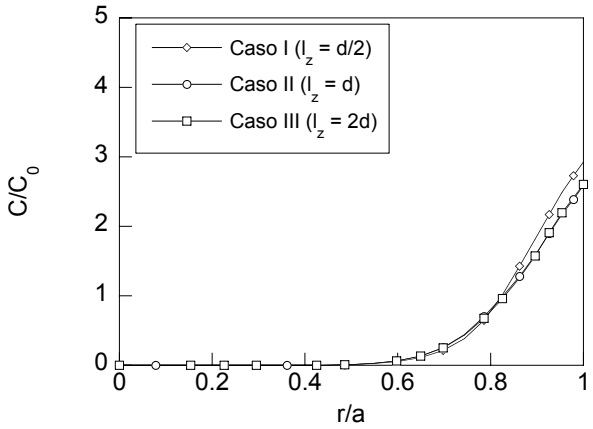


Figura 5. Distribución de la concentración de hidrógeno en función de la coordenada radial adimensional (r/a) tras 2.75 horas.

En la figura 5 (tiempos de difusión cortos) se observa como el proceso de difusión de hidrógeno se produce desde la superficie hacia el interior del alambre. Tal como se puede apreciar en dicha figura la hidrogenación del alambre no es completa, puesto que el hidrógeno sólo ha podido penetrar hasta aproximadamente la mitad del radio del alambre. No obstante, se puede apreciar como el estado tensodeformacional condiciona el flujo y la acumulación de hidrógeno en el material. Tal como muestra la figura 5 la acumulación de hidrógeno es mayor en el alambre trefilado con una longitud de transición inferior al valor recomendado (caso I) especialmente en la zona próxima a la superficie del alambre ($0.8 < r/a < 1$) donde las diferencias entre los estados tensodeformacionales entre los casos estudiados son mayores (cf. figuras 3 y 4).

Las distribuciones de hidrógeno obtenidas con tiempos de exposición largos (figura 6; una vez que se ha logrado la hidrogenación completa del alambre) muestran un comportamiento similar al comentado anteriormente. Las diferencias entre los casos estudiados se localizan a lo largo de toda la sección del

alambre aunque son especialmente destacadas en la zona próxima a la superficie del mismo ($0.8 < r/a < 1$).

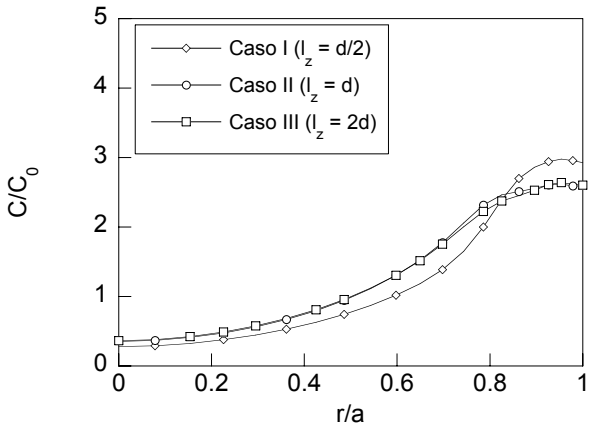


Figura 6. Distribución de la concentración de hidrógeno en función de la coordenada radial adimensional (r/a) tras 200 horas.

La acumulación de hidrógeno en el alambre es mayor en el alambre trefilado con longitud de transición inferior al valor recomendado. Sin embargo a profundidades mayores estas diferencias desaparecen. Cabe destacar que en los tres perfiles se aprecia un ligero máximo de concentración localizado en un punto muy próximo a la superficie (r/a = 0.9), aproximadamente en la misma coordenada en la que aparece un máximo en las distribuciones de deformaciones plásticas (cf. figura 3). Estos resultados se ajustan a lo observado experimentalmente puesto que, como es bien sabido, los procesos de FH se inician en la piel del alambre, i.e., la profundidad x_c donde aparecen los procesos de nucleación de la fisura en estos aceros [7] se podría estimar como 450 μm, i.e., $r = a - x_c \approx 0.9a$.

Finalmente, para completar el análisis del proceso de difusión, se representa en las figuras 7 (a-b) la evolución en el tiempo de dos puntos de una sección del alambre situados en dos zonas representativas del perfil de concentraciones. De esta forma en la figura 7a se muestra la evolución de un punto situado en la zona próxima a la superficie donde se han observado grandes diferencias (r/a = 0.9) y en la figura 7b la evolución de un punto situado en la zona donde las diferencias no son tan apreciables (r/a = 0.48).

En la figura 7a se puede apreciar como los nodos situados muy próximos a la superficie alcanzan el estado de saturación de forma rápida (20 horas), siendo las diferencias entre los diferentes perfiles obtenidos en los casos II y caso III apreciables respecto al obtenido en el caso I casi desde el principio del proceso de difusión. Estas diferencias también se manifiestan en la pendiente de la curva, que puede dar una idea de la velocidad a la que se produce la difusión, siendo ligeramente diferente en el caso I. De esta forma se puede considerar que este caso presenta una menor oposición al proceso de difusión y acumulación de hidrógeno en el interior del alambre.

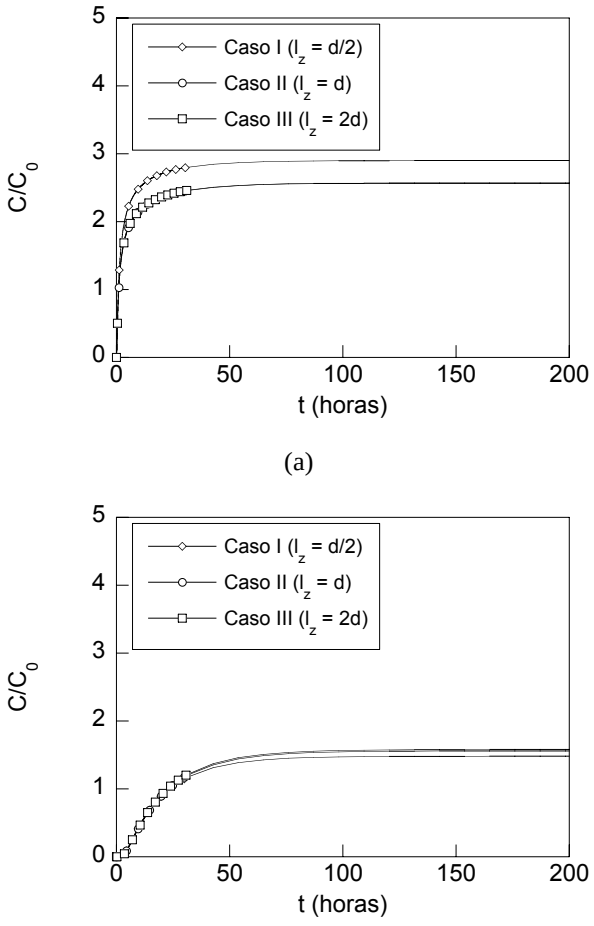


Figura. 7. Distribución de las concentraciones relativas de hidrógeno en puntos situados en r/a =0.9 (a) y r/a = 0.48 (b) para los tres casos estudiados.

Por el contrario en los puntos internos (r/a = 0.48) las diferencias entre los perfiles de concentraciones son menores y sólo apreciables una vez alcanzado el valor de la concentración de equilibrio, tal como se puede apreciar claramente en la figura 7b.

5. CONCLUSIONES

Tal como se ha observado en los resultados de este estudio, la longitud de transición de la hilera de trefilado es un parámetro que influye en el proceso de generación de tensiones residuales durante el propio proceso de trefilado. La importancia de este parámetro radica en que si el proceso se realiza con hileras con longitudes de transición superiores a un valor característico (el valor correspondiente al diámetro del alambre trefilado) se producen variaciones en las distribuciones tenso-deformacionales residuales del alambre que condicionan

los procesos de difusión y acumulación de hidrógeno en el mismo. De esta forma estos alambres son más propensos sufrir los procesos de FH.

Los resultados de la simulación numérica han permitido establecer que el valor de la longitud de transición recomendada por la norma es un valor característico por encima del cual la influencia en la generación de tensiones residuales es despreciable. Esto puede ser debido a que cuando la longitud de transición es inferior a este valor el proceso de adaptación del alambre a las nuevas dimensiones es más brusco. En este caso la distancia entre la zona de reducción de la hilera y la zona de salida del alambre es lo suficientemente pequeña para que el alto estado tensodeformacional producido en la zona de reducción afecte en mayor medida al estado tensional a la salida de la hilera.

Estas diferencias observadas en los estados tenso-deformacionales residuales producidos por el trefilado tienen su reflejo en las distribuciones de concentración de hidrógeno. De esta forma la acumulación de hidrógeno se produce de forma más intensa en el alambre trefilado con longitudes de transición inferiores a la característica tanto a tiempos de difusión cortos como largos. Se puede concluir así que las condiciones óptimas para realizar el proceso de trefilado en alambres se asocian a longitudes de transición superiores al valor característico ,recomendado por la norma, puesto que generan estados tensodeformacionales más homogéneos y por tanto los efectos de la difusión y acumulación de hidrógeno en el interior del alambre se ven menos acusados lo que supone una menor susceptibilidad de estos elementos estructurales a este tipo de fallo por FH.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08).

REFERENCIAS

[1] M. Elices, Influence of residual stresses in the performance of cold drawn pearlitic wires. *J. Mater. Sci.* **39**, 3889-3899, 2004.

[2] J. M. Campos, y M. Elices, Influencia de las tensiones residuales en la fragilización por hidrógeno de alambres trefilados. *Anal. Mec. Fract.* **3**, 251-256, 1986.

[3] M. Lorenzo, D. Vergara, V. Kharin y J. Toribio, Influencia del estado tensodeformacional residual en la fragilización por hidrógeno de alambres trefilados. *Anal. Mec. Fract.* **24**, 123-129, 2007.

[4] K. Katagiri, T. Sato, K. Kasaba, S. Sasaki y H. Tashiro, Effects of post-drawing treatments on the fatigue strength of eutectoid steel wires. *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct*. **22**, 753-760, 1999.

[5] H. Överstam, The influence of bearing geometry on the residual stress state in cold drawn wire by the FEM. *Mater. Proc. Tech*. **171**, 446-450, 2004.

[6] J. M. Atienza, *Tensiones residuales en alambres de acero trefilados*. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Madrid, España, 2001.

[7] J. Toribio y M. Elices, Influence of residual stresses on hydrogen embrittlement susceptibility of prestressing steels. *Int. J. Solids and Struct.* **28**, 791-803, 1999.

[8] J. P. Hirth, Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. *Metall. Trans.* **11A**, 861-890, 1980.

[9] B. A. Kolachev, *Hydrogen Brittleness of Metals*. Metallurgia, Moscow, 1985.

[10] R.S. Lillard, D.G. Enos y J.R. Scully, Calcium hydroxide as a promoter of hydrogen absorption in 99.5% Fe and a fully pearlitic 0.8% C steel during electrochemical reduction of water. *Corrosion* **56**, 1119-1132, 2000.

[11] F. Bergsma, J.W. Boon, C.F y Etienne, Détermination de la sensibilité des aciers précontrains à la fragilisation par l'hydrogène. *Revue de Métallurgie* **75**, 153-164. 1978.

[12] M. Lorenzo, V. Kharin, y J. Toribio, Influencia del ángulo de entrada de la hilera de trefilado en la fragilizacion por hidrógeno de aceros de pretensado. *Anal. Mec. Fract.* **25**, 325-330, 2007.

[13] ASM Handbook Volume 1, “Properties and selections- steels”, 2007.

[14] D. Vergara, M. Lorenzo, V. Kharin, y J. Toribio, Análisis de la direccionalidad de la difusión de hidrógeno en las proximidades de entallas. *Anal. Mec. Fract.* **24**, 453-458, 2007.

ANÁLISIS DEL EFECTO BAUSCHINGER EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA

M. Lorenzo[1], B. González[2], J.C. Matos[3], L. Aguado[2], V. Kharin[2], J. Toribio[2]

[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. Zamora, Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora.

[3] Departamento de Informática y Automática. Universidad de Salamanca
E.P.S. Zamora, Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora.

RESUMEN

Los aceros de pretensado habitualmente trabajan bajo solicitaciones cíclicas durante su vida en servicio. Por este motivo resulta interesante analizar diversas características del comportamiento mecánico de estos aceros bajo cargas de fatiga, tales como el denominado *efecto Bauschinger* o el *modelo de endurecimiento por deformación* que más se ajusta al comportamiento del material dentro del régimen plástico. En este estudio se han sometido varias probetas de un acero perlítico a solicitaciones de fatiga formadas por un ciclo de tracción-compresión, de tal forma que la carga aplicada supere el límite elástico del acero (en tracción y compresión). A partir de los resultados experimentales ha sido posible determinar que el acero perlítico presenta el denominado *efecto Bauschinger*, observando además que su tipo de endurecimiento por deformación es principalmente *cinemático*.

ABSTRACT

Prestressing steels usually work under cyclic loading during their service life, so that it is interesting to analyse diverse characteristics of the mechanical behaviour of these steels under this type of loading such us the so-called *Bauschinger effect* or the *hardening rule* fitting better the real behaviour of material in the plastic regime. In this study, different samples of a pearlitic steel were subjected to fatigue testing in the form of a tension-compresion cycle, so that the applied load exceeded the tensile yield stress (in both tension and compression) of the studied steel. From the experimental results it was possible to determine that the analysed steel presents the so-called *Bauschinger effect* and the hardening rule is mainly *kinematic*.

PALABRAS CLAVE: Efecto Bauschinger, Acero perlítico, Trefilado.

1. INTRODUCCIÓN

La respuesta de un material a una acción mecánica no sólo depende del estado actual de tensión que soporta, sino también de la historia de deformaciones plásticas que ha sufrido [1]. El fenómeno fue descubierto por Bauschinger en 1881 al observar que, en determinados metales sometidos a cargas de compresión precedidas de una deformación plástica aplicada mediante una carga de tracción superior al límite elástico del material, el régimen plástico se iniciaba a tensiones inferiores a las obtenidas durante la aplicación de la tracción, i.e. la predeformación plástica producía una reducción del límite elástico en compresión [2]. Desde entonces a dicho fenómeno se le denomina *efecto Bauschinger*.

La pérdida de resistencia debida al efecto Bauschinger es una cuestión de importancia capital en múltiples campos. En investigación científica ha permitido establecer nuevas teorías sobre el comportamiento mecánico de materiales en régimen plástico [1,3]. En innovación tecnológica ha contribuido al desarrollo de procesos de conformación por deformación plástica en frío, permitiendo conocer con mayor profundidad la respuesta mecánica del material, lo que permite mejorar los procesos, evitando que el material pueda sufrir daño en forma de iniciación de fisuras durante ellos y a su vez establecer con mayor precisión las propiedades mecánicas del producto final [2].

Por estos motivos la comunidad científica ha dedicado múltiples esfuerzos a esclarecer las causas de este efecto. Para explicar este fenómeno se han propuesto diversas teorías bajo distintos enfoques, tanto a nivel macroscópico como microscópico [1, 4-6]. El origen físico del efecto Bauschinger se atribuye a la acción de

tensiones internas de largo alcance (apilamientos en los bordes de grano o los denominados lazos de Orowan alrededor de precipitados), o por otro lado, a la acción de corto alcance de oposición al movimiento de dislocaciones producida durante los procesos de deformación plástica en carga reversa [6].

Estudios diferentes se han dedicado a caracterizar de forma cuantitativa el efecto Bauschinger [7-10]. Para ello se han utilizado diferentes tipos de ensayos, aunque el más habitual es el denominado ensayo Bauschinger. Este ensayo consiste en aplicar a una probeta del material una historia de carga formada por un ciclo de tracción, hasta un determinado valor de carga máximo de forma que supere el límite elástico del acero, seguido de un ciclo de carga en compresión hasta el mismo nivel de carga alcanzado en tracción.

A partir de la curva del ensayo es posible obtener una serie de parámetros denominados indicadores del efecto Bauschinger, que permiten cuantificarlo en el material ensayado. La información obtenida no se limita sólo a determinar si el material presenta o no el efecto Bauschinger, sino que también indica el modelo de endurecimiento por deformación del acero.

El modelo de Kuhlmann-Willsdorf [2] permite, a través de las denominadas *tensión interna* y *tensión efectiva*, definir una relación entre el origen a nivel microstructural del efecto Bauschinger y los modelos matemáticos, propios la Teoría de la Plasticidad, necesarios para analizar el proceso de endurecimiento por deformación de metales. Por una parte la *tensión interna*, asociada a interacciones de largo alcance con las dislocaciones móviles, se relaciona con el *modelo de endurecimiento isótropo* en el que se considera que el lugar de cedencia crece de forma homotética sin cambiar de forma. Por otra parte la *tensión efectiva*, necesaria para desplazar las dislocaciones de forma local, se relaciona con el *modelo de endurecimiento cinemático*, en donde el lugar de cedencia del material se desplaza en el espacio de las tensiones principales.

El análisis de este efecto resulta particularmente interesante en los aceros perlíticos de alta resistencia, utilizados ampliamente en la ingeniería civil como aceros de pretensado. Estos aceros se obtienen mediante un proceso de conformación en frío denominado trefilado. Éste consiste en reducir de forma progresiva la sección del alambre al hacerlo pasar por unas matrices denominadas hileras de trefilado. El material sufre durante grandes deformaciones plásticas, por lo que la información sobre el comportamiento plástico durante el proceso de conformado puede ser útil a la hora de interpretar la respuesta mecánica de estos aceros de alta resistencia.

De esta forma, el propósito de este estudio consiste en caracterizar el efecto Bauschinger exhibido por aceros de alta resistencia bajo ensayos de carga uniaxial de tracción-compresión realizados a temperatura ambiente. Para ello se han elegido los indicadores más adecuados del fenómeno encontrados en la literatura y se han obtenido a partir datos experimentales, incluyendo la determinación del tipo de endurecimiento por deformación. Los ensayos se han realizado en el producto inicial del proceso de trefilado y en un paso intermedio del mismo.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

2.1. Material y ensayos mecánicos

Para analizar el efecto Bauschinger de los aceros de alta resistencia utilizados en ingeniería civil, se han realizado diversos ensayos Bauschinger a dos tipos de acero: el correspondiente al material inicial previo al proceso de trefilado (denominado en este trabajo E0, no trefilado en absoluto) y al correspondiente a un paso intermedio del proceso de trefilado (denominado E3, y que ha sufrido tres pasos de trefilado). Estos ensayos consisten en someter al material a un esfuerzo de tracción seguido de un esfuerzo de compresión hasta el mismo nivel de carga alcanzado en tracción.

Debido a las elevadas cargas aplicadas y a las reducidas dimensiones de los alambres aparece la posibilidad de que se produzca la inestabilidad geométrica de la probeta en forma de pandeo, durante la aplicación de carga en el ciclo de compresión. Para minimizar este riesgo se decidió realizar los ensayos con un alambre correspondiente a un paso en el que, de acuerdo a estudios previos [11], presentase cambios a nivel microestructural producidos por el proceso de trefilado provocando un comportamiento anisótropo del alambre a nivel macroscópico (acero E3), y no tuviese un diámetro excesivamente pequeño.

Los aceros presentaban una composición perlítica eutectoide. En la figura 1 se muestran las curvas de comportamiento de los dos aceros estudiados, donde se puede apreciar el endurecimiento por deformación sufrido por el acero durante el proceso de trefilado lo que produce un considerable aumento de su límite elástico.

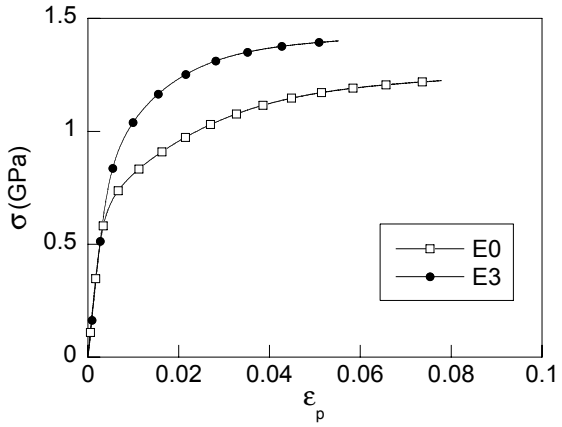


Figura 1. Curva de comportamiento de los aceros analizados.

2.2. Indicadores del efecto Bauschinger

Diversos estudios [1, 2, 8, 9] han establecido métodos diferentes para determinar el efecto Bauschinger de un metal a partir de los datos obtenidos en un ensayo Bauschinger de tracción-compresión. Estos indicadores pueden estar expresados en términos de tensiones (β_σ), en términos de deformaciones (β_ε) o en términos de energías por unidad de volumen (β_W). En la figura 2, que muestra un esquema de un ciclo de histéresis obtenido de un ensayo Bauschinger, se ha representado la rama plástica de compresión en el dominio de tracción con el fin de simplificar la definición de los parámetros. En las expresiones (1), (2) y (3) se muestran las ecuaciones que definen los indicadores de tensiones, deformaciones y energías respectivamente.

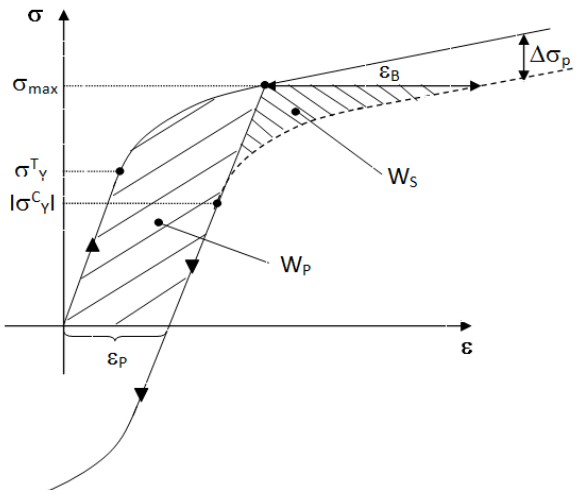


Figura 2. Definición de los parámetros utilizados para caracterizar el efecto Bauschinger a partir de los resultados de un ensayo de tracción-compresión simple.

$$\beta_\sigma = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_Y^C}{\sigma_{\max}} \qquad (1)$$

$$\beta_\varepsilon = \frac{\varepsilon_B}{\varepsilon_p} \qquad (2)$$

$$\beta_W = \frac{W_S}{W_p} \qquad (3)$$

Se considera que un material no presenta el efecto Bauschinger cuando el valor de estos parámetros es nulo. Los valores límite de los mismos permiten establecer de forma cuantitativa el grado en el que se presenta el efecto Bauschinger en los aceros. De esta forma el valor máximo del indiciador de Bauschinger en tensiones es 2, mientras que en el caso de los indicadores de Bauschinger expresados en energías o en deformaciones el valor máximo es infinito.

En este trabajo, debido a las imposiciones de la seguridad del ensayo Bauschinger, no ha sido posible llegar de forma exacta en el ciclo de compresión hasta el mismo nivel de tensión alcanzado en el ciclo de tracción. Por este motivo, los parámetros expresados en deformaciones y energías no se pueden obtener con gran exactitud en los ensayos realizados. Por tanto, se ha decidido centrar únicamente el análisis en la evolución del indicador Bauschinger expresado en tensiones.

2.3. Tensiones efectivas e internas

El estudio desarrollado por Kuhlmann-Wilsdorf [2] permite establecer, a partir de las denominadas tensión efectiva (σ_{ef}) y tensión interna (σ_{int}), el modelo de endurecimiento por deformación que más se ajusta al comportamiento real del material, a partir del ciclo de histéresis de tracción-compresión obtenido del ensayo Bauschinger. En la figura 3 se muestra un esquema donde se definen estos parámetros; el salto tensional entre la tensión máxima aplicada en el ensayo y el límite elástico en compresión, relacionado con el diámetro de la superficie de cedencia, y la semirresta de estos valores que representa el punto medio de este salto o, lo que es lo mismo, el centro de la superficie de cedencia.

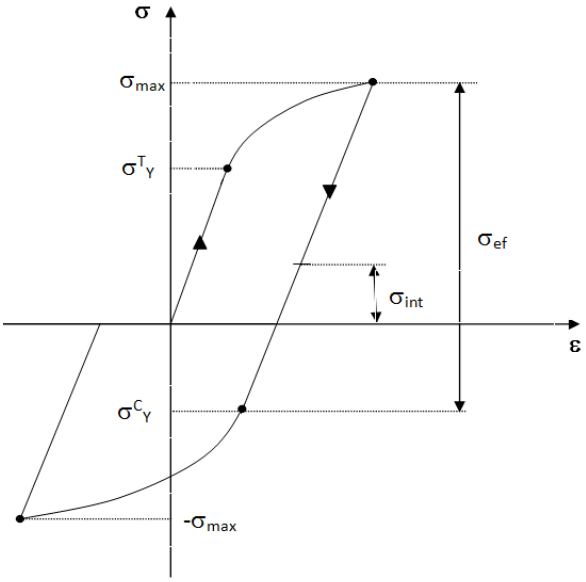


Figura 3. Definición de la tensión interna y de la tensión efectiva.

$$\sigma_{ef} = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_Y^C}{2} \qquad (4)$$

$$\sigma_{\text{int}} = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_Y^C}{2} \qquad (5)$$

Las variaciones de estos parámetros para diferentes valores de predeformación plástica permiten determinar si la superficie de cedencia del material se desplaza en

el espacio de las tensiones principales (en cuyo caso se habla de modelo de endurecimiento por deformación cinemático), o por el contrario se hincha de forma homotética (definido como modelo de endurecimiento por deformación isótropo).

2.4. Modelos teóricos para cuantificar el efecto Bauschinger: el modelo de Masing

El modelo de Masing es un modelo teórico que permite explicar desde el punto de vista macroscópico el efecto Bauschinger [1]. A partir de este modelo los materiales que exhiben efecto Bauschinger se pueden clasificar en dos modalidades: materiales tipo Masing y tipo no-Masing, dependiendo de si la deformación Bauschinger es linealmente proporcional y aumenta bruscamente con la predeformación plástica aplicada en el propio ensayo Bauschinger [12].

La relación entre el efecto Bauschinger del material y la microstructura del mismo se plantea de forma indirecta a través de la variación del trabajo plástico durante el ensayo Bauschinger. Para los materiales Masing la expresión de esta energía por unidad de volumen viene determinada por la expresión:

$$\Delta W_p = \left(\frac{1-n'}{1+n'}\right)\Delta\sigma\varepsilon_p \qquad (6)$$

donde $\Delta\sigma$ es el doble de la tensión máxima aplicada y *n'* es el exponente de endurecimiento cíclico del modelo propuesto en el trabajo citado anteriormente [12], en el que se relaciona la tensión máxima aplicada en el ensayo Bauschinger con dos constantes características de la microestructura del material, tal como muestra la siguiente expresión:

$$\sigma_{\max} = K'(\varepsilon_P)^{n'} \qquad (7)$$

donde *K'* es el coeficiente de endurecimiento cíclico.

La información obtenida a partir de los ensayos Bauschinger también permiten determinar si el material presenta o no ablandamiento. De acuerdo con los estudios de Kishi y Tanabe [1, 13], se puede relacionar a través de una ecuación potencial la tensión efectiva con la predeformación aplicada de la forma mostrada en la expresión:

$$2\sigma_{\text{int}} = \sigma_{\max} - \left|\sigma_Y^C\right| = A(\varepsilon_P)^m \qquad (8)$$

donde los valores *A* y *m* están relacionados con la microestructura del material. De esta forma un material presenta ablandamiento si la variación de este parámetro es creciente con la predeformación plástica.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Las probetas utilizadas en los ensayos presentan una geometría cilíndrica en la que se ha mecanizado una reducción de sección en el tercio central de la probeta para alojar el extensómetro durante el ensayo.

Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento imponiendo límites en carga. Cada ensayo ha consistido en aplicar una carga cíclica lineal, variable entre un valor máximo de carga en tracción y el mismo valor de carga en compresión, a una velocidad de desplazamiento constante de 2 mm/min. Las deformaciones sufridas por el alambre se han medido con un extensómetro MTS, de base de medida 20 mm para las probetas del acero E0 y de 10 mm para las probetas del acero E3.

Los límites superior e inferior de la carga aplicada en cada ensayo se han determinado a partir de la curva de comportamiento de los aceros analizados (cf. figura 1), obtenida del ensayo de tracción simple, en la que se han eliminado las deformaciones elásticas correspondientes a diferentes niveles de deformación plástica. Estos niveles de deformación plástica corresponden de forma aproximada a la predeformación plástica sufrida durante la carga cíclica del ensayo Bauschinger.

En las figuras 4 y 5 se muestran los ciclos de histéresis obtenidos de los ensayos Bauschinger realizados en los aceros E0 y E3 respectivamente, comparados con la curva de comportamiento de cada acero obtenida del ensayo de tracción simple. En total, en este estudio se han realizado siete ensayos Bauschinger para el acero E0 (identificados en la figura 4 como E0_*i*, siendo *i* el número del ensayo en orden creciente de la pre-deformación plástica) y cinco ensayos Bauschinger para el acero E3 (identificados en la figura 5 como E3_*i* de forma análoga al acero E0).

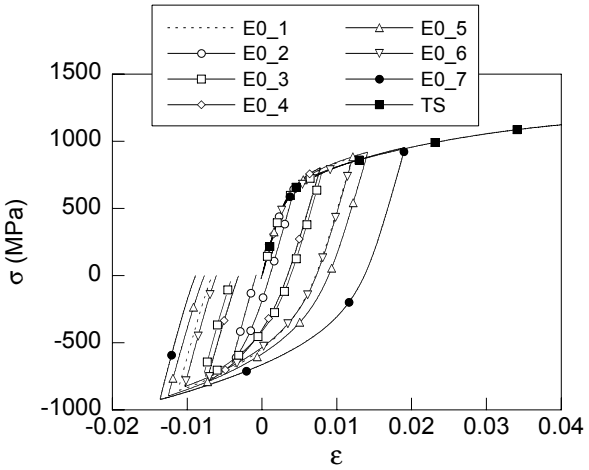


Figura 4. Comparación de los ciclos de histéresis tensión-deformación, obtenidos en los ensayos Bauschinger, con la curva tensión-deformación de un ensayo de tracción simple para el acero E0.

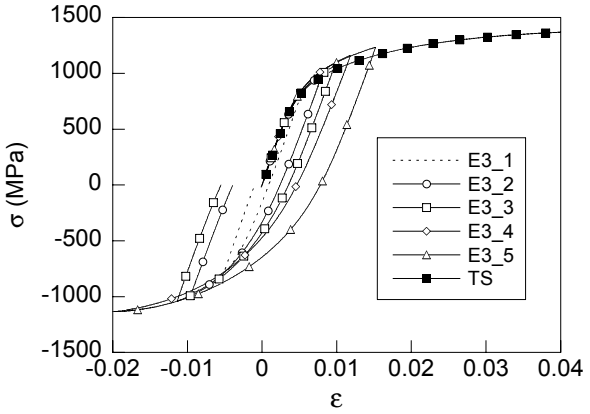


Figura 5. Comparación de los ciclos de histéresis tensión-deformación, obtenidos en los ensayos Bauschinger, con la curva tensión-deformación de un ensayo de tracción simple para el acero E3.

4. DISCUSIÓN

Tal como se ha establecido anteriormente, la realización de estos ensayos a distintos niveles de predeformación plástica permite determinar el efecto Bauschinger de un material, a través de la evolución de los indicadores de Bauschinger con la predeformación plástica aplicada. En este caso el análisis se ha centrado en la evolución de uno de los indicadores (parámetro de Bauschinger expresado en tensiones), debido a las condiciones en las que se ha realizado el ensayo (límite en carga). En la figura 6 se muestra la evolución de dicho parámetro con la predeformación plástica aplicada en los ensayos de los aceros E0 y E3.

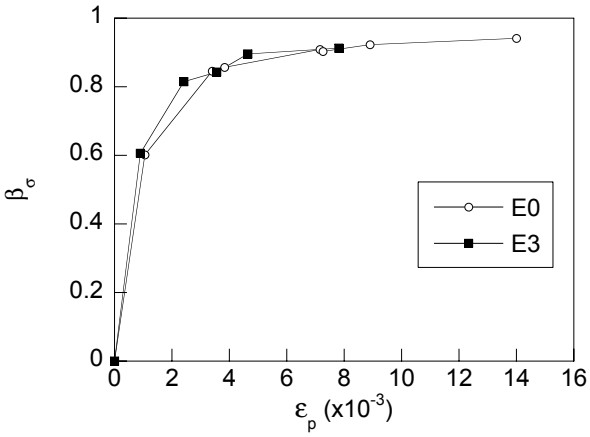


Figura 6. Evolución de los parámetros Bauschinger respecto al grado de predeformación plástica, expresados en tensiones, para los aceros E0 y E3.

Tal como se puede apreciar en la figura 6, la evolución del parámetro β_σ indica que los aceros estudiados presentan el denominado *efecto Bauschinger* de una forma acusada, puesto que el valor del parámetro es no nulo en todos los ensayos. La evolución de este parámetro es creciente con la predeformación plástica (obtenida en el primer ciclo de tracción), siendo esta variación muy acusada en los ensayos en los que se han aplicado pequeños niveles de predeformación plástica, y alcanzando un valor estable para valores elevados de la predeformación plástica.

En la figura 7 se muestra la evolución de las tensiones internas y efectivas para los diferentes niveles de predeformación plástica, obtenidas en cada uno de los ensayos realizados en las probetas de los aceros estudiados.

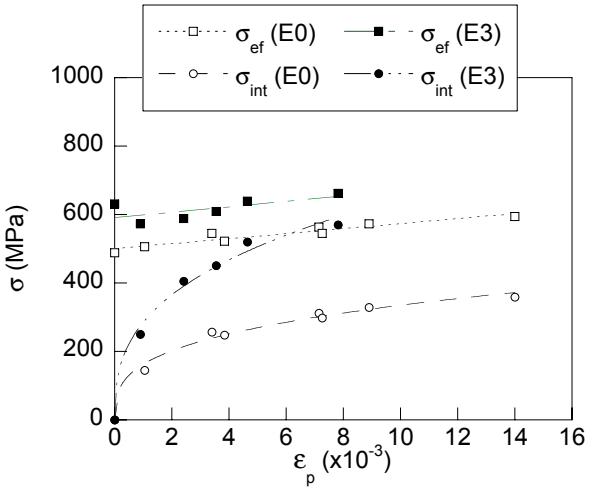


Figura. 7. Evolución de las componentes tensión interna y tensión efectiva con el grado de predeformación plástica de los aceros E0 y E3.

Para ambos aceros, la variación de las tensiones internas con la predeformación plástica es notablemente mayor que el cambio que presentan las tensiones efectivas frente al mismo parámetro. De acuerdo con los modelos que se han expuesto previamente, esto implica que el comportamiento mecánico de los aceros estudiados dentro del régimen plástico corresponde al modelo de *endurecimiento cinemático*, debido a que la variable que representa el endurecimiento isótropo no sufre variaciones considerables frente a la predeformación plástica aplicada.

La evolución creciente de la tensión interna con la predeformación plástica indica, según el modelo de Kishi y Tanabe indicado anteriormente (cf. [1, 13]), que los dos aceros estudiados sufren un proceso de *ablandamiento cíclico*. Además, de acuerdo con este modelo, se confirma la presencia en los aceros del *efecto Bauschinger*.

En la figura 8 se muestra la evolución de la deformación Bauschinger con la predeformación plástica. Tal como se presentó previamente, la variación lineal entre estas variables indica que ambos aceros se ajustan al *comportamiento tipo Masing*.

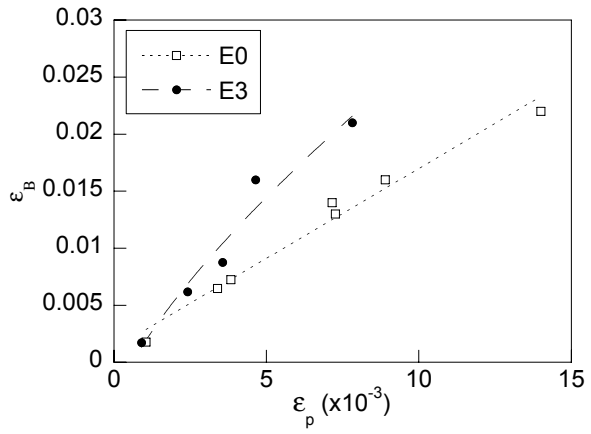


Figura 8. Evolución de la deformación Bauschinger con la predeformación plástica de los aceros E0 y E3.

5. CONCLUSIONES

Los resultados de este estudio muestran que los aceros perlíticos de alta resistencia analizados presentan de forma acusada *efecto Bauschinger con ablandamiento cíclico*, debido a la variación de los parámetros estudiados con la predeformación plástica aplicada en los diferentes ensayos realizados. Por otro lado, los resultados experimentales permiten establecer en estos aceros un *comportamiento tipo Masing*.

La variación de las tensiones internas y efectivas con la predeformación plástica demuestra que los aceros estudiados presentan principalmente un *endurecimiento cinemático*, siendo despreciable en estos materiales el endurecimiento isótropo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08), y por el suministro de acero por parte de TREFILERÍAS QUIJANO (Los Corrales de Buelna, Cantabria, España).

REFERENCIAS

[1] R. Sowerby y D. K. Uko, A review of certain aspect of the Bauschinger effect in metals, *Materials Science and Engineering* **41**, 43-58, 1979.

[2] M. Choteau, P. Quaegebeur y S. Degallaix, Modelling of Bauschinger effect by various constitutive relations derived from thermo-dynamical formulation, *Mechanics of Materials* **37**, 1143-1152, 2005.

[3] T. M. Wu, Investigation of the Bauschinger effect in metals. Ph. Thesis, Massachusetts Institute of Technology, 1958.

[4] H. Margolin, H. Fakhreddin y H. Yaguchi, The grain boundary contribution to the Bauschinger effect. *Scripta Materialia* **11**, 1141-1145, 1978.

[5] N. Ono, T. Tsuchikawa, S. Nishimura y S. Karashima, Intergranular constrain and the Bauschinger effect. *Materials Science and Engineering* **59**, 223-233, 1983.

[6] L. M. Brown, Orowan´s explanation of the Bauschinger effect. *Scripta Metallurgica* **11**, 127-131, 1977.

[7] P. S., Bate y D. V., Wilson, Analysis of the Bauschinger effect. *Acta Metallurgica* **34-6**, 1097-1105, 1986.

[8] A. Aran, M. Demirkol y A. Karaburut, Bauschinger effect in precipitation strengthened aluminium alloys 2024, *Materials Science and Engineering* **89**, L35-L39, 1987.

[9] O. B. Pedersen, L.M. Brown y W.M. Stobbs, The Bauschinger effect in copper, *Acta Metallurgica* **29**, 1843-1850, 1981.

[10] J. Yan, Study of the Bauschinger effect in various springs steels, Ph. Thesis, University of Toronto, Toronto, 1998.

[11] B. González, Influencia del proceso de fabricación en el comportamiento plástico y en fractura de aceros de pretensado, Tesis Doctoral, Universidad de Salamanca, 2007.

[12] D. Ye, S. Matsuoka, N. Nagashima y N. Suzuki, The low-cycle fatigue, deformation and final fracture behaviour of an austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering A* **415**, 104-117, 2006.

[13] T. Kishi y T. Tanabe, The Bauschinger effect and its role in mechanical anisotropy, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **21**, 303-315, 1973.

INFLUENCIA DE LA ANISOTROPÍA MICROESTRUCTURAL DE LOS ACEROS DE PRETENSADO EN EL ASPECTO FRACTOGRÁFICO DE LA ZONA TTS

D. Vergara[1] y J. Toribio[2]

[1] Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora
Tel: (980) 54 50 00; Fax: (980) 54 50 02, Correo-e: dvergara@usal.es

[2] Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora

RESUMEN

El presente estudio analiza la influencia que ejerce la anisotropía microestructural de los alambres de acero de pretensado en una fractografía especial asociada con el micro-daño asistido por hidrógeno en perlita, la denominada en inglés *tearing topography surface* (TTS). Con este fin, se han analizado las superficies de fractura de probetas entalladas de acero perlítico sometidas hasta rotura a ensayos de fractura a *tracción a velocidad de extensión constante* (TVEC), en un ambiente que facilita la *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH). Los resultados obtenidos indican que, en materiales con anisotropía microestructural, la superficie con fractografía TTS tiende a conformar montículos alineados que van ascendiendo por un plano inclinado. Además, este estudio demuestra que el hidrógeno favorece el efecto de la anisotropía microestructural del material sobre la superficie de fractura.

ABSTRACT

This study analyzes the influence of microstructural anisotropy of prestressing steel wires on a special fractography associated with hydrogen-assisted micro-damage in pearlite, the so called *tearing topography surface* (TTS). To this end, fracture surfaces of notched specimens of pearlitic steels subjected to constant extension rate tests (CERT) up to fracture are analyzed, in an environment causing *hydrogen assisted fracture* (HAF). Generated results show that, in materials with microstructural anisotropy, the fracture surface with TTS fractography tends to take the form of lined up humps ascending a sloped plane. Furthermore, this study proves that hydrogen enhances the effect of microstructural anisotropy of material on the fracture surface.

PALABRAS CLAVE: Aceros perlíticos, Anisotropía microestructural, Tearing topography surface.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros de pretensado, utilizados en ingeniería civil debido a su elevada resistencia mecánica, se obtienen mediante un proceso de trefilado progresivo. Así pues, durante la conformación de los alambres de pretensado la microestructura del acero tiende a orientarse en la dirección del eje de trefilado [1-4], proporcionando una *anisotropía microestructural* que, además de favorecer las características mecánicas que definen a este tipo de acero, afectan al comportamiento en fractura del material. Por otro lado, estos materiales se ven frecuentemente sometidos en servicio a los efectos dañinos del hidrógeno, bien producido de manera natural bajo condiciones ambientales [5,6], o bien al someterlos a protección catódica frente a la corrosión [7,8]. Estas circunstancias causan en los metales un fenómeno de degradación estructural conocido como *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH), que puede alterar perjudicialmente las propiedades mecánicas de los aceros y, como consecuencia, influir negativamente sobre la integridad estructural de los elementos construidos con ellos, conduciendo, en algunos casos, a roturas catastróficas [9,10]. El proceso descrito aquí es especialmente acusado en los alambres de pretensado, pues están fabricados con un acero altamente sensible al efecto fragilizante del hidrógeno, el acero perlítico o eutectoide, con microestructura perlítica..

Si estos aceros son sometidos a un ambiente de FAH hasta rotura, la superficie de fractura suele presentar una fractografía típica denominada en inglés *tearing topography surface* (TTS), que está vinculada al micro-daño inducido por el hidrógeno en la perlita [11]. En los aceros de pretensado la anisotropía microestructural afecta directamente al comportamiento en fractura, a la difusión de hidrógeno, al consiguiente micro-daño y, como consecuencia, a la fractografía TTS.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales empleados para este estudio han sido aceros eutectoides (Tabla 1) que proceden de una cadena de trefilado. Por lo tanto se ha trabajado tanto con el alambrón perlítico, estado previo al proceso de conformación mecánica en frío, como con cada uno de los siguientes estados del material dentro de la cadena de producción, hasta llegar al producto comercial o alambre de pretensado, producto final después de sufrir 6 pasos de trefilado. Se ha definido la nomenclatura A*i* para diferenciar unos materiales de otros, siendo *i* el número de pasos de hileras de trefilado que ha sufrido el material durante el proceso de conformación.

Tabla 1.Composición química del acero analizado

% C	% Mn	% Si	% P	% S	% Al	% Cr	% V
0.80	0.69	0.23	0.012	0.009	0.004	0.265	0.06

Después de un análisis materialográfico, se puede comprobar que el alambrón perlítico A0 presenta una isotropía microestructural tanto en la sección transversal al eje del alambre (Figura 1-a), como en la longitudinal (Figura 1-b). En cambio el alambre de pretensado A6, aunque mantiene esta isotropía en la sección transversal (Figura 1-c), muestra una muy marcada *anisotropía microestructural* en la dirección axial del alambre (Figura 1-d), que indica la dirección del eje de trefilado. Esta anisotropía va aumentando con el número de pasos de trefilado a los que se ve sometido el material [1-4].

Para elaborar este trabajo se ha trabajado con alambres entallados, sometiéndolos a ensayos de tracción a velocidad de extensión constante (TVEC) hasta rotura en ambiente catódico asociado con la figuración asistida por hidrógeno (FAH). Los materiales empleados han sido cada uno de los aceros comentados en el apartado anterior. Los datos representativos de la entalla que se ha utilizado se muestran en la Figura 2, donde se puede apreciar que se trata de una entalla de gran profundidad y radio de curvatura (*A*/D = 0.3 y *R*/D = 0.4). Según estudios previos la superficie de fractura obtenida en ambiente inerte con entallas de gran profundidad y radio de curvatura casi no se ve afectada por la anisotropía microestructural [12]. Por el contrario, si con el presente estudio se consigue apreciar, bajo condiciones de FAH, una influencia de la anisotropía microestructural en la superficie de fractura de alambres con este tipo de entallas, se comprobará que el hidrógeno favorece el efecto que la anisotropía microestructural del material pueda ejercer sobre la superficie de fractura de éste, y además, se podrá ver cómo afecta esta anisotropía a la fractografía de desgarro por hidrógeno, la TTS.

La velocidad de solicitación que se ha empleado en los ensayos de fractura ha sido de 0.01 mm/min, debido a que a mayores velocidades apenas se difunde hidrógeno en el material y a menores velocidades éste elemento dispone de tiempo suficiente para difundirse hasta los puntos de mayor tensión hidrostática en el centro del alambre, desestimando la posible influencia de la anisotropía microestructural [13]. Para cada tipo de acero se realizaron al menos tres ensayos de tal manera que los datos utilizados para este artículo suponen el valor medio de éstos.

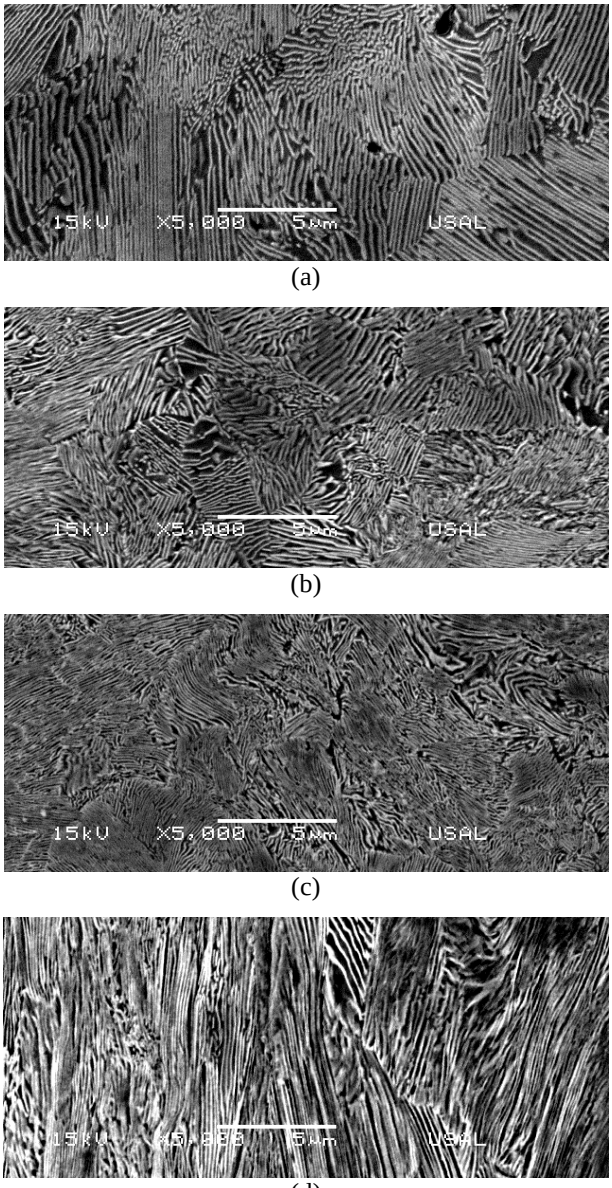


Figura 1. Materialografía: a) corte transversal acero A0, b) corte longitudinal acero A0, c) corte transversal acero A6, d) corte longitudinal acero A6.

El ambiente catódico se simuló con una celda electroquímica en la que se introdujo una disolución saturada de $Ca(OH)_2$ con 0.1 g/l de NaCl (pH 12.5), estando a su vez conectada a un potenciostato que mantuvo un potencial de -1200 mV ECS durante la ejecución de los ensayos. El potencial electroquímico que se ha elegido para la realización de este trabajo queda justificado en estudios previos realizados con materiales muy parecidos a los estudiados aquí [14,15]. En éstos se manifiesta que el valor de -1200 mV con respecto al

electrodo de calomelanos saturado (ECS) junto al pH de 12.5 aporta unas condiciones electroquímicas que favorecen el fenómeno de fragilización por hidrógeno en los aceros eutectoides o perlíticos.

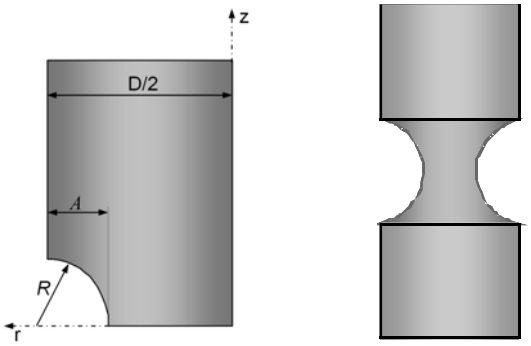
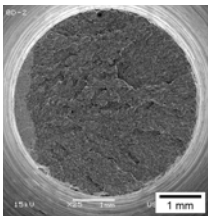


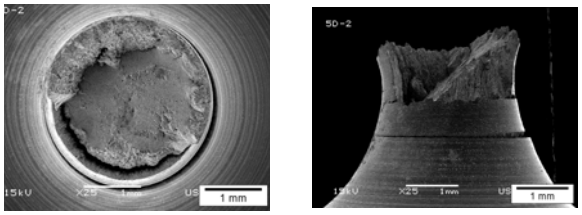
Figura 2. Esquema de los parámetros que definen la geometría de la entalla realizada en las barras lisas.

3. ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

En la Figura 3 se muestran las superficies de fractura de los aceros A0 y A5. En el primer estadio del proceso de conformación mecánica (alambrón A0) el material presenta una clara isotropía en su comportamiento en fractura, propagándose en modo I en un plano transversal al eje del alambre (Figura 3-a). Por el contrario, a medida que el material es trefilado, la superficie de fractura tiende a desviarse hacia la dirección axial del alambre (Figura 3-b), debido a la anisotropía microestructural que se va generando en el material. En esta última fotografía se puede observar un proceso de *multifisuración*, i.e., existen varios planos en los que se ha iniciado la fractura durante el ensayo de fractura, aunque sólo en uno de ellos se ha alcanzado el estado crítico que produce la rotura final. Éste suele ser el plano de simetría de la entalla por ser precisamente el más tensionado de todos.



(a)

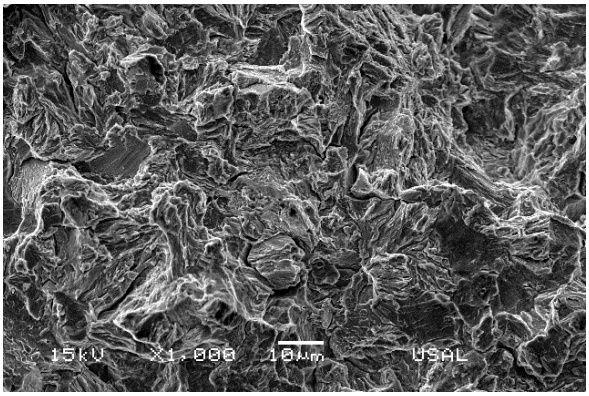


(b)

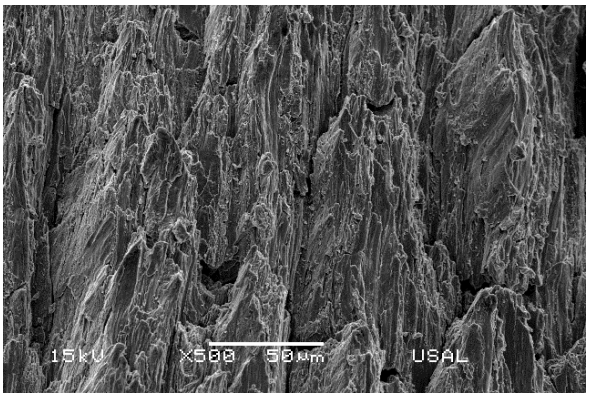
Figura 3. Superficies de fractura en aceros perlíticos: a) alambrón A0, b) alambre A5, vista transversal (izquierda) y vista del perfil (derecha).

La fractografía TTS, que se ha podido identificar mediante el microscopio electrónico de barrido, tiende a adaptarse a la superficie de fractura, que está directamente vinculada a la influencia del grado de anisotropía microestructural. De esta manera, en el caso del acero A0 la topografía de desgarro TTS se ha identificado en la zona más clara que aparece en la izquierda de la superficie de fractura de la Figura 3-a, manteniéndose en el plano de simetría de la entalla (transversal al eje del alambrón). En la Figura 4-a se muestra el aspecto que presenta dicha fractografía.

En este sentido, en el caso del acero A5, con una anisotropía microestructural casi semejante a la del acero de pretensado A6, la fractografía TTS se adapta a la inclinación de la superficie de fractura (Figura 3-b), iniciándose en la superficie del material y propagándose hacia al interior. En la Figura 4-b se puede ver como para este acero la TTS tiende a adoptar una forma de montículos que van ascendiendo por un plano inclinado, presentado además una cierta organización en su formación, ya que se pueden apreciar zonas perfectamente alineadas de picos y valles (posible influencia de la anisotropía microestructural). Respecto a la apariencia que pueden mostrar estas zonas inclinadas TTS desde el punto de vista transversal, no se dispone de ninguna fractografía por la imposibilidad de enfocar una zona amplia.



(a)



(b)

Figura 4. Fractografía TTS en aceros con distinto grado de anisotropía microestructural: a) alambrón A0 (vista transversal), b) alambre A5 (vista del perfil).

En relación al proceso de multifisuración se ha podido observar que estas superficies de fractura incompletas siguen también una trayectoria inclinada (Figura 5) y que la fractografía TTS que allí aparece, justo en el borde de la entalla, presenta la misma apariencia que en la superficie de fractura final de la Figura 4.

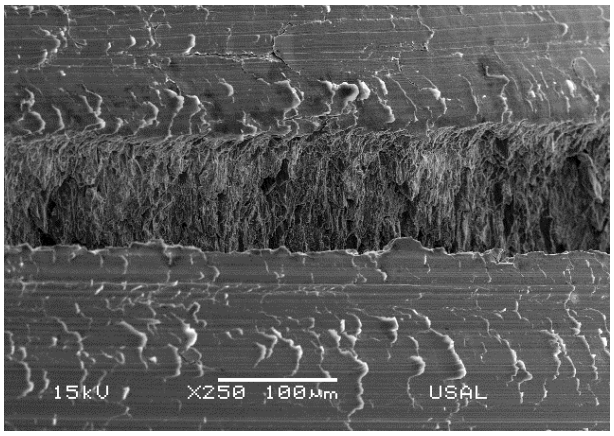


Figura 4. Fractografía TTS en un plano de multifisuración del acero A5.

4. DISCUSIÓN

Gracias a trabajos previos se sabe que la fractografía TTS corresponde a un proceso de *crecimiento subcrítico* hasta llegar al estado de rotura final [16]. Teniendo esto en cuenta, para que en el presente estudio se haya formado en los aceros trefilados una superficie de fractura con fractografía TTS en un plano inclinado, debería haber existido una acumulación paulatina de hidrógeno en esa dirección. Los motivos por los que esto ha podido ocurrir se pueden basar en dos cuestiones ya planteadas en la bibliografía científica.

Por un lado, en artículos previos se comprobó numéricamente que durante los ensayos de tracción a velocidad de extensión constante (TVEC) existe una cantidad de hidrógeno que se difunde hacia los laterales del plano de simetría de la entalla (sección transversal del alambre) y no sigue la trayectoria dentro del propio plano [17], aunque esta *pérdida de direccionalidad* de la difusión es menos acusada en las entallas de radio grande, como es caso analizado en este trabajo. Los cálculos realizados en el estudio numérico previo, cf. [17] no tienen en cuenta la anisotropía del material, por lo que el hidrógeno se difunde fuera del plano de simetría de la entalla por sí solo. Aún así, teniendo en cuenta que para el caso de entallas con radios de curvatura grande este efecto es pequeño y que para que se inicie el proceso de fractura por FAH debe localizarse una concentración de hidrógeno mínima en un punto material, se debe considerar que, en el presente caso, existe algún otro mecanismo que afecta al hidrógeno para que se difunda en planos inclinados, degradando las propiedades del material en esa dirección de mayor debilidad.

Este otro proceso es el conocido como *deslaminación asistida por hidrógeno* [2], que se basa en la separación de láminas de ferrita y cementita por efecto directo del hidrógeno al difundirse a través de ellas (Figura 6). La difusión de este elemento, bien hacia los puntos de mayor tensión hidrostática o bien hacia los puntos de menor concentración de hidrógeno, se ve impedida por las láminas de cementita que actúan como barreras frente al proceso de difusión, y más aún cuando existe anisotropía microestructural, ya que en este caso las láminas de cementita tienden a orientarse en dirección axial, i.e., perpendiculares al plano de simetría de la entalla (plano transversal). De este modo, en aceros fuertemente trefilados (como es el caso del acero A5 analizado aquí, que ha sufrido cinco estadios de trefilado) el hidrógeno tiende a difundirse de forma predominante en dirección axial. Además, se produce el susodicho mecanismo de deslaminación asistida por hidrógeno en dirección axial.

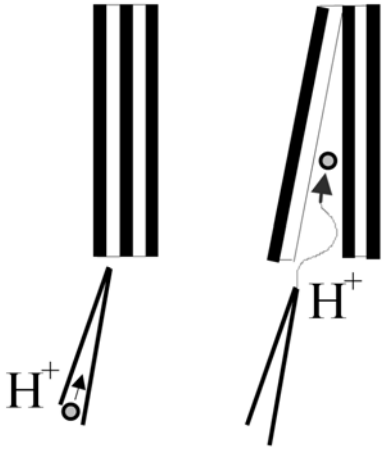


Figura 6. Esquema del proceso de deslaminación asistida por hidrógeno en dirección axial: estado inicial (izquierda) y estado final (derecha).

Aparte de la dirección de predominante de FAH (deslaminación longitudinal en dirección axial), existen situaciones que favorecen la formación y crecimiento subcrítico de una microfisura hasta una zona de láminas rotas, momento en el que la trayectoria de la microfisura se desvía ligeramente de la fisura principal en dirección axial. Estas láminas pueden estar ya rotas previamente, debido al propio proceso de trefilado [1,18], o bien se rompen por efecto de cizalladura por el mecanismo de Miller y Smith [19]. Estos pequeños cambios de trayectoria que sufre el camino de fisuración llevan asociados cambios en la dirección local de difusión de hidrógeno que a su vez condicionan el siguiente evento de micro-fractura (en un mecanismo de acoplamiento entre difusión y micro-fractura con avances locales del camino de fisuración). Estos hechos conforman el crecimiento subcrítrico de la fisura y son, por lo tanto, los que justifican, en los aceros con anisotropía microestructural, el ascenso sinuoso en planos

inclinados de la superficie final de fractura con fractografía TTS (Figura 3-b).

Por lo tanto, el factor que influye en la formación de la TTS en planos inclinados respecto al eje de simetría de la entalla es la *anisotropía microestructural*, que así favorece una *fractura anisótropa* debido al proceso de deslaminación asistida por hidrógeno en dirección axial. Además, como refuerzo, la pérdida de direccionalidad de la trayectoria de difusión del hidrógeno puede ayudar también a que éste tienda a difundirse hacia esos planos inclinados. Aunque, de todos modos, teniendo en cuenta que en el presente caso la entalla es de radio grande este último factor apenas ha debido influir en el proceso de fractura, por lo que debería predominar el primero, es decir, el de naturaleza microestructural.

Por otro lado, teniendo en cuenta que según estudios previos la superficie de fractura obtenida en ambiente inerte con entallas de gran profundidad y radio de curvatura casi no se ve afectada por la anisotropía microestructural [12], se puede afirmar, acorde a la fractura anisótropa en ambiente de FAH aquí expuesta, que e*l hidrógeno favorece el efecto que la anisotropía microestructural del material pueda ejercer sobre la superficie de fractura de éste*.

5. CONCLUSIONES

- La anisotropía microestructural influye en la etapa de crecimiento subcrítico de la fractografía tipo TTS, afectando directamente a la evolución de la trayectoria seguida por la fisura principal.
- En materiales con anisotropía microestructural, la superficie con topografía de desgarro TTS tiende a conformar montículos alineados que van ascendiendo por un plano inclinado.
- El proceso de figuración subcrítica está acoplado con el mecanismo de hidrogenación local en las proximidades del extremo de la fisura, produciéndose desviaciones que conforman la trayectoria antedicha.
- El hidrógeno favorece el efecto que la anisotropía microestructural del material pueda ejercer sobre la superficie de fractura de éste, potenciando así la propagación en modo mixto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08), y por el suministro de acero por parte de EMESA TREFILERÍA (Arteixo, La Coruña, España). Igualmente agradecen al Dr. F.J. Ayaso la ayuda en la realización de la microscopía electrónica de barrido.

REFERENCIAS

[1] Nam, W.J., Bae, Ch.M., Void initiation and microstructural changes during wire drawing of pearlitic steels. *Materials Science and Engineering*, 1995, **203**, 278-285.

[2] Ovejero, E., Fractura en ambiente agresivo de aceros perlíticos con distinto grado de trefilado. Tesis Doctoral, Universidad de A Coruña, 1998.

[3] Zelin, M., Microestructure evolution in pearlitic steels during wire drawing. *Acta Materialia*, 2002, **50**, 4431-4447.

[4] Sauvage, X., Guelton, N., Blavette, D., Microstructure evolutions during drawing of a pearlitic steel containing 0.7 at. % cooper. *Scripta Materialia*, 2002, **46**, 456-464.

[5] Bergsma, F., Boon, J.W., Etienne, C.F., Détermination de la sensibilité des aciers précontrains à la fragilisation par l'hydrogène. *Revue de Métallurgie*, 1978, **75**, 153-164.

[6] Valiente, A., Elices, M., Premature failure of prestressed steel bars. *Engineering Failure Analysis*, 1998, **5**, 219-227.

[7] Enos, D.G., Williams, A.J., Scully, J.R., Long-term effects of cathodic protection of prestressed concrete structures: hydrogen embrittlement of prestressing steel. *Corrosion*, 1997, **53**, 891-908.

[8] Enos, D.G., Scully, J.R., A critical-strain criterion for hydrogen embrittlement of cold-drawn, ultrafine pearlitic steel. *Metallurgical and Materials Transactions*, 2002, **A33**, 1151-1166.

[9] Vehovar, L., Kuhar, V., Vehovar, A., Hydrogen-assisted stress-corrosion of prestressing wires in a motorway viaduct. *Engineering Failure Analysis*, 1998, **5**, 21-27.

[10] Woodtli, J., Kieselbach, R., Damage due to hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking. *Engineering Failure Analysis*, 2000, **7**, 427-450.

[11] Toribio, J., Lancha, A.M., Elices, M., Characteristics of the new tearing topograhpy surface. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1991, **25**, 2239-2244.

[12] Ayaso, J., Fractura de alambres entallados de acero eutectoide progresivamente trefilado. Tesis Doctoral, Universidad de A Coruña, 2001.

[13] Vergara, D., Fragilización por hidrógeno de aceros de pretensado sometidos a estados triaxiales de tensión. Tesis Doctoral, Universidad de Salamanca, 2007.

[14] Parkins, R. N., Elices, M., Sánchez Gálvez, V., Caballero, L., Enviroment sensitive cracking of pre-stressing steels. *Corrosion Science*, 1982, **22**, 379-405.

[15] Lancha, A. M., Influencia del trefilado en la corrosión bajo tensión de aceros eutectoides. Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid. 1987.

[16] Toribio, J., Lancha, A.M., Stress corrosion behaviour of high-strength steel: design on the basis of the crack growth kinetics curve. *Materials & Design*, 1996, **16**, 283-288.

[17] Vergara, D., Lorenzo, M., Kharin, V., Toribio, J., Análisis de la direccionalidad de la difusión de hidrógeno en las proximidades de entallas. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 2007, **24**, 453-458.

[18] Bae, Ch.M., Nam, W.J., Lee, CH.S. Effect of interlamellar spacing on the delamination of pearlitic steels wires. *Scripta Materialia*, 1996, **35**, 641-646.

[19] Miller, L.E., Smith, G.C., Tensile fractures in carbon steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 1970, **208**, 998-1005.

INFLUENCIA DE LAS TENSIONES RESIDUALES EN LA EVOLUCIÓN GEOMÉTRICA DE LA ZONA TTS CON EL TIEMPO DE EXPOSICIÓN AL HIDRÓGENO

D. Vergara[1], M. Retortillo[2] y J. Toribio[2]

[1] Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora
Tel: (980) 54 50 00; Fax: (980) 54 50 02, Correo-e: dvergara@usal.es

[2] Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora

RESUMEN

Este estudio analiza la influencia que ejerce un estado residual de tensiones en procesos de *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH). Para ello se han utilizado aceros perlíticos sometidos a ambientes de FAH, que presentan una fractografía típica denominada en inglés *tearing topography surface* (TTS) vinculada al micro-daño inducido por hidrógeno en el material. Se realizó una comparación cuantitativa de la superficie de fractura TTS en alambrón de acero perlítico comercial (con un estado residual de tensiones debido al proceso de fabricación por laminado en caliente), y en el mismo acero después de someterlo a tratamientos térmicos de relajación de tensiones (con reducción del estado tensional residual). Los resultados obtenidos indican que la evolución geométrica de la zona TTS con el tiempo de exposición al hidrógeno depende del estado de tensiones residuales en el material, confirmando así la hipótesis de un mecanismo predominante de transporte de hidrógeno por difusión (asistida por la tensión) en aceros perlíticos.

ABSTRACT

This study analyzes the influence of residual stresses in *hydrogen-assisted fracture* (HAF) processes. To this end, pearlitic steels were subjected to HAF environments, showing a typical fractography called *tearing topography surface* (TTS) linked to hydrogen-assisted micro-damage material. A quantitative comparison was made between the TTS area in conventional pearlitic steel bar (with a residual stress state due to the manufacture process by hot rolling), and the same steel after undergoing a stress relieving process (with decrease of residual stress state). Results indicate that the geometric evolution of the TTS zone with the hydrogen exposure time depends on the residual stress state in the material, thereby confirming the hypothesis of a predominant mechanism of hydrogen transport by stress-assisted diffusion in pearlitic steels.

PALABRAS CLAVE: Aceros perlíticos, Tensiones residuales, Tearing topography surface.

1. INTRODUCCIÓN

El *hidrógeno* puede alterar perjudicialmente las propiedades mecánicas de los aceros [1,2] y, como consecuencia, influir negativamente sobre la integridad estructural de los elementos construidos con ellos, conduciendo, en algunos casos, a roturas catastróficas [3,4]. Por ello, el estudio del efecto de este elemento químico sobre los aceros es un tema de creciente interés tecnológico y más aún en el campo de la Mecánica de Fractura, precisamente por su influencia negativa en el comportamiento mecánico del material, que favorece que éste alcance su estado crítico de rotura antes de lo previsto [5-7]. El hidrógeno actúa penetrando desde el ambiente hacia el interior del material, acumulándose con el tiempo en posibles puntos de fractura hasta alcanzar en uno de ellos el valor de concentración crítica, instante en el cual tiene lugar la fractura [8].

Dentro de los aceros el más utilizado en el ámbito estructural por sus elevadas propiedades mecánicas es el *acero perlítico*. Si este material se somete a ambientes de *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH), la superficie de fractura que genera si alcanza un estado crítico de rotura suele presentar una fractografía típica de desgarro, denominada en inglés *tearing topography surface* (TTS), que está vinculada al micro-daño asistido por el hidrógeno en el interior del material [9]. Existen estudios previos que ya han explorado exhaustivamente las diferentes etapas de formación de la TTS a nivel fractográfico en aceros perlíticos [10], y también otros que han analizado la evolución de la geometría de las zonas que presentan esta fractografía con el tiempo de exposición al hidrógeno [11], pero no existe ningún estudio científico que analice la influencia que ejercen

las tensiones residuales en la evolución geométrica de la zona TTS con el tiempo de exposición al hidrógeno.

La distintas formas geométricas que presentan estas zonas afectan directamente al valor del *factor de intensidad de tensiones crítico* en ambiente agresivo de FAH [12], influyendo directamente en el comportamiento en fractura de los aceros perlíticos, por lo que estudiar las diferentes geometrías adoptadas por las zonas TTS supone un importante problema a estudiar desde el punto de vista de la Mecánica de Fractura. Por otro lado, el estado tenso-deformacional residual es otro aspecto que tiene una gran importancia en el comportamiento en fractura de los aceros perlíticos sometidos a ambientes agresivos de FAH [8,13].

Sabiendo que la apariencia que adoptan estas zonas TTS es prácticamente elíptica [14], y que el tiempo de exposición del acero al hidrógeno afecta directamente al aspecto geométrico de estas elipses con fractografía TTS [11], el presente trabajo analiza la influencia que ejercen las tensiones residuales sobre los cambios que sufre la geometría elíptica de las zonas TTS en función del tiempo de exposición al hidrógeno al que haya estado sometido el material. Para ello se han comparado cuantitativamente las superficies de fractura de barras lisas de alambrón perlítico comercial (que presentan un estado de tensiones residuales debido al proceso de fabricación mediante laminado en caliente), con las de las mismas barras después de someterlas a tratamientos térmicos de relajación de tensiones, lo cual supone una reducción del estado tensional residual.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material objeto de estudio ha sido un *alambrón perlítico* (0.789% C, 0.681% Mn, 0.21% Si, 0.010% P, 0.008% S, 0.005% Al, 0.218% Cr y 0.061% V), suministrado por la empresa TREFILERÍAS QUIJANO en forma de barras lisas de 12 mm de diámetro. Posteriormente se le ha aplicado un tratamiento térmico de recocido cuya finalidad es anular, o al menos disminuir, el *estado tenso-deformacional residual* que tiene el material debido al propio proceso termo-mecánico para conformarlo en barras lisas. Así el tratamiento consistió en mantenerlo en un horno de mufla durante 11 días a una temperatura de 200 ºC.

La nomenclatura empleada para definir a estos dos materiales, con o sin tratamiento térmico, ha sido la siguiente: E para definir al alambrón comercial, y E^0 para definir al alambrón que ha sufrido una reducción de tensiones residuales. Se ha utilizado el superíndice 0 para indicar que el estado tenso-deformacional residual del alambrón E^0 es prácticamente nulo. En la Figura 1 se pueden comparar las curvas tensodeformacionales de ambos materiales, comprobando que el alambrón E^0 (con relajación de tensiones) presenta una suerte de escalón de cedencia tras alcanzar el límite elástico.

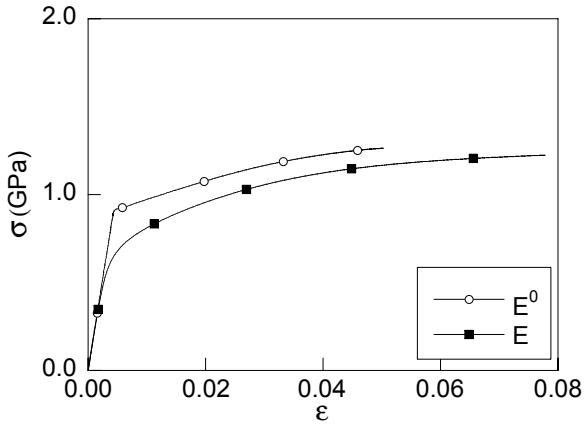


Figura 1. Curvas tensión deformación de los aceros analizados.

Se han realizado ensayos de fractura bajo solicitación de tracción en ambiente catódico de FAH con los alambres lisos de 300 mm de longitud, ya que ésta es la longitud más apropiada para la geometría de alambres según estudios previos [15]. La ejecución de éstos se llevó a cabo a diferentes velocidades de solicitación (velocidad 1: 0.005 mm/min, velocidad 2: 0.01 mm/min y velocidad 3: 0.1 mm/min), de tal manera que el tiempo de exposición al hidrógeno de las probetas es diferente en cada caso. Se realizaron al menos tres ensayos para cada velocidad, de manera que los datos utilizados en el presente artículo suponen el valor medio.

El ambiente catódico se simuló con una celda electroquímica en la que se introdujo una disolución saturada de $Ca(OH)_2$ con 0.1 g/l de NaCl (pH 12.5), estando a su vez conectada a un potenciostato que mantuvo un potencial de -1200 mV ECS durante la ejecución de los ensayos. El potencial electroquímico que se ha elegido para la realización de este trabajo queda justificado en estudios previos realizados con materiales muy parecidos a los estudiados aquí [5-7,16]. En éstos se manifiesta que el valor de -1200 mV con respecto al electrodo de calomelanos saturado (ECS) junto al pH de 12.5 aporta unas condiciones electroquímicas que favorecen el fenómeno de fragilización por hidrógeno en los aceros eutectoides o perlíticos.

En la Figura 2 se muestran para ambos aceros E y E^0 varias superficies de fractura obtenidas después de los ensayos, una representativa de cada velocidad de solicitación. Se puede comprobar que la superficie de fractura está situada en un solo plano, transversal al eje del alambre y por lo tanto al de solicitación, lo cual denota un comportamiento en fractura isótropo. La zona oscura parece ser la zona de proceso de fractura, i.e., la zona donde se debió iniciar la fractura de manera subcrítica hasta alcanzar la situación crítica de tensión y concentración de hidrógeno, momento en el cual la propagación de la fractura provoca la rotura total de la probeta. Según estudios previos esta zona está asociada a la presencia de hidrógeno y la topografía que la define es la conocida como TTS [5,9-10].

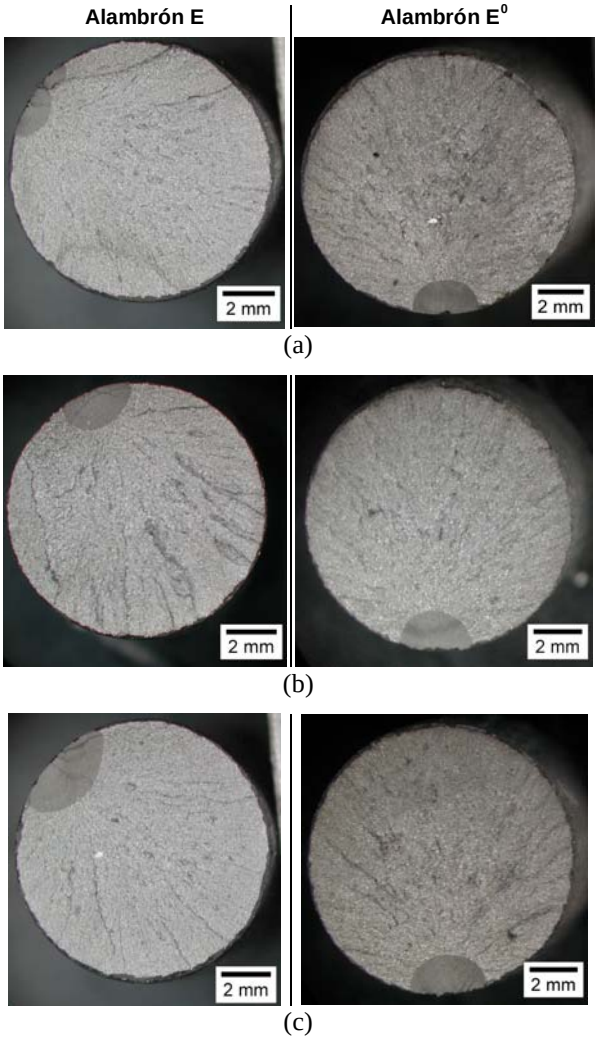


Figura 2. Superficies de fractura de los aceros E (izquierda) y E^0 (derecha) obtenidas con diferentes velocidades de solicitación: a) 0.1 mm/min, b) 0.01 mm/min y c) 0.005 mm/min.

Al igual que en otros artículos previos [11] se puede observar que el tamaño y forma de estas zonas TTS no es constante, diferenciándose en función de la velocidad de solicitación, o lo que esto implica en realidad: el *tiempo de exposición al hidrógeno*. Para las velocidades más rápidas (menor tiempo de exposición al hidrógeno) aparece un tamaño de la zona TTS inferior. Además, se ha comprobado que a estas velocidades rápidas de solicitación (ensayos breves) existen varias zonas TTS, aunque en el alambrón E éstas están muy próximas y en el alambrón E^0 no es así. Además en este último no siempre aparecen mientras que en el acero comercial sí. Sin embargo, a menores velocidades (0.01 mm/min y 0.005 mm/min) se ha encontrado una única zona TTS en la superficie de fractura, siendo ésta mayor a medida que la velocidad de solicitación disminuye. Aparte de esto se puede apreciar, para todas las velocidades de solicitación, que el grado de esbeltez de la geometría elíptica adoptada por las zonas TTS es menor en el alambrón E^0 (más próximas a la forma circular).

En artículos previos [11] los autores ya justificaron que, para el acero E, si el tiempo de exposición al hidrógeno es suficiente (velocidades de solicitación lentas), las zonas TTS próximas entre sí llegan a *coalescer* dando lugar a una única zona TTS que va aumentando su tamaño mientras el material se mantenga expuesto al hidrógeno. Esa es la razón por la que la aparición de varias zonas con fractografía TTS ocurre únicamente a velocidades de solicitación rápidas y por qué el aspecto de la zona TTS es más elíptico a medida que menores velocidades de solicitación se apliquen al acero E.

En cambio, al anular o disminuir el estado tenso-deformacional residual del acero y obtener el alambrón E^0, la apariencia geométrica no parece cambiar tanto, manteniéndose con un aspecto más cercano al circular que al elíptico. Esto indica que en este acero no debe existir una coalescencia de zonas TTS y, como la única diferencia con el alambrón comercial E es el tratamiento térmico recibido, se puede achacar este efecto a la inexistencia de tensiones residuales, por lo cual dichas tensiones *influyen en la geometría de la zona con fractografía TTS (zona afectada por el hidrógeno)*

Además, tal como se ha comentado previamente, es a partir de los ensayos realizados a velocidades rápidas de solicitación donde se comprueba la existencia de varias zonas TTS y, aunque en las superficies de fractura del acero E siempre aparecieron, sólo en algunas ocasiones se pudieron observar para el acero E^0 y generalmente o muy alejadas entre sí (Figura 2a) o en diferentes *planos de fisuración* (Figura 3), lo cual dificulta la posible coalescencia entre ellas. Estos planos de fisuración a distintas alturas ya se observaron en el acero comercial E [11], aunque en menor número de ocasiones, por lo que es posible que un estado tenso-deformacional residual favorezca que el hidrógeno tienda a difundirse hacia el interior del material desde un mismo foco, mientras que la inexistencia de éste (homogeneidad del material; acero E^0) puede beneficiar que la entrada de hidrógeno se produzca a distintas alturas, generando varios planos de figuración en el alambre (cf. Figura 3).

Figura 3. Zonas TTS ubicadas en planos de fisuración que se encuentran a distintas alturas (acero E^0).

3. ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO CUANTITATIVO

Mediante un programa de análisis de imagen se ha cuantificado el área ocupada por la fractografía TTS (A_{TTS}), analizando como varía en función del tiempo de exposición del material al hidrógeno. Sabiendo que esta fractografía está vinculada a la entrada de hidrógeno en el material y su consiguiente daño micro-mecánico en el material [9-10], resulta lógico que en el gráfico de la Figura 4 la topografía de desgarro TTS abarque un mayor porcentaje del área total de la superficie de fractura (A_T) a medida que el tiempo de exposición al hidrógeno es mayor (velocidades de solicitación inferiores). Además, se puede apreciar que de los dos aceros, E y E^0, es el primero de ellos, el comercial, el más afectado por el tiempo de exposición al hidrógeno, manifestándose con unas áreas A_{TTS} superiores. Teniendo en cuenta que, según la Figura 2, es en la superficie de los alambres donde surge la entrada y concentración del hidrógeno, y que las tensiones residuales en esta zona son de *tracción* [8,13] y por lo tanto favorecen la entrada de dicho elemento químico, es lógico que en el acero E^0, que ha sido tratado térmicamente para reducir esas tensiones residuales, se encuentren unas áreas TTS de tamaño inferior.

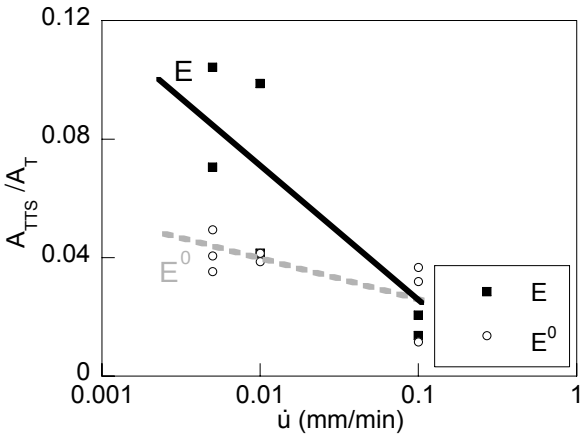


Figura 4. Gráfica comparativa entre los aceros E y E^0 del área ocupada por la superficie TTS (dividida por el área total) en función de la velocidad de solicitación.

Otro parámetro que se debe considerar para el estudio de la geometría de las zonas TTS, debido a que éstas crecen desde la superficie hacia el interior de la probeta (Figuras 2 y 3), es la profundidad máxima que alcanzan en el instante de rotura. De esta manera en la Figura 5 se ha representado, para ambos aceros E y E^0, la evolución del valor de la profundidad máxima (*a*) de la zona TTS, adimensionalizada respecto al diámetro de la probeta (D), en función de la velocidad de solicitación. El resultado indica para ambos aceros que a medida que aumenta la velocidad de solicitación, y por lo tanto disminuye el tiempo de exposición al hidrógeno, la profundidad de la zona TTS disminuye. Por lo tanto, el hidrógeno, mientras más lenta sea la velocidad de solicitación mayor porcentaje del perímetro de la superficie de la probeta abarca (Figura 4) y, además, al disponer de más tiempo, llega a alcanzar posiciones más profundas en el material. Por otro lado, aunque a velocidades rápidas apenas existen diferencias entre ambos aceros, E y E^0, a menores velocidades en el acero E^0 el hidrógeno no alcanza las profundidades a las que sí llega en el acero comercial E. La explicación de este diferente comportamiento se debe a que el tratamiento térmico que se le ha aplicado al acero E^0 disminuye las tensiones residuales de tracción en la superficie, que favorecen la entrada y difusión del hidrógeno hacia el interior del material, con su micro-daño asociado (TTS).

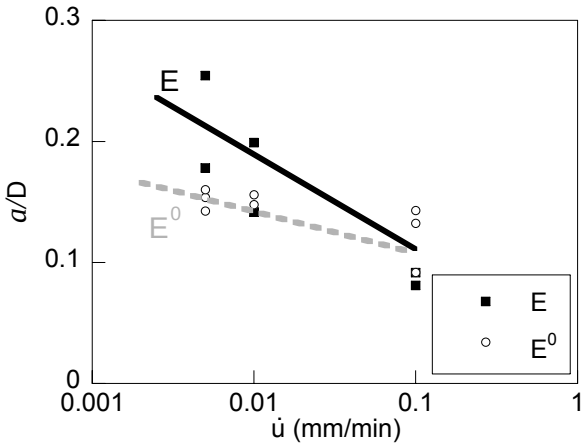


Figura 5. Gráfica comparativa entre los aceros E y E^0 de la profundidad máxima de la superficie TTS (relativa al diámetro) en función de la velocidad de solicitación.

De acuerdo con investigaciones científicas previas [14], las zonas afectadas por el hidrógeno tienden a adoptar una forma semejante a la de una elipse (Figura 6). Un factor indicativo de la esbeltez de esta geometría elíptica es cociente entre el semieje menor o profundidad máxima (*a*) y el semieje mayor (*b*) de la elipse. Además, respecto a la importancia de este cociente en Mecánica de Fractura, existen fórmulas predefinidas que incluyen el parámetro *a*/*b* (factor de aspecto) para calcular el factor de intensidad de tensiones de alambres con fisuras que se asemejan a la geometría elíptica [17].

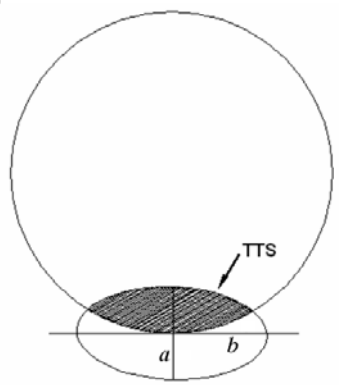


Figura 6. Geometría elíptica adoptada por las superficies afectadas por el hidrógeno (zonas TTS).

En la gráfica de la Figura 7 se representa la evolución del factor de aspecto de la elipse (*a*/*b*) en función de la velocidad de solicitación. Nuevamente se aprecian comportamientos diferentes según el acero considerado. Por un lado, en el acero comercial E el área afectada directamente por el hidrógeno (zona TTS) tiende a una geometría elíptica más esbelta a medida que el tiempo de exposición al hidrógeno es mayor, i.e., con menor valor del cociente *a*/*b*. En cambio para el acero tratado térmicamente E^0, el comportamiento de este factor de aspecto *a*/*b* es diferente, pues a medida que el tiempo de exposición al hidrógeno es mayor (i.e., a menores velocidades de solicitación) la geometría de la zona TTS se mantiene con unos valores del cociente *a*/*b* cercanos a la unidad (geometría circular), incluso aproximándose más a dicho valor a medida que este tiempo aumenta.

En la Figura 8 se he esbozado un esquema aclaratorio de esta evolución, que se corresponde con lo ya observado a nivel cualitativo en la Figura 2. Por lo tanto esto vuelve a indicar que el acero comercial es el más afectado por el tiempo de exposición al hidrógeno, y esto ocurre así por la existencia de tensiones residuales de tracción en la superficie del alambre. Además, las Figuras 4, 5 y 7 muestran que las tensiones residual es afectan a la entrada y difusión del hidrógeno hacia el interior del material (con el consiguiente micro-daño asociado), destacando que esta influencia sólo es notable a tiempos de exposición al hidrógeno altos, siendo prácticamente inapreciable a tiempos bajos.

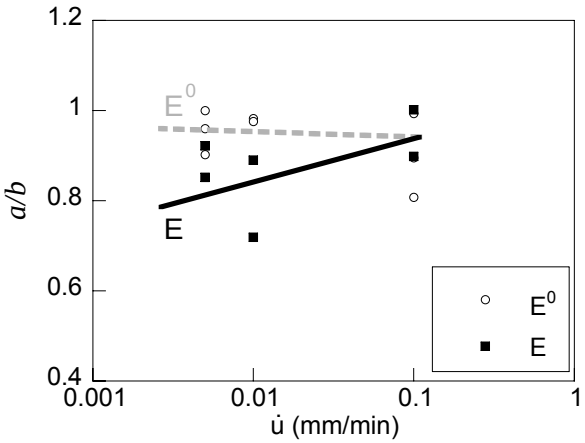


Figura 7. Factor de aspecto de la zona TTS elíptica (a/b) en función de la velocidad de solicitación.

4. DISCUSIÓN

La explicación de porqué la geometría elíptica de la zona TTS en los aceros comerciales es más esbelta a medida que aumenta el tiempo de exposición al hidrógeno, se puede deber tanto al propio proceso de difusión, que favorece este tipo de geometría, como a una coalescencia de pequeñas zonas TTS durante su crecimiento [11]. Este incremento del grado de esbeltez de la geometría elíptica que ocurre por una coalescencia de zonas TTS se puede intuir a partir de la Figura 2-a.

Por otro lado, las zonas TTS de tamaño más pequeño, encontradas a velocidades de solicitación altas en ambos aceros E y E^0, han mostrado una geometría cuasi-semicircular, con unos valores del factor de aspecto *a*/*b* muy próximos a la unidad. Teniendo en cuenta que las tensiones residuales, tal como han demostrado los gráficos anteriores, influyen en la geometría de las zonas TTS sobre todo cuando el tiempo de exposición al hidrógeno es alto, se puede afirmar que *es precisamente la presencia de un estado tensional residual la que favorece que el hidrógeno se difunda en el material adoptando una geometría elíptica*, ya que en los aceros tratados térmicamente, E^0, la geometría se mantiene con un cociente *a*/*b* cercano a la unidad.

Por lo tanto, estos resultados muestran que las zonas dañadas por el hidrógeno durante el proceso de entrada y difusión de este elemento hacia el interior del material adoptarían formas circulares si el material estuviera exento de tensiones residuales y que si, por el contrario, existiera un estado tenso-deformacional residual de tracción las zonas TTS tenderían a formarse con una geometría elíptica, más esbelta cuanto mayor tiempo de exposición al hidrógeno haya habido.

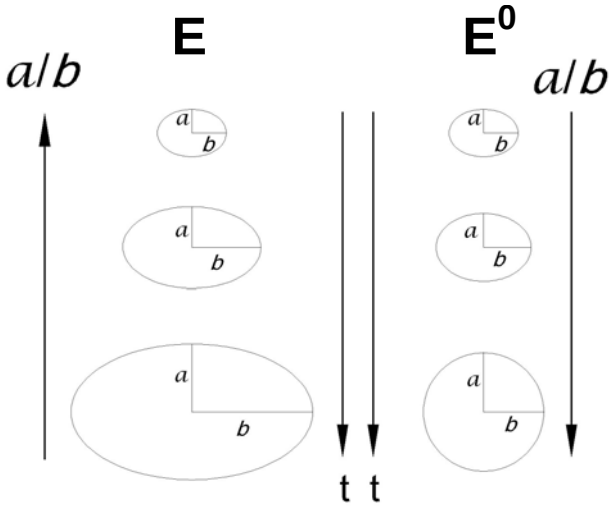


Figura 8. Esquema de la evolución seguida por la superficie TTS con el tiempo hasta rotura (t).

5. CONCLUSIONES

- Las zonas dañadas por el hidrógeno durante el proceso de entrada y difusión de este elemento hacia el interior del material (zonas TTS) tienden a adoptar una geometría semicircular (no elíptica).
- El estado tensional residual que aparece en aceros comerciales afecta directamente a la geometría de estas zonas TTS, cambiando la que adoptarían si no existiese dicho estado.
- En la región del material con un estado tensional residual de tracción, las zonas con fractografía TTS tienden a adoptar una geometría elíptica en lugar de una semicircular.

- Esta geometría elíptica, producto de la *influencia del estado tensional residual de tracción*, tiende a aumentar su grado de esbeltez a medida que el tiempo de exposición al hidrógeno es mayor.
- La inexistencia de un estado tensional residual (homogeneidad del material tras un tratamiento térmico) favorece la entrada de hidrógeno a distintas alturas creando *planos de fisuración*.
- Un estado residual de tensiones de tracción en la superficie puede favorecer el inicio de varias zonas TTS próximas entre sí que posteriormente tienden a colaescer para formar una mayor.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento por la financiación aportada por las siguientes instituciones: MCYT (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), MCINN (Proyecto BIA2008-06810), JCyL (Proyectos SA067A05, SA111A07 y SA039A08), y por el suministro de acero por parte de TREFILERÍAS QUIJANO (Los Corrales de Buelna, Cantabria, España).

REFERENCIAS

[1] Beloglazov, S.M., Peculiarity of hydrogen distribution in steel by cathodic charging. *Journal of Alloys and Compounds* **356-357** (2003) 240-243.

[2] Wayne, G., Corrosion and embrittlement of high-strength steel bridge wires. Ph. D. Thesis, Columbia University, 2001.

[3] Vehovar, L., Kuhar, V., Vehovar, A., Hydrogen-assisted stress-corrosion of prestressing wires in a motorway viaduct. *Engineering Failure Analysis* **5** (1998) 21-27.

[4] Woodtli, J., Kieselbach, R., Damage due to hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking. *Engineering Failure Analysis* **7** (2000) 427-450.

[5] Lancha, A. M., Influencia del trefilado en la corrosión bajo tensión de aceros eutectoides. Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid. 1987.

[6] Ovejero, E., Fractura en ambiente agresivo de aceros perlíticos con distinto grado de trefilado. Tesis Doctoral, Universidad de La Coruña, 1998.

[7] Vergara, D., Fragilización por hidrógeno de aceros de pretensado sometidos a estados triaxiales de tensión. Tesis Doctoral, Universidad de Salamanca, 2007.

[8] Toribio, J., Kharin, V., Vergara, D., Blanco, J.A., Ballesteros, J.G., Influence of residual stresses and strains generated by cold drawing on hydrogen embrittlement of prestressing steels. *Corrosion Science* **49** (2007) 3557-3569.

[9] Toribio, J., Lancha, A.M., Elices, M., Characteristics of the new tearing topograhpy surface. *Scripta Metallurgica et Materialia* **25** (1991) 2239-2244.

[10] Toribio. J., Vasseur, E., Hydrogen-assisted micro-damage evolution in pearlitic steel. *Journal of Materials Science Letters* **16** (1997) 1345-1348.

[11] Vergara, D., Gil, R., Toribio, J., Evolución geométrica de la zona TTS con el tiempo de exposición al hidrógeno. *Anales de Mecánica de la Fractura* **25** (2008) 337-342.

[12] Toribio, J., Ayaso, F.J., González, B., Matos, J.C., Vergara, D., Estimación ingenieril del factor de intensidad de tensiones crítico en alambres fisurados. *Anales de Mecánica de la Fractura* **19** (2002) 501-506.

[13] Lorenzo, M., Vergara, D., Kharin, V., Toribio, J., Influencia del estado tenso-deformacional residual en la fragilización por hidrógeno de alambres trefilados. *Anales de Mecánica de la Fractura* **24** (2007) 123-128.

[14] Toribio, J., Fracture mechanics approach to hydrogen-assisted microdamage in eutectoid steel. *Metallurgical and Materials Transactions* **28A** (1997) 191-197.

[15] Toribio, J., On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *Journal of Testing and Evaluation* **20** (1992) 357-362.

[16] Parkins, R. N., Elices, M., Sánchez Gálvez, V., Caballero, L., Enviroment sensitive cracking of pre-stressing steels. *Corrosion Science* **22** (1982) 379-405.

[17] Álvarez, N., González, B., Matos, J.C., Toribio, J., Factores de intensidad de tensiones y propagación de fisuras por fatiga en geometrías cilíndricas. *Anales de Mecánica de la Fractura* **23** (2006) 333-338.

CARACTERIZACIÓN DEL RANGO DE VIDA FINITA EN FATIGA DE LA ALEACIÓN AA7075 CON DISTINTOS TRATAMIENTOS SUPERFICIALES UTILIZANDO EL ENSAYO DE FATIGA EN FLEXIÓN EN CUATRO PUNTOS

M. Toledano[1], M. A. Arenas[2], L. Ramirez[1], S.M. Borja[2], A. Monsalve[3], A. Conde[2]

[1]Área de Ciencia e Ingeniería de Materiales, E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos.
Campus de Elviña s/n, 15071 Coruña. E-mail: mtoledano@udc.es

[2]Departamento de Corrosión y Protección
Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM/CESIC)
E-mail: geles@cenim.cesic.es

[3]Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile.
E-mail: amonsalv@usach.cl

RESUMEN

El objetivo de este trabajo de investigación es definir una metodología de ensayo en fatiga en flexión en cuatro puntos, y, realizar un análisis comparativo del comportamiento a fatiga del aluminio 7075-T6 con diferentes tratamientos: pretratamiento en un baño alcalino seguido de una limpieza ácida y anodizado sulfúrico de 2 µm y de 5 µm. Se estudia la fatiga en flexión en cuatro puntos, ya que, en comparación con otros métodos es la más favorable, pues las piezas se someten a una tensión máxima uniforme en su superficie, y los costes de mecanizado de las piezas son muy reducidos. Por otro lado, en la bibliografía especializada, no se describe un procedimiento de ensayo estándar, lo que motivó a ajustar y definir una metodología del proceso para obtener unos resultados coherentes y adecuados al tipo de material. Los datos obtenidos corroboran las diferencias en el comportamiento de la aleación en función de su tratamiento superficial y espesores, lo que determina una clara influencia de los mismos en su respuesta a fatiga.

ABSTRACT

The aim of this work is to define a four-point bending fatigue test to carry out a comparative study of the fatigue behaviour of 7075 –T6 aluminium alloy with different surface treatments. The fatigue properties of reference material, pre-treated specimens and sulphuric anodic layer with two different thicknesses, 2 and 5 µm, were evaluated. Despite this test has been used by other authors, there is not a standard procedure and therefore this methodology requires an accurate definition for this material in order to obtain consistent results. On the other hand, the four-point bending fatigue tests were chosen among others since the surface is uniformly subjected to the maximum stress range as well as a lower cost of manufacturing of the specimens. The results revealed important differences on the fatigue behaviour of the alloy regarding surface treatment and thickness of the anodic layers, pointing out a clear influence of the surface treatments on the fatigue behaviour.

PALABRAS CLAVE: fatiga, flexión en cuatro puntos, anodizado, aleación de aluminio

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de aluminio pertenecientes a la serie 7XXX se emplean en la industria aeronáutica en la fabricación de estructura primarias, equipamientos móviles y en todas aquella partes sometidas a tensiones elevadas. En especial, la aleación 7075 T6 se clasifica dentro del grupo de las aleaciones de alta resistencia debido a su elevada relación resistencia mecánica/tenacidad a la fractura.

Como es bien conocido, la fatiga es el tipo de fallo predominante en las estructuras de aluminio. En una amplia variedad de aplicaciones industriales, especialmente en aeronáutica, la disminución de las propiedades de fatiga como resultado de los tratamientos superficiales no es aceptable. La resistencia a fatiga está íntimamente ligada al acabado superficial de la pieza [1-2]. Pequeños defectos (en el rango de las micras) pueden causar notables reducciones en su resistencia.

Por medio de los ensayos de fatiga en flexión en cuatro puntos, se obtiene un momento uniforme entre los dos puntos de carga interiores en la muestra, lo que genera una tensión de tracción máxima uniforme en la

superficie [3]. Además, se puede obtener una tensión cortante pura mediante la aplicación de una fuerza simétrica en la muestra, y, reducir enormemente el coste de mecanizado de las probetas.

Con este ensayo se puede correlacionar la influencia del acabado superficial con la resistencia y límite de fatiga, además de permitir un mejor control del inicio y crecimiento de fisuras [4-5]. Sin embargo, no existe una normativa que aporte los parámetros necesarios para la realización de los ensayos de fatiga en flexión en cuatro puntos. En la bibliografía consultada relativa al estudio de las aleaciones de aluminio que emplean esta metodología de ensayo, no se ha encontrado unanimidad en los criterios relativos a la configuración del ensayo, y a la geometría de las probetas [6-7]. En la mayoría de los casos se utiliza como guía la norma D6272-02 [8], asegurando que la tensión se concentre exactamente en el medio de los puntos de apoyo y los dos puntos de carga y evitando la aparición de tensiones tangenciales mediante el control de la relación entre span y espesor de la probeta.

El principal objetivo del trabajo es definir la metodología más adecuada para el ensayo de fatiga en flexión en 4 puntos, evaluando la influencia del pretratamiento y del anodizado en sulfúrico en las propiedades de fatiga de la aleación. Para ello se ha realizado un estudio comparativo del comportamiento a fatiga de la aleación de aluminio AA7075-T6 sin tratar, con un pretratamiento convencional, y anodizada en sulfúrico con distintos espesores 2 y 5 μm.

El proceso de anodizado es un acabado superficial ampliamente utilizado en las aleaciones de aluminio ya que proporciona mejoras en el comportamiento frente a la corrosión. Existe una amplia variedad de procesos de anodizado: crómico, sulfúrico, fosfórico, etc…cuyas propiedades y características fundamentales están recogidas en la bibliografía [9].

En el contexto actual en el que es necesario buscar procesos de anodizado alternativos al crómico debido a las exigencias medioambientales [10], el desarrollo de una metodología de ensayo que permita la caracterización de la resistencia a la fatiga de forma fiable, rápida y económica es especialmente interesante, ya que los nuevos anodizados deberán proporcionar no sólo una resistencia a la corrosión análoga a la del anodizado crómico, sino también preservar la resistencia a la fatiga de la aleación.

2. MATERIALES

La aleación objeto de estudio es una aleación de base Al-Zn, AA7075 en estado T6. En la tabla 1 se describe la composición nominal de esta aleación, indicando los valores máximos y mínimos, en porcentaje en peso, para cada uno de los aleantes mayoritarios. La tabla 2 presenta sus principales características mecánicas en tracción y de tenacidad. En la tabla 3 se recogen los diferentes tratamientos a los que se ha sometido la aleación 7075-T6 objeto de estudio.

Tabla 1. Composición nominal de la aleación de aluminio

	Al	Zn	Cu	Mg	Mn
7075-T6	bal	5.1-6.1	1.2-2.0	2.1-2.9	0.30

Tabla 2. Propiedades mecánicas en tracción

Aleación	σ_{uts} (MPa)	σ_{ys} (MPa)	Alargamiento 50mm (%)	E (GPa)	K_{IC} ($MPam^{1/2}$)
7075-T6	570	505	11	71	25

Tabla 3. Nomenclatura de los tratamientos utilizados.

Nomenclatura	Recubrimiento
A7R	Ninguno-material de referencia
A7PC	Sólo con pretratamiento
A7SA2	Anodizado sulfúrico con espesor de 2 μm
A7SA5	Anodizado sulfúrico con espesor de 5 μm

El pretratamiento consiste en un ataque alcalino, en una solución 0,5M de NaOH a 40ºC durante 3 min, seguido de una limpieza ácida en una solución de 300 ml/l HNO_3 durante 30 s.

El crecimiento de las capas anódicas se realizó en una disolución de H_2SO_4 0,4 M a una temperatura de 35ºC, aplicando un voltaje constante de 20V durante 5 minutos para las capas de 2 μm de espesor. Las capas más gruesas, 5 μm, se obtuvieron aplicando un potencial en rampa de 4V/min, hasta alcanzar un valor de 20V, y se mantuvo constante durante 10 min**.** El espesor de los recubrimientos se midió con un equipo Fischerscope.

Las probetas utilizadas en los ensayos se obtuvieron a partir del material laminado de 2 mm de espesor con la orientación T-L. Las otras dimensiones de las probetas se mecanizaron ajustándose al dispositivo de ensayo, con sección 19,5 x 74 mm.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para conocer como influye el proceso de anodizado en la respuesta a fatiga de la aleación de aluminio AA7075 se utilizó el ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos 4PB (four point bending), que consiste en dos puntos de apoyo y dos puntos de carga mecanizados con un radio de 0,5 mm.

En la figura 1 se presenta un esquema de la geometría del dispositivo de ensayo y la distribución de las tensiones de tracción en la superficie inferior de la probeta. Para evitar los movimientos longitudinales del material, que tienen lugar en el transcurso del ensayo de fatiga, se colocaron unos topes laterales. Estos extremos fueron recubiertos de teflón para evitar la aparición de tensiones no deseadas debido al pandeo que sufren las probetas en los ensayos de bajo número de ciclos.

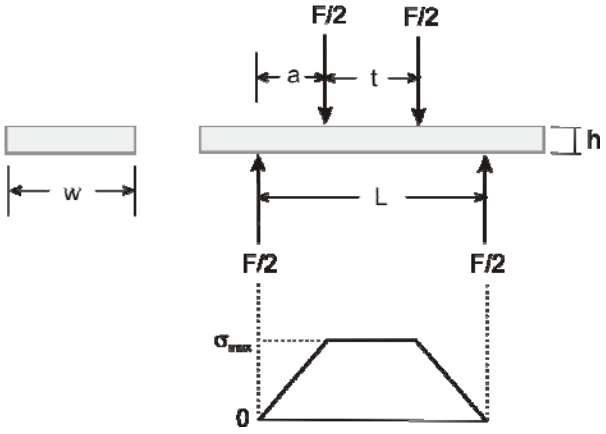


Figura 1. Configuración del ensayo de flexión en cuatro puntos y esquema de la distribución de tensiones en la superficie inferior de la probeta.

La distancia *L* entre los puntos de apoyo se fijó en 45 mm y la relación con el span de carga *t* satisface la relación:

$$t = \frac{2}{3}L$$

Conforme a esta selección en la geometría del dispositivo de ensayo y el espesor de las chapas de aluminio, la relación entre el span interior y el espesor toma el valor de 15 y el cociente entre el span exterior y el ancho es de 22.5.

La característica principal de este tipo de ensayo es que se inducen unas tensiones normales de tracción en la parte inferior de la probeta, y el momento de fuerza entre los dos puntos de carga interiores es nulo. La tensión nominal uniforme entre los dos puntos del span interior es:

$$\sigma = \frac{3a}{wh^2}F$$

donde F es la fuerza aplicada, *a* la distancia entre los puntos de carga y apoyo, w es el ancho y h el espesor.

Estos ensayos de 4PB se realizaron en una máquina de ensayos universales servo-hidráulica con una célula de carga de 5kN.

3.1. Ensayos estáticos de flexión

En primer lugar se realizó la caracterización mecánica de las aleaciones de aluminio en condiciones estáticas para obtener la flexibilidad y el límite proporcional que se derivan del ensayo de flexión en cuatro puntos. El dato del límite proporcional se utilizó para establecer el intervalo de tensiones en el que el material se comporta elásticamente, y para definir los niveles de carga en los ensayos de fatiga. De esta forma, es posible asegurar que con los niveles de carga con los que se trabaja en fatiga el comportamiento del material está dentro del régimen elástico-lineal.

Los ensayos estáticos de flexión se realizaron a temperatura ambiente, y en control de desplazamiento a la velocidad de 0,3 mm/min. Para la finalización del ensayo de flexión se impuso como límite un desplazamiento del actuador de 2 mm, debido a las características geométricas del dispositivo de flexión y al comportamiento plástico del material en las condiciones del ensayo. Con estos valores de desplazamiento y para la geometría de las probetas, las aleaciones de aluminio sufren una importante deformación plástica y el ensayo de flexión se transforma prácticamente en un ensayo de doblado.

3.2. Ensayos dinámicos de flexión

Mediante los ensayos dinámicos de flexión se calculó experimentalmente la resistencia a fatiga en el intervalo de vida finita. Los ensayos se hicieron a temperatura ambiente en control de carga aplicando una onda senoidal de amplitud constante con razón de carga R = 0,1 y con una frecuencia de 15 Hz. Los niveles de carga en los ensayos de fatiga tomaron valores entre el 35% y el 70% del límite proporcional calculado en el ensayo estático de flexión. Los ensayos se consideraron terminados cuando se superaban los $2x10^6$ ciclos, porque en este caso los datos de resistencia pertenecen al rango de vida infinita, o bien cuando se produce el fallo del material. Para definir el criterio de fallo se utilizó como parámetro crítico la flexibilidad cíclica, y el material finaliza su vida útil cuando la flexibilidad aumenta un 10% con respecto al valor inicial.

5. RESULTADOS

Los ensayos estáticos de flexión se realizaron para los 4 tipos de muestras: A7R, A7PC, A7SA2, A7SA5. En la figura 2 se muestra un ejemplo de la gráfica obtenida para una probeta del tipo A7PC donde además de los datos experimentales se ha representado la recta y la ecuación de ajuste del tramo elástico-lineal. La pendiente de esta recta es la rigidez inicial del material en flexión, y su inversa la flexibilidad.

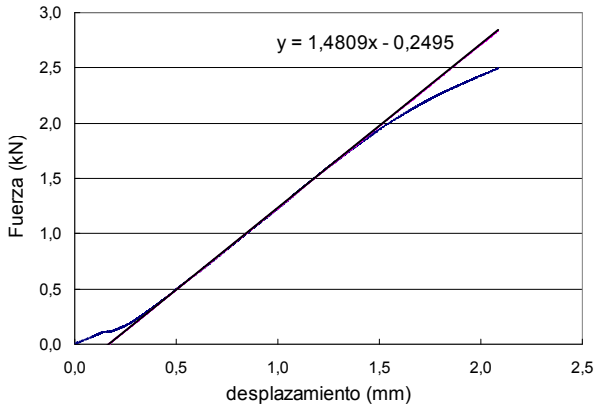


Figura 2. Gráfico tensión-desplazamiento para la probeta de aluminio A7PC.

En la tabla 4 se incluyen los datos del límite proporcional de fuerza, F_p, y de flexibilidad, C_o, obtenidos para los distintos tipos de recubrimientos de la aleación de aluminio 7075.

Tabla 4. Resultados del ensayo estático de flexión: límite proporcional de fuerza y flexibilidad.

Aleación AA7075	**F_p (kN)**	**C_o (mm/kN)**
A7R_2	1,9	0,69
A7PC_2	1,9	0,68
A7SA2_2	2	0,67
A7SA2_3	1,8	0,70
A7SA5_2	1,9	0,68

De estos datos se deduce que el anodizado no afecta al comportamiento estático en flexión, dado que no existen variaciones significativas en ninguno de los dos parámetros. El valor promedio de la fuerza proporcional se establece en 1,9 kN y la flexibilidad inicial, C_o en 0,68 mm/kN. En particular, para las dimensiones de las probetas utilizadas en este trabajo, el valor de la tensión límite proporcional es de 548 MPa. Este valor definirá los niveles de carga en los ensayos dinámico de flexión. Y el valor de la flexibilidad se utilizará como referencia para determinar el avance de la grieta de fatiga, y el fallo del material se producirá cuando la flexibilidad cíclica, C, satisfaga la ecuación:

$$C \geq C_{critica}$$

definida la flexibilidad crítica como:

$$C_{critica} = 1.10 x C_o$$

Los ensayos dinámicos de flexión se realizaron en un intervalo del rango de tensión máxima ΔS comprendido entre 170 MPa y 384 MPa. En particular, los niveles de carga se eligieron tomando como referencia el 35%, 40%, 45%, 50%, 60% y 70% del límite proporcional. En la figura 3 se incluyen los resultados de fatiga obtenidos para las aleaciones A7R, A7PC, A7SA1, A7SA5. Los datos se representan en un gráfico ΔS-N, que representan la máxima tensión cíclica de tracción frente a la vida a fatiga.

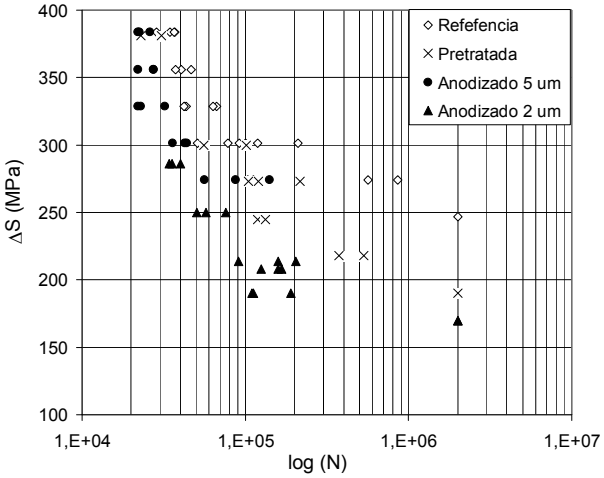


Figura 3. Datos experimentales del ensayo 4PB para la aleación de aluminio AA7075 sin tratamiento superficial, sólo con pretratamiento y con dos espesores de anodizado sulfúrico.

De estos datos cabe destacar la importante reducción en el límite de fatiga de la aleación de aluminio AA7075, que tiene lugar debido al proceso de anodizado. En el material de referencia el límite de fatiga se sitúa entorno a valores de 245 MPa, que se corresponde con un 48% con respecto al límite elástico. Este porcentaje coincide con los datos convencionales que se manejan para las aleaciones de aluminio de alta resistencia, para las cuales se suele tomar el límite de fatiga entorno al 50% del límite elástico. En cambio, para la aleación 7075 sólo con pretratamiento superficial el límite de fatiga se reduce hasta un 38% del límite elástico y para la aleación anodizada en sulfúrico con espesor de 2 μm la reducción es de un 33%.

Para estudiar el comportamiento de las muestras dentro del rango de vida finita, se ha realizado el tratamiento estadístico de los datos utilizando la metodología probabilística propuesta por Maenning [11-12]. Para cada ensayo de un nivel de carga determinado se asigna una función Ψ definida a partir de la probabilidad de fractura P_F:

$$\Psi = \sqrt[3]{\ln\left(P_F\right)}$$

siendo

$$P_F = \frac{(i - 0{,}417)}{(n + 0{,}166)}$$

donde *n* es el número total de probetas ensayadas, *i* el orden correlativo en función del número de ciclos a rotura.

Utilizando esta transformación es posible establecer una relación lineal entre el valor de ln(N) y la función de probabilidad Ψ.

$$\Psi = a\ln(N) + b$$

donde a y b se determinan por mínimos cuadrados.

Así, en base a esta relación se calculó para cada nivel de tensión, el número de ciclos para una probabilidad del 1%, 50% y 99%. En las gráficas de las figuras 4 y 5 se representan los datos del rango de tensión máximo, ΔS frente al número de ciclos para una probabilidad de fractura del 50%, N_{50}.

En la figura 4 se compara la influencia del proceso de anodizado en la vida a fatiga de la aleación 7075. En el caso del material sin tratamiento superficial, se obtienen los valores más altos de resistencia. El pretratamiento promueve una ligera reducción en la respuesta a fatiga, mientras que el anodizado en sulfúrico promueve una reducción significativa en la resistencia a fatiga. En el caso de considerar una solicitación cíclica de carga con ΔS de valor 220 MPa, para la aleación sin tratamiento este intervalo de carga estaría por debajo del límite de fatiga y la aleación no fallaría por fatiga; para la aleación con pretratamiento la vida a fatiga se reduciría hasta una valor aproximado de 300.000 ciclos (probabilidad del 50%) y para la aleación con anodizado sulfúrico de espesor 2 μm, el valor de N_{50} sería del orden de unos 100.000 ciclos, lo que supondría una reducción en más del 50% con respecto al pretratamiento.

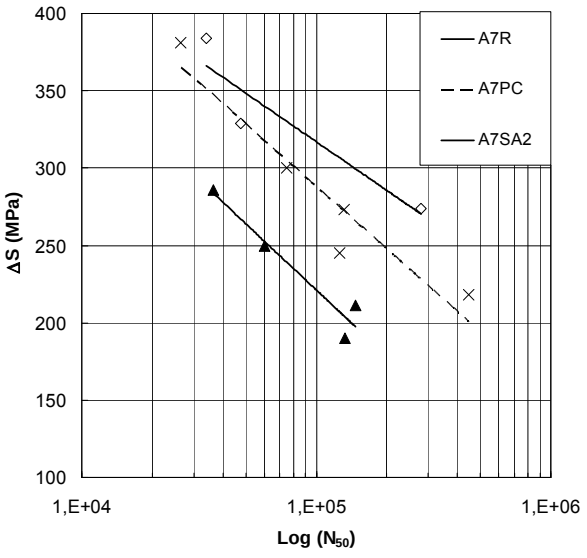


Figura 4. Comparativa de la resistencia a fatiga en función del tratamiento superficial.

En la figura 5 se muestra la influencia del espesor del recubrimiento de anodizado sulfúrico en la respuesta a fatiga de la aleación 7075. Se observa claramente que los valores de resistencia a fatiga de la aleación A7SA5 están por encima de los datos de resistencia de la aleación A7SA2, y por debajo de la recta asociada con la aleación A7PC. Por tanto, aunque también hay pérdidas en la resistencia a fatiga en la aleación anodizada con espesor de 5 μm con respecto a la aleación pretratada, los resultados no son tan severos como los obtenidos para la aleación de 2 μm.

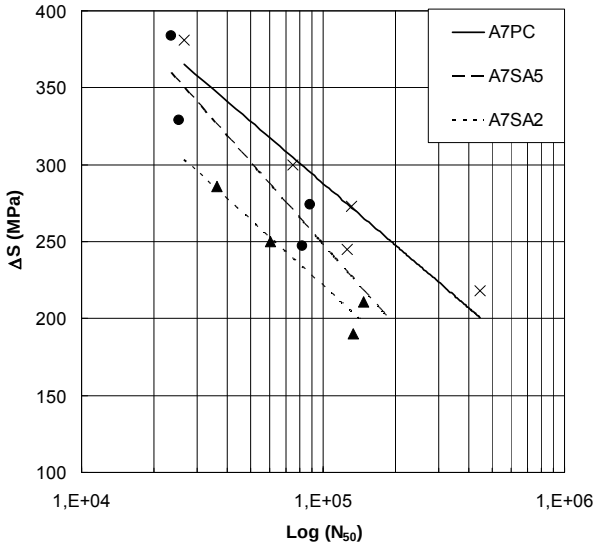


Figura 5. Comparativa de la resistencia a en función del espesor del anodizado sulfúrico.

CONCLUSIONES

• El proceso de pretratamiento superficial convencional constituido por un ataque alcalino y una limpieza ácida en la aleación AA 7075-T6 influye en la respuesta a fatiga del material, disminuyendo ligeramente su resistencia con respecto al material de referencia.

• El anodizado en sulfúrico de la aleación AA7075 reduce la resistencia a fatiga. Los datos de resistencia son inferiores a los obtenidos en la aleación pretratada.

• El espesor de la capa anódica influye en la respuesta a fatiga. Con espesores pequeños, entorno a 2 μm, el proceso de anodizado reducen sensiblemente la vida a fatiga de la aleación AA7075 con respecto a la aleación sin ningún tratamiento superficial. En los resultados obtenidos con anodizados de espesores del orden de las 5 μm, se observa que las propiedades de fatiga del material mejoran en relación a la aleación anodizada con espesor de 2 μm.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto de la Xunta PGIDT 05PXIA11801PR y al Proyecto Intramural

Especial PIE-2007/8 del Consejo Superior de Investigaciones Científica por la financiación recibida.

REFERENCIAS

[1] M. Suraratchai, J. Kimido, C. Mabru, R. Chieragatti. "Modelling the influence of machined surface roughness on the fatigue life of aluminium alloy". International Journal of Fatigue, 30, 2008, pp 2119-2126.

[2] Rolfe S.T. and Barsom, J.M." Fracture & Fatigue control in structures", Prentice Hall, NJ, 1977.

[3] P.P. Benham and R.J. Crawford. Mechanics of engineering materials. Ed. Longman Scientific & Technical.

[4] P. Kadolkar and N.B. DAhotre. Mat. Science Eng. 2003, vol. A342, pp, 183-191.

[5] T. Shimokawa and Y. Hamaguchi. J. Eng. Mater. Technol., 1985, vol 107, pp. 214-220.

[6] Bystritskii V., E. Gartae, J. Earthman, et al. "Fatigue properties of 2024-T3, 7075-T6 aluminum alloys modified using plasma-enhanced ion beams". Theor. Aplied Fracture Mechanics, 32 (1999), 47-53.

[7] T. Zhai, M.D. Garrat, G.H. Bray. "Four point bend fatigue of AA2026 aluminum alloys". Metallurgical and materials transaction A, vol 36A, 2005.

[8].S. Wernick, R. Pinner, P.G. Sheasby, The surface treatment and finishing of aluminium and its alloys, Vol.1 5th ed., ASM International, Metals Park, OH 1995.

[9] ASTM D6272-02. Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulators materials by four-point bending.

[10] M.A. Arenas, A. Conde y J. Damborenea. "Anodizados alternativos al crómico de bajo impacto medioambiental". IX Congreso Nacional de Materiales, pp. 741-744.

[11] Maenning WW. "Planning and evaluation of fatigue tests". ASM Handbook fatigue and fracture, 1997, pp, 303-313.

[12] A. Monsalve, M. Páez, M. Toledano et al. "S-N-P curves in 7075 T7351 and 2024 T3 aluminium alloys subjected to surface treatments". Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. 30, 2007, 748-758.

MODELIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO CÍCLICO DE LA SUPERALEACIÓN INCONEL© 625

R. Rodríguez-Martín, J.L. Pedrejón, D. González, M.R. Elizalde, I. Ocaña, A. Martín-Meizoso, J.M. Martínez-Esnaola

CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra)
Paseo de Manuel Lardizábal, 15
20018 San Sebastián. España
E-mail: rarodriguez@ceit.es

RESUMEN

Inconel© 625 es una superaleación de base níquel que presenta una gran resistencia mecánica a elevadas temperaturas y un excelente comportamiento frente a la oxidación y la corrosión. Por esta razón, es una aleación muy utilizada en la fabricación de componentes del sector aeronáutico y naval. En sus aplicaciones, esta superaleación se encuentra habitualmente sometida a procesos de fatiga severos. Se han realizado ensayos de fatiga isoterma en control de deformación con el objetivo de estudiar la evolución del Inconel© 625 bajo la acción de cargas cíclicas (entre los primeros ciclos y el ciclo estabilizado). Posteriormente, se ha modelizado dicha evolución utilizando el programa de elementos finitos ABAQUS. Para ello, se ha considerado un modelo de plasticidad cíclica que estima el endurecimiento del material mediante la combinación de una componente isótropa y otra cinemática no lineal. Se concluye que el modelo captura correctamente la respuesta cíclica del Inconel© 625.

ABSTRACT

Inconel© 625 is a nickel-based superalloy that possesses high strength and toughness over a wide range of temperatures and excellent resistance to oxidation and corrosion. For this reason, this alloy is widely used in aeronautical and naval component manufacturing. In its applications, Inconel© 625 is often subjected to severe fatigue processes. Low cycle isotherm fatigue tests under strain control have been conducted with the aim of analysing the evolution of this alloy under cyclic loading (between the first cycles and the stabilised cycle). Subsequently, this behaviour has been modelled using ABAQUS finite element software. The model chosen estimates the hardening of the material by means of two components: a nonlinear isotropic component and a nonlinear kinematic component. It is concluded that this model correctly captures the cyclic response of Inconel© 625.

PALABRAS CLAVE: Superaleación de níquel, Fatiga isoterma, Modelización mediante elementos finitos.

1. INTRODUCCIÓN

Inconel© 625 es una superaleación de base níquel que posee elevada resistencia mecánica, excelente conformabilidad y extraordinaria resistencia a la corrosión. Dichas características se mantienen hasta los 1000 ºC [1,2]. La Tabla 1 recoge la composición química de esta aleación.

Tabla 1. Composición química de la superaleación Inconel© 625 [1].

Elemento	% peso	Elemento	% peso
Ni	≥ 58	Cr	20-23
Fe	5	Co	1
Ti	8-10	Nb (+Ta)	3.15-4.15
Mo	0.4	Al	0.4
C	0.1	Mn	0.5
Si	0.5	—	—

Las excelentes propiedades del Inconel© 625 derivan de la combinación de los distintos elementos de aleación. Concretamente, el efecto endurecedor del molibdeno y del niobio en la matriz níquel-cromo origina su elevada resistencia ante entornos extremadamente corrosivos y ante fenómenos de degradación producidos por las altas temperaturas como la oxidación, la carburización y la fatiga térmica.

El rango de aplicabilidad del Inconel© 625, habitualmente dirigido a componentes sometidos a temperaturas elevadas, es, en consecuencia, muy amplio: sector aeronáutico, naval, nuclear… En muchas aplicaciones la fatiga isoterma de bajo número de ciclos constituye un modo de fallo potencial [3,4]. Esta circunstancia exige un buen conocimiento de la respuesta de la superaleación bajo la acción de cargas cíclicas a altas temperaturas. En este trabajo se

presentan resultados experimentales de fatiga isoterma realizados sobre tubos de Inconel© 625 a 650 ºC. Además, se reproduce satisfactoriamente la evolución del material durante estos ensayos mediante un modelo de plasticidad cíclica.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

Se han realizado ensayos de fatiga uniaxial de bajo número de ciclos en control de deformación a 650 ºC en una máquina universal servohidraúlica INSTRON modelo 1342. Se han utilizado tubos de Inconel© 625 con un diámetro interno de 22.5 mm y un diámetro externo de 25 mm. El rango de deformación ha sido 0.8%. La Figura 1 detalla el montaje experimental empleado.

Figura 1. Ensayo de fatiga uniaxial de bajo número de ciclos realizado sobre un tubo de Inconel© 625 a 650 ºC.

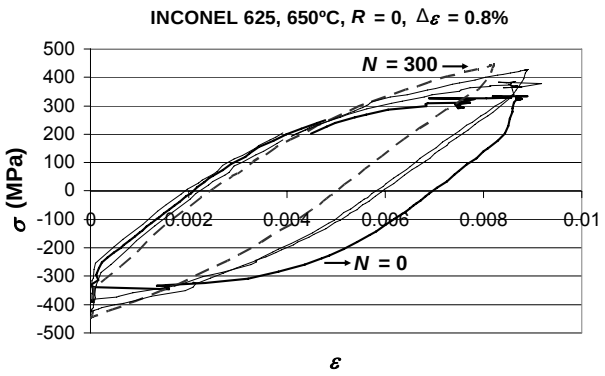


Figura 2. Respuesta cíclica del Inconel© 625.

La Figura 2 muestra la evolución de la curva tensión-deformación durante los ensayos. El material endurece a medida que aumenta el número de ciclos hasta alcanzar una estabilización.

3. MODELO DE PLASTICIDAD CÍCLICA

Para simular la respuesta del material bajo la acción de cargas cíclicas se ha utilizado un modelo de plasticidad basado en el trabajo de Chaboche y Lemaître [5-7].

3.1 Generalidades

Todos los modelos de plasticidad definen aspectos comunes:

1) Las condiciones para el inicio de la plasticidad, introducidas mediante el concepto de superficie de fluencia, que delimitan el régimen elástico del plástico.
2) La ley de fluencia, que describe la relación entre la tensión y la velocidad de deformación plástica.
3) La regla de endurecimiento por deformación, que especifica el modo en que la superficie de fluencia evoluciona durante la historia de carga.

A continuación se desarrolla resumidamente cada uno de estos puntos para el modelo en cuestión.

3.2 Descripción del modelo

Superficie de fluencia

El comúnmente denominado modelo de Chaboche utiliza la condición de fluencia de von Mises:

$$f(\boldsymbol{\sigma}-\boldsymbol{\alpha})=\sqrt{\frac{3}{2}\left(\mathbf{S}-\boldsymbol{\alpha}^{\mathrm{dev}}\right):\left(\mathbf{S}-\boldsymbol{\alpha}^{\mathrm{dev}}\right)} \qquad (1)$$

siendo $\mathbf{S}$ y $\boldsymbol{\alpha}^{\mathrm{dev}}$ las componentes desviadoras de los tensores $\boldsymbol{\sigma}$ y $\boldsymbol{\alpha}$, respectivamente, donde $\boldsymbol{\sigma}$ es el tensor de tensiones de Cauchy y $\boldsymbol{\alpha}$ representa la traslación de la superficie de fluencia. Dicha traslación ha de considerarse puesto que el modelo evalúa la plasticidad cíclica, i.e., existe inversión de la carga.

Ley de fluencia

El modelo supone una ley de fluencia asociada:

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathrm{pl}}=\dot{\bar{\varepsilon}}^{\mathrm{pl}}\frac{\partial f}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \qquad (2)$$

donde $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathrm{pl}}$ es la velocidad de flujo plástico y $\dot{\bar{\varepsilon}}^{\mathrm{pl}}$ la velocidad de deformación plástica equivalente.

Regla de endurecimiento

Para describir el endurecimiento o ablandamiento cíclico de los materiales el modelo emplea una combinación de endurecimiento cinemático e isótropo. De este modo, captura convenientemente fenómenos como el efecto Bauschinger o la acumulación de deformación plástica (*ratchetting*) [6,8].

La componente isótropa del endurecimiento describe el aumento de tamaño gradual de la superficie de fluencia durante la deformación plástica. El modelo incorpora este efecto mediante una ley exponencial:

$$\sigma^0 = \sigma|_0 + Q_\infty\left(1 - e^{-b\bar{\varepsilon}^{pl}}\right) \quad (3)$$

siendo σ^0 la tensión equivalente que define el tamaño de la superficie de fluencia, $\sigma|_0$ la tensión de fluencia a deformación plástica nula, Q_∞ el cambio máximo en el tamaño de la superficie de fluencia y b la velocidad de cambio en el tamaño de la superficie de fluencia según aumenta la deformación plástica.

El endurecimiento cinemático estima que, a medida que la superficie de fluencia crece, también se desplaza en la dirección de la deformación. En el modelo de Chaboche la evolución del centro de la superficie de fluencia sigue la ecuación (4):

$$\dot{\boldsymbol{\alpha}} = C\frac{1}{\sigma^0}(\boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\alpha})\dot{\bar{\varepsilon}}^{pl} - \gamma\boldsymbol{\alpha}\dot{\bar{\varepsilon}}^{pl} \quad (4)$$

donde $\boldsymbol{\alpha}$, denominada tensión interna o *backstress*, representa la traslación de la superficie de fluencia en el espacio de tensiones, C es el módulo de endurecimiento cinemático inicial y γ es la velocidad de disminución del endurecimiento cinemático con el aumento de la deformación plástica.

4. MODELIZACIÓN MEDIANTE ELEMENTOS FINITOS

Para las simulaciones se ha utilizado el software de elementos finitos ABAQUS [9]. El paquete comercial incorpora el modelo de Chaboche en su formulación.

4.1 Modelo y mallado

Se ha diseñado un modelo que reproduce la geometría y las dimensiones reales de las probetas ensayadas (Figura 3). El mallado se ha realizado mediante elementos sólidos de 8 nodos (C3D8). La simulación se ha llevado a cabo en control de desplazamiento asegurando un rango de deformación idéntico al empleado en los ensayos de fatiga de bajo número de ciclos (0.8%). El movimiento del extremo inferior del tubo ha sido anulado. Se han simulado 300 ciclos.

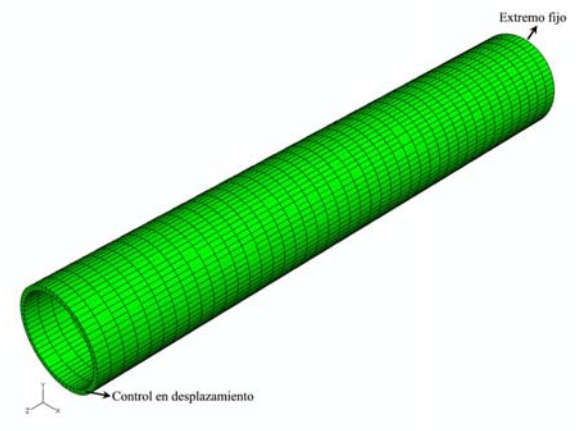


Figura 3. Geometría y mallado del modelo utilizado en las simulaciones.

4.2 Calibración de los parámetros del modelo

Atendiendo a las expresiones (3) y (4), resulta obvio que el modelo de Chaboche requiere la identificación de distintos parámetros. Todos ellos se han obtenido utilizando las curvas experimentales (Figura 2) y siguiendo minuciosamente las instrucciones del manual de ABAQUS [9].

Endurecimiento isótropo

Para la determinación de los parámetros relacionados con esta componente del endurecimiento se han calculado e introducido en la simulación los valores que adquiere la tensión equivalente σ^0 a medida que avanza el número de ciclos y la correspondiente deformación plástica equivalente. Mediante la opción *CYCLIC HARDENING, ABAQUS estima Q_∞ y b.

Endurecimiento cinemático

Los parámetros requeridos en la evaluación del endurecimiento cinemático se han obtenido del ciclo estabilizado (N = 300). Concretamente, a partir de este ciclo se han tabulado los valores de tensión y su deformación plástica asociada. Esto ha permitido la calibración de los parámetros C y γ mediante la opción *PLASTIC, HARDENING = COMBINED, DATA TYPE = STABILIZED.

Dado que los ensayos y las simulaciones se han realizado en el mismo rango de deformación no se presumen discrepancias en los resultados debidas a la posible influencia de dicha variable en la forma de las curvas cíclicas tensión-deformación.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 4 muestra los resultados derivados de las simulaciones. Se comprueba que el modelo de Chaboche predice el endurecimiento progresivo del Inconel© 625.

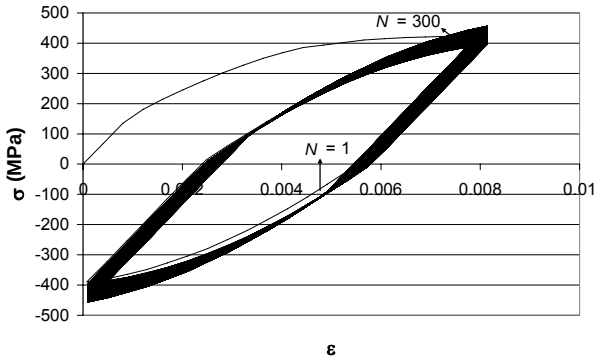


Figura 4. Resultados de la simulación de la evolución del comportamiento cíclico del Inconel© 625 a 650 ºC en un rango de deformación del 0.8%.

Si se comparan los resultados experimentales y la predicción del modelo para los primeros ciclos (Figura 5), se observa sin embargo que la simulación no reproduce adecuadamente el comportamiento real.

Para aclarar esta circunstancia se presenta la Figura 6. En ella se ilustra la curva tensión-deformación experimental para el primer ciclo y el ciclo estabilizado (N = 300). Se percibe que la forma del primer ciclo difiere notablemente de la forma del ciclo estabilizado. Este fenómeno ocurre frecuentemente e indica que la componente cinemática del endurecimiento es función del número de ciclos [9]. El modelo implementado en ABAQUS no permite incluir esta dependencia. Por este motivo, ha de elegirse un ciclo representativo para calibrar los parámetros cinemáticos. Dado que el objetivo de este trabajo es evaluar la respuesta del Inconel© 625 bajo la acción de ciclos continuados, se ha preferido considerar el ciclo estabilizado para la calibración. En consecuencia, el modelo no captura la forma de los primeros ciclos. Por tanto, si se hubiera pretendido atinar en la predicción del comportamiento durante los primeros ciclos, se habrían utilizado éstos para la calibración.

En la Figura 7 se presenta la predicción del modelo y la curva tensión-deformación experimental para el ciclo estabilizado. En este caso, existe una concordancia aceptable y el modelo describe adecuadamente las tensiones máxima y mínima medidas durante el ensayo.

Finalmente, se muestra la predicción obtenida para un ciclo intermedio (N = 100). La forma del ciclo estimado mediante simulación se asemeja a la forma del ciclo experimental (Figura 8). Se comprueba, en consecuencia, que a medida que el material se aproxima a la estabilización el modelo propuesto proporciona mejores predicciones.

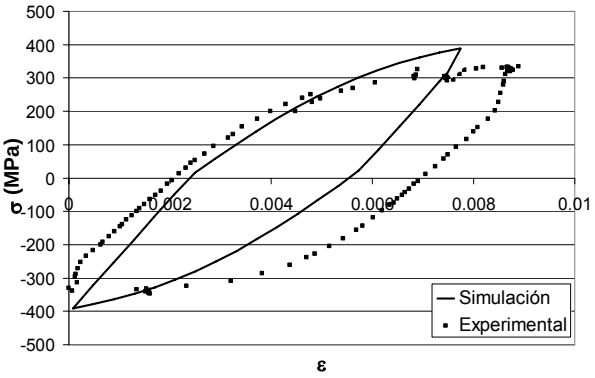


Figura 5. Comparación de la simulación mediante elementos finitos y los resultados experimentales para el primer ciclo.

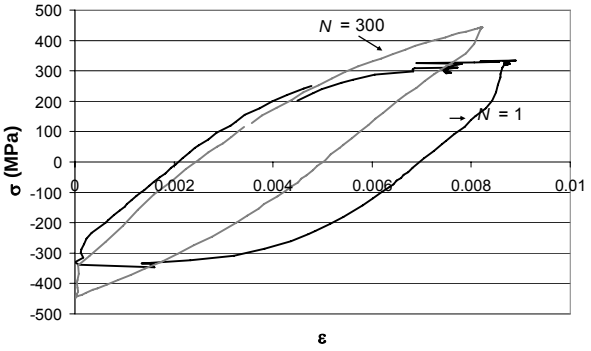


Figura 6. Curvas cíclicas tensión-deformación obtenidas experimentalmente para el primer ciclo y el ciclo estabilizado.

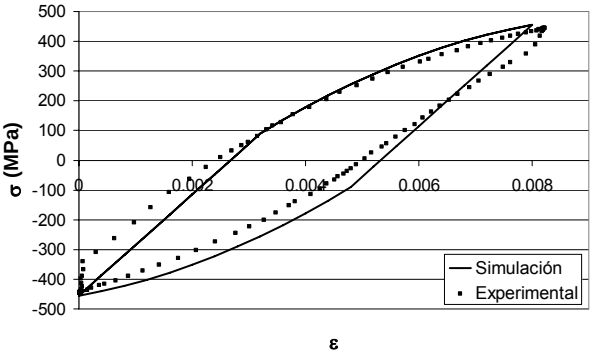


Figura 7. Comparación de la simulación mediante elementos finitos y los resultados experimentales para el ciclo estabilizado.

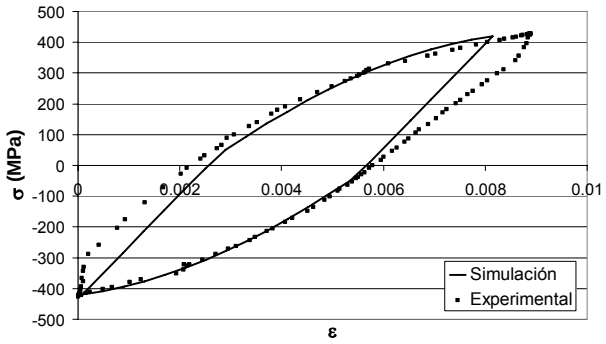


Figura 8. Comparación de la simulación mediante elementos finitos y los resultados experimentales para un ciclo intermedio (N =100).

6. CONCLUSIONES

- El modelo de Chaboche, implementado en el software de elementos finitos ABAQUS, reproduce razonablemente la respuesta cíclica del Inconel© 625 a 650 ºC. Este material endurece según se incrementa la deformación.
- El modelo exige la calibración de varios parámetros a partir de los datos experimentales. Dicha calibración ha de realizarse considerando los ciclos de interés (primeros ciclos o ciclo estabilizado) para la aplicación analizada.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación recibida dentro del proyecto "Ensayos de fatiga termo-mecánica con mínimos gradientes térmicos y de fase" (MAT2008-03735/MAT). También al Gobierno Vasco la ayuda recibida dentro del proyecto PI09-09. Finalmente, R. Rodríguez-Martín desea expresar su agradecimiento al programa Torres Quevedo del Ministerio de Educación y Ciencia y cofinanciado por el Fondo Social Europeo por la ayuda económica que le ha sido concedida.

REFERENCIAS

[1] http://www.specialmetals.com/ [Consulta: Febrero de 2009].

[2] Shankar, V., Rao, K.B.S. and Mannan, S.L., "Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy", *Journal of Nuclear Materials*, vol. 288, nº 2-3, 2001, pp. 222-232.

[3] Stekovic, S., *Tesis Doctoral*, "Isothermal low cycle fatigue of uncoated and coated nickel-base superalloys", Linköpings University, Sweden, 2004.

[4] Wang, Z.G., Buschow, K.H.J., Robert, W.C., Merton, C.F., Bernard, I., Edward, J.K., Subhash, M. and Patrick, V., *Fatigue of Superalloys (Elevated Temperatures)*, in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. 2001, Elsevier: Oxford. p. 2986.

[5] Chaboche, J.L., "Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity", *International Journal of Plasticity*, vol. 5, nº 3, 1989, p. 247.

[6] Chaboche, J.L., Nouailhas, D., Pacou, D. and Paulmier, P., "Modeling of the cyclic response and ratchetting effects on inconel-718 alloy", *European Journal of Mechanics, A/Solids*, vol. 10, nº 1, 1991, p. 101.

[7] Lemaitre, J. and Chaboche, J.L., "Mechanics of solids materials", CPU, Cambridge, 1990.

[8] Chaboche, J.L., "On some modifications of kinematic hardening to improve the description of ratchetting effects", *International Journal of Plasticity*, vol. 7, nº 7, 1991, p. 661.

[9] ABAQUS. Reference manuals, version 6.7. Hibbit, Karlsson and Sorensen. Providence, RI, 2004.

Análisis de parámetros determinantes de la fragilización por hidrógeno en tendones de alta resistencia galvanizados en contacto con medios alcalinos.

F. Javier Recio, M. Cruz Alonso.

Instituto de Ciencias de la Construcción "Eduardo Torroja"
C/ Serrano Galvache 4, 28033, Madrid, Spain
fjrecio@ietcc.csic.es

RESUMEN

Los tendones galvanizados de alta resistencia se llevan empleando en construcciones pretensadas desde hace décadas, pero su uso esta restringido a situaciones en las que no se encuentren en contacto directo con materiales de base cemento. Esta restricción es debida al posible riesgo de sufrir fenómenos de fragilización debido al hidrógeno generado durante las primeras horas de entrar en contacto el revestimiento galvanizado con el medio alcalino del hormigón. El fenómeno de fragilización puede tener lugar si se produce la difusión de hidrógeno hacía el interior del acero del alambre galvanizado en tensión. Si el hidrógeno difundido queda atrapado y deforma la red metálica del hierro, puede afectar a las propiedades mecánicas del acero base.

En este trabajo se han estudiado los parámetros que contribuyen al riesgo de generar fenómenos de fragilización en alambres pretensados galvanizados. Los parámetros estudiados han sido: 1) el pH del medio; 2) el tiempo de exposición a la fuente de hidrógeno: 3) el estado tensional y 4) el espesor de la capa de galvanizado. Riesgo de fragilización sólo se detectó en casos en los que el alambre tenia pequeño espesor de capa galvanizada (30μm), expuesto a un medio alcalino pH = 13.5 y periodo prolongado de la evolución de hidrógeno, 48horas. También se deduce que el riesgo de fragilización depende del nivel tensional al que el acero está sometido.

ABSTRACT.

High strength galvanized tendons have been employed in prestressed structures since several decades. But its use has been limited to situations where they are not in contact with the alkaline cement based materials. This restriction is due to the risk to suffer hydrogen embrittlement during the first hours of contact with the alkaline media, before reaching the passivation. In the first stage the galvanized coating reacts with the alkaline media and produces hydrogen on its surface. This hydrogen generated could diffuse inside the bare steel and be trapped in the iron lattice introducing a deformation. The deformations of the internal structure of the iron lattice can induce lost of mechanical properties of the wires or tendon. The hydrogen evolution length depends on the pH of the media, and therefore the embrittlement risk depends of the hydrogen evolution generated, but also on the characteristic of the galvanized coating.

The conditions for embrittlement risk in high strength galvanized steel wires and tendons have been evaluated. The parameters considered are: 1) the alkaline pH environment, 2) the thickness of galvanized coating, 3) the length of the hydrogen evolution process, and 4) the tensional level of the wire. Embrittlement has been found in those wires with thin galvanized coating (30μm) exposed to the most alkaline media (pH 13.5), for 48hours of hydrogen evolution. Also the tensional level affects the hydrogen embrittlement risk.

PALABRAS CLAVE: Tendones galvanizados, efecto de la carga, fragilización por hidrógeno.

1. INTRODUCCIÓN.

La evolución en el campo de la construcción, junto con los elevados requisitos mecánicos exigidos a las estructuras provocó la aparición de las estructuras pretensadas, que tuvieron su gran desarrollo en el siglo pasado. A pesar de que en general estas estructuras han demostrado ser durables, en algunos casos se han encontrado daños asociados a la corrosión de las armaduras pretensadas [1]. Una de las principales causas de estos daños ha sido la penetración de agresivos como el ión cloruro o por la carbonatación del recubrimiento, a las que hay que también añadir el riesgo de sufrir fenómenos de corrosión bajo tensión, [2,3].

Un método utilizado en hormigón armado para reducir la acción agresiva del medio ambiente es el empleo de armaduras galvanizadas [4]. Son

amplios los estudios que se han desarrollado sobre la capacidad protectora del recubrimiento galvanizado en hormigón armado. Estos estudios arrojan resultados muy positivos en ambientes especialmente corrosivos debido a la resistencia de la capa pasiva que forma el Zn en contacto con hormigón y a que la capa de Zn actúa tanto como ánodo de sacrificio respecto al acero base [5].

En el caso de las estructuras pretensadas también se empezaron a comercializar y a utilizar tendones galvanizados con el fin de aumentar la durabilidad de estas estructuras. Sin embargo, algunos fallos detectados en Inglaterra en tendones galvanizados que se asociaron a fenómenos de fragilización por hidrógeno limitaron su uso como tendones adherentes en contacto directo con hormigón [6]. Posteriormente la FIP determinó en 1991 [6] que el problema de fragilización en tendones galvanizados podía estar asociado a dos causas: al tratamiento ácido previo a la galvanización en caliente o por la toma en contacto con materiales de base cemento. Estudios recientes [7] han descartado, que el riesgo de fragilización por hidrógeno del acero galvanizado pretensado sea debido a la limpieza con ácido previo a la galvanización mediante la medida de hidrógeno dentro del acero después de la galvanización en caliente.

El presente trabajo se sitúa dentro de una línea de estudio que aborda el riesgo de sufrir fenómenos de fragilización en tendones y alambres galvanizados de alta resistencia en contacto con los medios alcalinos propios del hormigón. En estudios anteriores [8,9] se desarrollaron metodologías para la evaluación del riesgo de fragilización por hidrógeno de aceros de alta resistencia galvanizados basados en la exposición al medio alcalino y posterior rotura en diferentes condiciones. En el presente trabajo se profundiza en el efecto que determinados parámetros tienen en el proceso: espesor de la capa de galvanizado, tiempo de exposición al medio alcalino, pH del medio, y nivel tensional del acero.

2. EXPERIMENTAL.

Caracterización de los aceros galvanizados.

Para la determinación de las condiciones críticas de desarrollo del fenómeno de fragilización, debido al hidrógeno generado en el proceso de pasivación del acero galvanizado en medios alcalinos, se han utilizado dos tipos de recubrimiento galvanizado. Se trata de alambres y tendones pretensados galvanizados en caliente. El acero denominado (*GA*) procede de alambre en rollo previo al trenzado del tendón y el material (*GB*) proviene de alambres de tendón ya trenzado. El tendón está formado por seis alambres externos helicoidales en torno a uno recto central. El diámetro de los dos tipos de alambres es de 5mm. Las propiedades mecánicas de ambos materiales son similares, y se incluyen en la tabla 1. Los datos que se exponen en dicha tabla fueron obtenidos mediante curvas tensión-deformación siguiendo la metodología descrita en la normativa UNE-EN [10]

Tabla1. *Parámetros mecánicos de los alambres GA y GB*

	Alambre (Rollo) *GA*	Tendón *GB*	Alambre de Tendón *GB*
σ_{max}/ MPa	1954	1886	1979
$\sigma_{0.2\%}$/ MPa	1782	1660	1809
ε/ %	4.2	4.0	3.8

La diferencia fundamental entre los dos materiales en estudio es el espesor de la capa galvanizada. Con el fin de conocer el espesor del recubrimiento galvanizado se cortaron muestras de forma transversal y longitudinal de ambos materiales. Las muestras fueron embutidas en bakelita y se pulieron con lijas terminando el pulido con paño de 3μm. Posteriormente se reveló la capa da galvanizado con Nital (3% ácido nítrico en Etanol), con el fin de poder diferenciar las sub-capas aleadas de la capa total de galvanizado. Analizando las medidas se determinó un espesor de capa galvanizada para el alambre *GA* de 35.4±8.8μm y para el alambre *GB* (procedente del tendón) un espesor de 146.1±6.1μm. Esta diferencia de espesor de capa galvanizada se debe principalmente al tamaño de la capa exterior de Zn puro (sub-capa η), que en el caso de *GA* es de 14±6μm y en el caso de *GB* es de 120±10μm.

Medios de ensayo.

Para estudiar la influencia del medio alcalino en la fragilización por hidrógeno se utilizaron medios con diferente pH. Los medios alcalinos se prepararon mediante una disolución de $Ca(OH)_2$sat., con adiciones crecientes de KOH (0.1, 0.2, 0.5M) para obtener valores de pH comprendidos desde 12.5 hasta 13.5. Los pH

estudiados y condiciones de ensayo se recogen la tabla 2.

Estudio de la etapa de evolución de hidrógeno.

Para el estudio de la evolución de hidrógeno sobre el recubrimiento galvanizado bajo distintos niveles de carga, se registró en continuo el potencial de corrosión (Ecorr) de los alambres, expuestos a los diferentes medios alcalinos.

Como criterio utilizado para identificar el fin de la etapa de evolución de hidrógeno mediante la medida del potencial de corrosión se tomó como referencia valores de Ecorr<-1000mV vs. SCE, valores superiores de potencial implicarían el fin de la etapa de evolución de hidrógeno [11].

También la resistencia a la polarización (Rp) se midió de forma periódica en todos los casos de exposición, con el fin de poder calcular los valores de velocidad de corrosión (v_{corr}) y posteriormente determinar la pérdida de espesor de capa galvanizada a partir de la Ley de Faraday.

Ensayos mecánicos.

Los ensayos mecánicos realizados para determinar la alteración de las propiedades mecánicas de los aceros galvanizados de alta resistencia expuestos al medio alcalino, se basaron en la siguiente metodología: los aceros se sometieron a diferentes niveles de carga durante distintos tiempos de exposición al medio alcalino y una vez terminado el tiempo de exposición se llevaron a rotura fuera del medio.

El primer nivel de carga elegido fue el valor del 80% de la carga máxima ($\sigma_{máx}$) del material, ya que este valor está dentro del comportamiento elástico del material y es el máximo que recomiendan los códigos de construcción para aceros pretensados. También se consideró un nivel de carga dentro de la zona plástica del acero a un nivel de deformación aproximado de 2.5%. Los tiempos de exposición al medio alcalino bajo los distintos niveles de carga fueron dos: 24 y 48horas. En la tabla 2 se recoge el resumen de los ensayos realizados en este estudio.

Una vez terminado el periodo de exposición los alambres se extrajeron del medio y se llevaron a rotura al aire a una velocidad de 5MPa/s, tal como se indica en anteriores trabajos [9].

Tabla 2.*Resumen de los ensayos realizados.*

Material	pH	tiempo exp/ h	Nivel de carga	
		24	Zona elástica	Zona plástica
Alambre *GA*	12.5	24	-----	-----
		48	X	-----
Alambre *GA*	12.8	24	-----	-----
		48	X	-----
Alambre *GA*	13.2	24	-----	-----
		48	X	-----
Alambre *GA*	13.5	24	X	X
		48	X	X
Alambre *GB*	13.5	24	X	X
		48	X	X

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1. Etapa de evolución de hidrógeno. Estudio electroquímico.

Las medidas de potencial de corrosión representadas en la figura 1 corresponden a los ensayos en los que el alambre estaba sometido a una carga del 80%$\sigma_{máx}$ y expuesto a los diferentes medios alcalinos.

Puede observarse que la duración de la etapa de evolución de hidrógeno está claramente relacionada con el pH del medio al que está expuesto el acero. Este comportamiento ya se detectó en anteriores trabajos aunque en ellos no se registró el potencial de forma continua durante el ensayo ni el acero estaba bajo carga [8,9].

En los medios de exposición alcalinos ensayados de pH<12.8, donde la proporción de iones calcio es mayor, la evolución de hidrógeno finaliza a las pocas horas del ensayo (Ecorr>-1000mV vs. ESC). En estos medios alcalinos de pH 12.5 y 12.8, esta etapa solamente dura 2 y 4 horas respectivamente.

Al aumentar el pH del medio, la etapa de evolución de hidrógeno tiende a prolongarse. En el caso en que el alambre esté expuesto a un medio de pH 13.2 la evolución de hidrógeno se mantiene durante 30 horas, y en caso del pH más alcalino (pH 13.5) no se inhibe durante las 48 horas de duración máxima del ensayo.

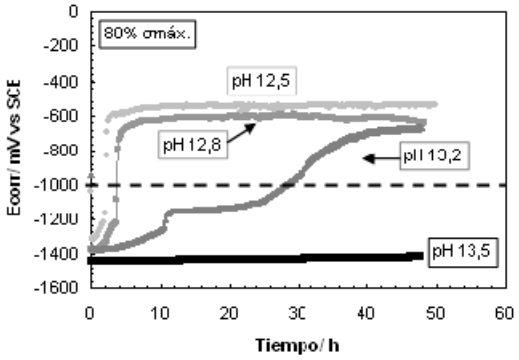


Figura 1. Evolución del potencial de corrosión de alambres sometidos al 80%$\sigma_{máx}$ y expuesto a los diferentes medios alcalinos.

Como se ha indicado en la parte experimental, los valores de velocidad de corrosión (v_{corr}) que se representan en la figura 2 fueron calculados utilizando los valores de Rp medidos periódicamente en los aceros expuestos a los diferentes medios alcalinos y 80% de carga, durante 48 horas.

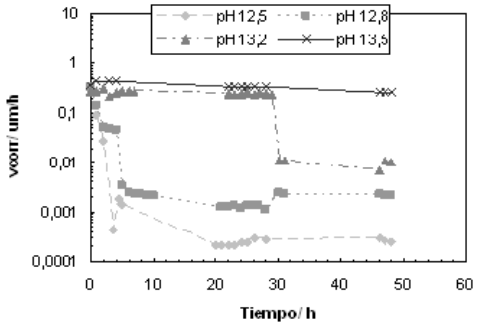


Figura 2. Evolución de la velocidad de corrosión en alambres galvanizados GA, expuestos a diferentes medios alcalinos, bajo un nivel de carga del 80%.

En la figura pueden observarse los cambios drásticos que se producen en los valores de v_{corr} cuando la etapa de evolución de hidrógeno cesa, que se correlacionan muy bien con los valores de Ecorr medidos. Mientras que en el alambre expuesto al medio más alcalino los valores de velocidad de corrosión se mantienen estables y altos, alrededor de 0.5µm/h, a medida que disminuye el pH del medio de exposición, los valores de v_{corr} decaen al acabar la etapa de evolución de hidrógeno. En el caso de exposición a un medio de pH 13.2, a las 30horas se detecta una caída en el valor de V_{corr} de un orden de magnitud, manteniéndose en este rango durante el resto del tiempo de exposición al medio alcalino. De igual forma, en los medios con menor alcalinidad, el descenso en los valores de velocidad de corrosión es más drástico, al alcanzarse la pasivación. En estos casos la caída es de dos órdenes de magnitud para el caso de pH 12.8 (V_{corr}=0.003µm/h) y de tres para pH 12.5 (V_{corr}=0.0003µm/h), a las 2 y 4horas de exposición.

En estudios previos [12-14] con armaduras galvanizadas expuestas a ambientes similares a los de este trabajo, pero sin estar sometidos a ningún tipo de carga se asociaron los valores de densidad de corriente obtenidos en los diferentes medios alcalinos, con la formación de una capa pasiva de hidroxizincato cálcico. Se concluyó que la capacidad protectora de dicha capa es inversamente proporcional al valor del pH del medio de exposición. Esto se debe a la diferente proporción de iones calcio en el medio alcalino, ya que el ión calcio es el responsable de la formación de la capa pasiva de hidroxizincato cálcico [15].

La coincidencia temporal entre la disminución de los valores de V_{corr} y el aumento del potencial de corrosión superando los -1000mV vs. ESC, impuesto como límite para la evolución de hidrógeno, corrobora los datos de duración de la etapa de evolución de hidrógeno.

Con los datos obtenidos de velocidad de corrosión se ha calculado la carga en Culombios, que pasa por el alambre durante el tiempo de exposición al medio alcalino. En la figura 3, se compara la carga electroquímica total (Q_{tot}) que pasa por unidad de área expuesta de acero galvanizado al medio y la contribución que tiene la etapa de evolución de hidrógeno (Q_H) en la carga total. Se puede observar como la contribución de la etapa de hidrógeno se hace más significativa a medida que aumenta el pH del medio debido a los altos valores de v_{corr} que se registran durante este proceso.

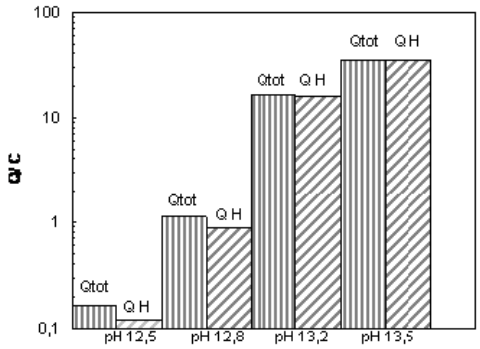


Figura 3. *Calculo de carga total (Culombio/cm^2) que pasa por el sistema expuesto a medios con distinto pH, y la contribución de la etapa de evolución de hidrógeno al valor de carga total (Q_{tot}).*

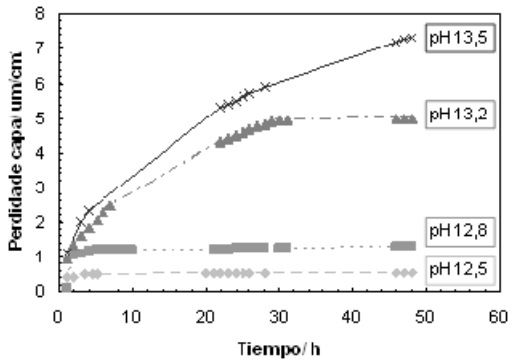


Figura 4. *Pérdida de capa galvanizada (μm/cm²) durante 48horas de exposición en diferentes medios alcalinos.*

Conocidos los valores de carga eléctrica que pasan durante el proceso, se ha estimado la pérdida de capa galvanizada durante el tiempo de exposición al medio alcalino (penetración de ataque) mediante la Ley de Faraday. Los valores obtenidos se recogen en la figura 4. Aquí se observa el efecto directo que tiene la etapa de evolución de hidrógeno en la pérdida de capa galvanizada. Cuanto más duradera sea la etapa de desprendimiento de hidrógeno, la pendiente que relaciona la perdida de capa galvanizada con el tiempo, es mayor, por tanto, se consumirá más capa galvanizada. Sin embargo, cuando la evolución de hidrógeno apenas se extiende unas horas en los medios menos alcalinos (pH 12.5 y 12.8), la pérdida de capa es muy pequeña, y las pendientes del proceso con el tiempo tienden a cero.

El caso en el que mejor puede observarse esta relación de pérdida de capa con la duración de la evolución de hidrógeno, es el alambre expuesto a pH 13.2. En ese ensayo puede apreciarse como durante las primeras 30 horas se pierde capa galvanizada ininterrumpidamente (mientras existe la evolución de hidrógeno (figs. 1 y 2). Sin embargo, a partir de las 30 horas, los valores de pérdida de capa se mantienen casi constantes con el tiempo y despreciables, indicando el fin de la evolución de hidrógeno y la pasivación del acero galvanizado.

3.2. Efecto del periodo de evolución de hidrógeno en las propiedades mecánicas.

Una vez concluido el tiempo de exposición a la etapa de evolución de hidrógeno, se analizó el efecto en las propiedades mecánicas mediante la rotura de los alambres y obtención de las curvas tensión–deformación. Los ensayos de rotura se realizaron en aire fuera del ambiente agresivo. Con estos ensayos se busca evaluar si ha habido pérdidas en la ductilidad de los alambres debido a la fragilización por hidrógeno en el acero base.

Influencia del pH en las propiedades mecánicas.

Mediante los ensayos mecánicos realizados con los alambres *GA*, se ha relacionado la reducción del área relativa de las roturas (ductilidad del acero), en función del pH del medio de exposición. En la figura 5 está representada esta relación para el alambre *GA* en el caso del estado tensional de $80\%\sigma_{max}$, expuesto a diferentes medios alcalinos. La pérdida de ductilidad se ha asociado con un valor de reducción relativa de área inferior a 1 y fuera del rango de dispersión (línea discontinua) de los valores obtenidos con los ensayos de referencia.

En la gráfica se observa una tendencia clara de descenso de los valores de reducción relativa de área al aumentar el pH del medio en el que está expuesto el alambre. Por tanto, al aumentar el tiempo de evolución de hidrógeno, aumenta el riesgo de desarrollar fenómenos de fragilización en el alambre *GA*. En los casos que se muestran, cuando el acero estuvo expuesto al $80\%\sigma_{max}$, el fenómeno de fragilización únicamente se detectó en el ensayo de exposición a pH 13.5, donde aparece una decrecimiento en el valor de reducción en área por debajo de los valores medios de los ensayos de referencia. En el resto de los casos, los resultados se sitúan en el rango de variación del valor medio de referencia, lo que indicaría que en estos alambres no ha desarrollado fenómeno de fragilización.

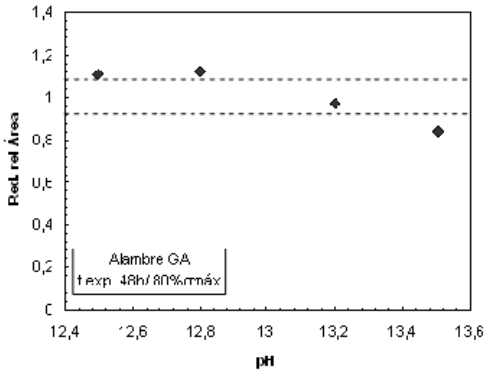


Figura 5. *Reducción de área en alambre GA, expuesto durante 48horas en diferentes medios de exposición.*

Influencia de la carga y el tiempo de exposición en las propiedades mecánicas.

Respecto al efecto de la carga, la comparación de los resultados obtenidos en los ensayos expuestos al medio de máxima alcalinidad en la zona elástica (0.09% de deformación) y plástica de la curva (2.5% de deformación) se muestran en la figura 6. En ambos casos los alambres *GA* estuvieron expuestos al medio alcalino durante 24 y 48horas.

Los resultados correspondientes a los ensayos realizados con deformación en la zona plástica (2.5% de deformación) no se observan valores significativos de reducción de área como en el caso de los realizados con deformación en la zona elástica, a pesar de que los ensayos se realizaron en un medio de pH 13.5 y durante los mismos tiempos de exposición (24 y 48h). El caso en los que se detectó pérdida de ductilidad, debido a fragilización, fue cuando el alambre estuvo expuesto al medio de pH 13.5 y bajo una carga correspondiente al 80%σ_{max} (0.09% def.), durante 48 horas. Al aumentar la deformación del alambre y situarse el nivel de carga en zona plástica, el riesgo parece desaparecer, tal y como puede deducirse de los valores de reducción relativa de área, ya que estos valores se sitúan dentro del rango de dispersión de los ensayos de referencia.
En esta figura la duración de la evolución de hidrógeno no es un parámetro determinante para el fenómeno de fragilización, ya que para ambos ensayos fue la misma recogiéndose distinto comportamiento.

El diferente grado de susceptibilidad a sufrir fenómenos de fragilización por hidrógeno dependiendo del nivel de carga al que está sometido el acero, podría deberse a los nuevos caminos por los que puede moverse el hidrógeno dentro de la red interna del acero, debido a las dislocaciones que sufren los metales cuando estos están sometidos bajo tensión en la forma plástica. En la bibliografía se reportan estudios en aceros pretensados, que han alcanzado sus prestaciones mecánicas por diferentes métodos (deformación en frío, templado, revenido, hot rolling), evaluándose el riesgo a sufrir fenómenos de fragilización por hidrógeno en función de dicha metodología. Los estudios concluyen que los aceros deformados plásticamente mediante estiramiento en frío presentan menos susceptibilidad a desarrollar procesos de fragilización por hidrógeno [6]. Esto se asocia a la presencia de dislocaciones que sufre el material debido a la deformación. Las dislocaciones crean nuevos caminos por los que el hidrógeno puede difundir quedando atrapado en la red del acero en una menor proporción. También, Oriani [16] estudió la influencia del hidrógeno durante la deformación plástica en aceros con distinta composición llegando a la conclusión de que la presencia de hidrógeno durante la deformación favorece la creación de gran número de grupos de vacantes con pequeño tamaño, lo que significaría más lugares por los que el hidrógeno podría difundir.

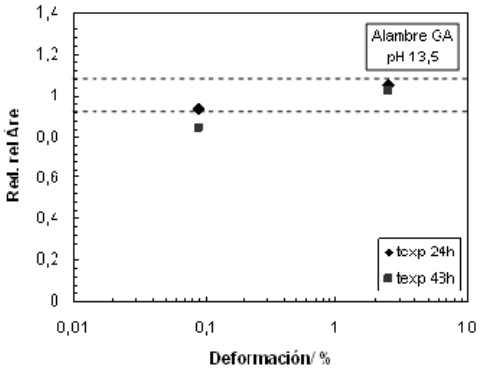


Figura 6. *Reducción de área en alambre GA sometido a distintos niveles tensionales durante diferentes tiempos de exposición.*

El tiempo de exposición al medio alcalino es otro parámetro a tener en cuenta. Al aumentar el tiempo de exposición al medio alcalino, en el caso que el acero estaba bajo carga de un 80% $\sigma_{max.}$ (ε=0.09%), aumenta el nivel de fragilización del acero. Sin embargo, en el caso en que el alambre estaba sometido bajo carga en la zona plástica (ε=2.5%), la influencia del tiempo de exposición es menor, ya que aunque se recoge unos valores de reducción de área más bajos cuando el acero está expuesto a 48h, no se llega a que la fragilización adquiera valores significativos.

Influencia del espesor de capa galvanizada.

Para estudiar la influencia del espesor de recubrimiento galvanizado se han comparado los resultados obtenidos con los dos tipos de aceros (*GA* y *GB*) sometidos a los dos niveles de carga y expuestos durante varios periodos 1al medio de pH más alcalino y más agresivo (pH 13.5). En la figura 7 se presenta la comparación de estos resultados en función del espesor de recubrimiento galvanizado.

En el caso del alambre proveniente de tendón *GB* (parte derecha fig. 7), no se detectan señales de existencia de fragilización por hidrógeno asociados a la reducción en área. Todos los resultados de reducción relativa de área se sitúan dentro de la dispersión de los ensayos realizados como referencia. Salvo el valor de reducción de área en el caso del alambre *GB* expuesto al medio alcalino durante 24h y sometido al 80%$\sigma_{máx}$, que se produce un

aumento inesperado de la ductilidad del material. En la bibliografía se encuentran posibles explicaciones para este fenómeno de ablandamiento aunque serán necesarios más ensayos para confirmarlo. Este aumento en la deformación del material indica un aumento en el número de microhuecos nucleados o bien un aumento en el tamaño final de los mismos causado por la reducción de la fuerza cohesiva entre los átomos intermetálicos debido al hidrógeno [17].

Los resultados comparados de los dos materiales indicarían que ni la exposición al medio más alcalino, ni el nivel de carga, son determinantes en el riesgo de fragilización en el alambre *GB* con elevado espesor de capa (η>100μm) en los ensayos realizados, al contrario de lo que ocurre con el alambre *GA*(η<14μm).

Si se comparan los resultados de reducción de área en función del tiempo de exposición se reproduce en los dos materiales un efecto común, al aumentar el tiempo de exposición al medio alcalino va disminuyendo gradualmente la deformación del material. Aunque solamente en el caso en el que el espesor de capa galvanizada es pequeño y está expuesto al medio alcalino en la zona elástica este aumento del tiempo de exposición es determinante para el desarrollo de fenómenos de fragilización.

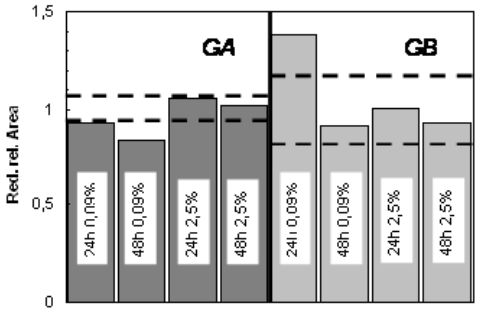


Figura 7. *Efecto del espesor de capa galvanizada en las propiedades mecánicas.*

El menor de riesgo a sufrir fragilización en los alambres provenientes de tendón (*GB*), que presentan un espesor de capa galvanizada cinco veces mayor, pone de manifiesto la importancia del espesor de la capa de galvanizado respecto al riesgo de sufrir fenómeno de fragilización por hidrógeno cuando el alambre está en contacto con medios altamente alcalinos. La capa de galvanizado no sólo actúa como elemento de protección frente a los agresivos, sino también como barrera frente a la penetración por difusión del hidrógeno generado sobre la superficie del galvanizado hacia el acero base, cuando el alambre galvanizado esta en contacto con el hormigón en estado fresco. Teniendo en cuenta, tal como se ha visto en la figura 4, que la capa galvanizada cuando está expuesta al pH más alcalino se disuelve de forma constante, serán los aceros con mayor espesor de capa galvanizada los que mayor resistencia opondrán a la entrada de hidrógeno en el acero.

Comparando la pérdida de capa que sufren los dos tipos alambre galvanizado expuestos durante 48h en un pH 13.5, en el caso del alambre galvanizado *GA* esta pérdida supondría cerca del 100% en algunas zonas locales de la capa exterior de Zn (η), mientras que en el caso del alambre GB (de mayor espesor de capa η) el espesor de capa exterior de Zn puro disuelto solamente supone alrededor del 5%, debido a esta diferencia en el espesor de capa galvanizada, se explica la disminución de reducción de área en el caso del alambre GA y mayor fragilización en el material.

Finalmente, se ha relacionado en la figura 8 la pérdida de espesor de capa galvanizada (debida a la exposición en medios agresivos de distinto pH), con la reducción de área en el alambre *GA*, ensayado al 80%σ_{max} durante 48horas y posterior rotura en los distintos medios alcalinos. Se observa como al aumentar la pérdida de capa galvanizada el fenómeno de fragilización se hace más crítico. La mayor pérdida de capa se produce en el medio pH 13.5, caso en el que la evolución de hidrógeno se mantiene durante todo el tiempo de exposición. En este medio, la profundidad de ataque a la capa galvanizada alcanza los 7μm. Esta pérdida de capa supondría la desaparición en algunas zonas de la capa exterior de Zn puro (capa η *GA*= 14±6μm), oponiendo menos resistencia a la difusión de hidrógeno hacia el acero base.

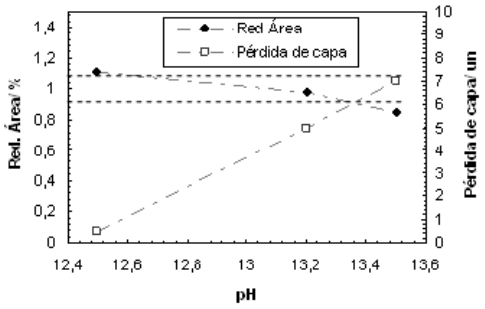


Figura 8. *Correlación entre reducción de área y pérdida de capa galvanizada en alambre GA, expuesto a diferentes medios alcalinos durante 48horas y sometidos al 80% σ_{max}.*

Por todo ello si se decide emplear tendones galvanizados adherentes será crítico controlar el

espesor de capa y se recomienda que esta sea superior a 100μm.

CONCLUSIONES.

El espesor de la capa galvanizada es un parámetro crítico para que tenga lugar el desarrollo de procesos de fragilización por hidrógeno en alambres galvanizados expuestos a medios alcalinos. Un mayor espesor de capa galvanizada y sobre todo una buena capa exterior de Zn puro reduce la aparición del riesgo de fragilización

El riesgo de sufrir fragilización por hidrógeno aumenta en medios donde la duración de la etapa de evolución de hidrógeno es mayor.

El estado tensional al que está sometido el acero también es un factor que afecta el riesgo de fragilización por hidrógeno. El riesgo aumenta cuando el acero está sometido a tensiones dentro de la zona elástica del acero. Sin embargo, cuando el acero está sometido a tensiones dentro de la zona plástica el riesgo de fragilización disminuye.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto BIA2007-65394 por la financiación concedida. F. Recio agradece la beca FPI al MICINN.

BIBLIOGRAFÍA.

[1]. U. Nürnberger "*Influence of material and processing on SCC of prestressing steel. Causes of study*" FIB (CEB-FIP) technical report bulletin 26, 2003.

[2]. J.P. Fuzier, H.R. Ganz, P. Matt "*Durability of post-tensioning tendons*" FIB (CEB-FIP). Durability specifics for prestressed concrete structures. Dec. 2005

[3]. EN 206-1 "*Concrete-Part1: Specification, performance, production and conformity*", CEN, Brussels, 2003

[4]. R. Yeomans, "*Galvanized steel reinforcement in concrete*". ed. Elsevier,2004.

[5]. C. Andrade and C Alonso. "*Galvanized steel reinforcement in concrete Charper5*.". ed. Elsevier,2004.

[6]. G. Hampejs, D. Jungwirth, U. Morf, P. Timiey "Prestressing materials & systems: Galvanisation of prestressing steels." Commission reports. FIP notes 1991/4.

[7]. J. Carpio, J.A. Casado, J.A. Álvarez, D. Méndez, F. Gutiérrez-Solana. "Stress corrosion cracking of structural steels immersed in hot-dip galvanizing baths." Engineering Failure Analysis, (2009), doi:10.1016/j.engfailanal. 2008.11.005.

[8]. F.J. Recio, L. Gaillet and MC. Alonso "*Corrosión de tendones galvanizados en medios alcalinos. Evaluación del riesgo de fragilización por hidrógeno"*. An. Mecánica de Fractura. Vol2 (2007).

[9]. F.J. Recio, L. Gaillet, M.C. Alonso and M. Sánchez. "Evaluación del riesgo de fragilización de tendones galvanizados en contacto con hormigón. Influencia de la capa de galvanizado". An. Mecánica de Fractura. Vol 2, (2008)

[10]. UNE-En ISO 15630-3, "*Acero para el armado y pretensado del hormigón. Métodos de ensayo. Parte 3: Acero para pretensado*". Febrero 2003.

[11]. M. Pourbaix, "*Lectures on electrochemical corrosion"*, Plenum Press, London (1973), pp 143

[12] KWJ Treadaway, B.L. Brown y R. N. Cox "*The Durability of Galvanised steel in Concrete*" Conf. on corr. of steel in concrete. Bel Harbour. Florida. Diciembre 1978.

[13]**.** J. A. González, R. Vargas y C. Andrade "*Revisión sobre el comportamiento de las armaduras galvanizadas en el hormigón*". Hormigón y Acero nº 124, 1977 (133-132).

[14]. J.A. González, G. Jáuregui, A.J. Vázquez y C. Andrade "*Effect of coating structure on corrosion kinetics of galvanized reinforcement in concrete*" Materioux et Constructions. Vol. 17, nº102 1984 (409-414).

[15] M.T. Blanco, C. Andrade and A. Macias. "*SEM study of the corrosion products of Galvanized Reinforcements Inmersed in Solutions in the pH Range 12.6 to 13.6*" Br. Corrosion. J., 1984, Vol. 19, Nº1.

[16] Rangaraj Gopaliengar, J.P. Wallace and R.A. Oriani. "Positron Annihilation study of the effect of hydrogen turing the plastic deformation steel". Material Science and Engineering, 68, (1984) 191-196.

[17]. A. Abésturi-Goñi, J. Fernandez-Carrasquilla. "Análisis de la absorción de hidrógeno y de su influencia en el comportamiento mecánico de cinco aleaciones férreas" Rev. Metalurgia, 44, 113-128, (2008).

EVALUACIÓN A FATIGA DE COMPONENTES NUCLEARES EMPLEANDO SISTEMAS DE MONITORIZACIÓN Y EL CÓDIGO ASME

Cicero, R[1], Gorrochategui, I[2] , Álvarez Laso, J.A[1]

(1) Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales
E.T.S de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria
(2) Centro Tecnológico de Componentes, Santander

E-mail: ciceror@unican.es

RESUMEN

Las centrales nucleares americanas han sido diseñadas y son inspeccionadas generalmente de acuerdo al código ASME. En el análisis tensional, este código establece como parámetro de evaluación la intensidad de tensión (S_{INT}). Una de las características de la intensidad de tensión es que siempre es positiva, independientemente de la naturaleza de la tensión (tracción o compresión). Este hecho es relevante en los sistemas de monitorización de fatiga, ya que las diferentes tensiones son acopladas con el fin de obtener el rango total de tensión. En este trabajo se describen algunas situaciones derivadas de la aplicación del código ASME, se muestran diferentes formas de interpretación y se ilustra su influencia sobre la evolución del daño a fatiga mediante un caso práctico.

PALABRAS CLAVE: sistemas de monitorización, intensidad de tensión, acoplamiento tensional.

ABSTRACT

American nuclear power plants are generally designed and inspected according to the ASME Code. This code indicates stress intensity (S_{INT}) as the parameter to be used in the stress analysis of components. One of the particularities of S_{INT} is that it always takes positive values, independently of the nature of the stress (tensile or compressive). This circumstance is relevant in the Fatigue Monitoring Systems used in nuclear power plants, due to the manner in which the different variable stresses are combined in order to obtain the final total stress range. This paper describes some situations derived from the application of the ASME Code, shows different ways of dealing with them and illustrates their influence on the evaluation of the fatigue usage factor through a case study.

KEYWORDS: monitoring system, stress intensity, stress coupling.

1. INTRODUCCIÓN

Los Sistemas de Monitorización (SM) son una alternativa para la evaluación del daño a fatiga de componentes y estructuras, permitiendo evaluaciones sobre transitorios reales de forma automática. En los SM de fatiga, el acoplamiento de las diferentes tensiones generadas es un factor clave. Habitualmente, los valores de intensidad de tensión S_{INT} de los diferentes estados tensionales (derivados de las diferentes cargas actuantes) son sumados directamente. Esta práctica puede conducir a un resultado del estado de tensión total cuando menos cuestionable, tal como se muestra a continuación. Por lo tanto, aunque esta metodología simplifica el análisis, puede conducir a resultados insuficientemente precisos.

2. CONCEPTO DE INTENSIDAD DE TENSIONES

En los SM convencionales, las diferentes cargas son analizadas independientemente, y por tanto, el análisis tensional requiere la combinación de sus respectivas tensiones. La suma directa de las diferentes tensiones puede dar lugar a resultados cuestionables debido al empleo de la intensidad de tensiones tal como indica el Código ASME [1], definida como el máximo valor absoluto de la diferencia de tensiones principales:

$$S_{INT} = \max (|S_1-S_2|, |S_2-S_3|, |S_3-S_1|) \quad (1)$$

donde S_1, S_2 y S_3 son las tensiones principales.

3. ACOPLAMIENTO TENSIONAL

En las evaluaciones convencionales (i.e. diferentes cargas en un momento determinado), las tensiones se

obtienen analizando todas las cargas actuando simultáneamente, mediante el análisis por ejemplo de modelos numéricos (sin considerar acoplamientos de cargas). Esta metodología no puede ser aplicada en SM, dado que se basa en funciones de transferencia particulares para cada carga y localización. La metodología que emplean los SM basada en la suma directa de las diferentes tensiones se define aquí como acoplamiento positivo.

Como alternativa, la metodología aquí propuesta se basa en el cálculo de las seis componentes de tensión de las diferentes cargas (S_{xi}, S_{yi}, S_{zi}, S_{xyi}, S_{yzi} y S_{xzi}) con su correspondiente signo y dirección. Por ende, las componentes de tensión de cada carga (i) en una determinada dirección (i.e. S_{xi}) se pueden acoplar como cantidades escalares, obteniendo para cada dirección una componente de tensión total (i.e. S_{xTotal}, S_{yTotal},...). Las seis componentes totales de tensión (S_{xTotal}, S_{yTotal}, S_{zTotal}, $S_{xyTotal}$, $S_{yzTotal}$ y $S_{xzTotal}$) permiten el cálculo de las tensiones principales (S_1, S_2 y S_3), de las cuales se obtiene la intensidad de tensión total (S_{INT}). Esta metodología se define aquí como "acoplamiento real". Ambas metodologías, ilustradas en la Figura 1, son analizadas y comparadas.

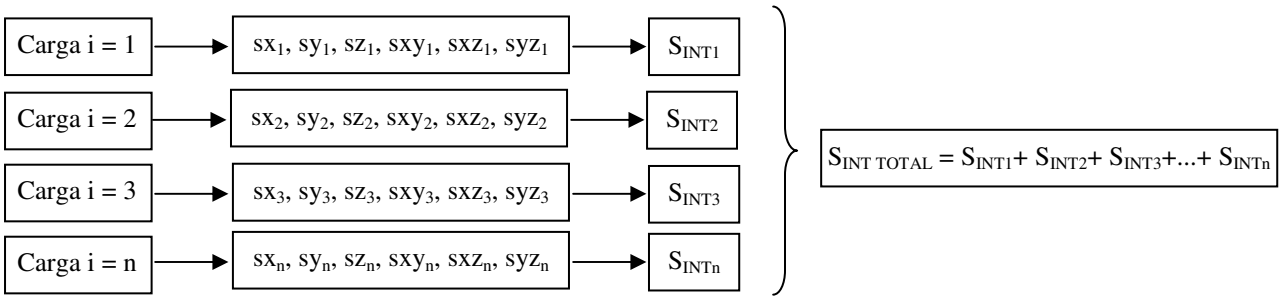


Figura 1.a)

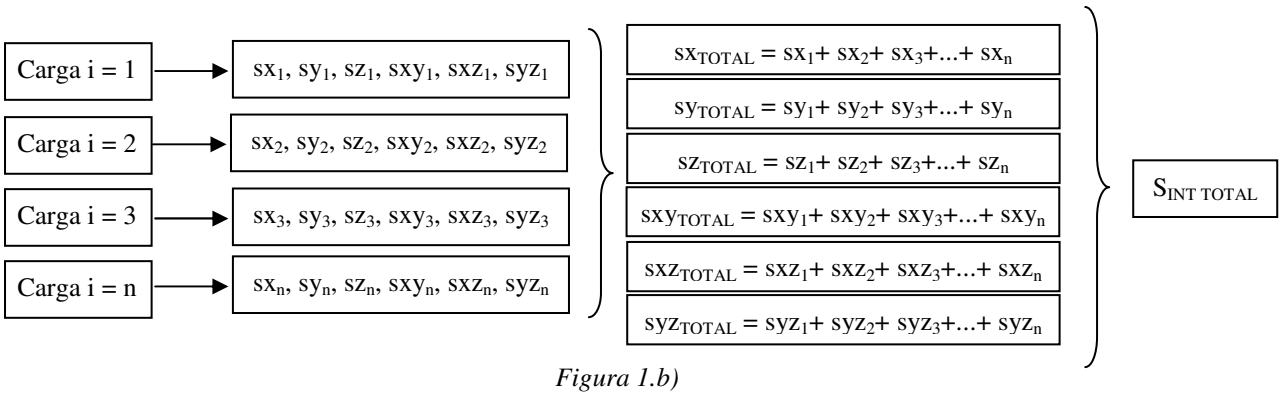


Figura 1.b)

Figura 1. Metodologías del acoplamiento tensional. a) Acoplamiento positivo b) Acoplamiento real

4. CASO PRÁCTICO APLICACIÓN A COMPONENTES DE CENTRALES NUCLEARES

Las dos metodologías son comparadas mediante un análisis tensional en una localización crítica (*Safe end*) de la tobera de agua de alimentación (AA) de una central nuclear.

La Figura 2 muestra un esquema de la geometría de la tobera, siendo el *Safe End* un acero al carbono (SA 508 CL1) cuyas propiedades se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades a 325ºF (Safe end)

Módulo de elasticidad (psi)	27.95 E6
Coef. de expansión térmica (in/in/ºF)	7.40 E-6
Conductividad térmica (Btu/hr-ft-ºF)	31.95
Calor específico (Btu/lb-ºF)	0.119
Densidad (lb/in^3)	0.283

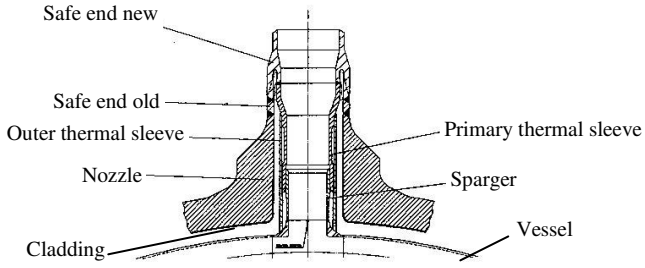


Figura 2. Geométría de la tobera de AA [2]

Solamente las cargas variables producidas en los diferentes transitorios son consideradas en la evaluación de fatiga:

- Cargas de presión: producidas por la presión en la vasija.

- Cargas mecánicas: interacción entre Safe-end y el resto del sistema de agua de alimentación.

- Cargas térmicas: derivadas de las variaciones térmicas durante los transitorios.

El análisis de fatiga se lleva a cabo en aquella localización en la cual se produce un mayor factor de uso por fatiga. El análisis de tensiones desarrollado [3] identificó el *Safe end* como localización crítica de este componente (Figura 3).

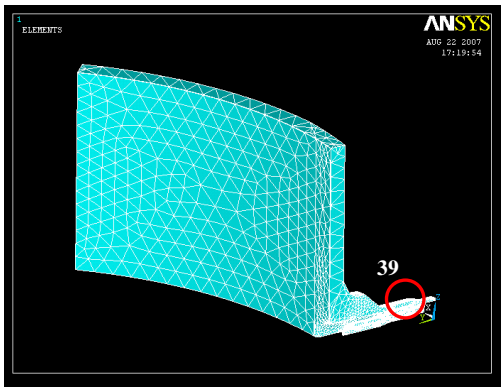


Figure 3. Safe end: localización crítica en la tobera de agua de alimentación [4]

4.1 ANÁLISIS TENSIONAL

Las tensiones producidas por las cargas de presión y cargas mecánicas han sido analizadas en el *Safe end*, cuyos resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Tensiones (psi) causadas por las diferentes cargas

Cargas de presión (Presión = 1000 psi)						
Sx	*Sy*	*Sz*	*Sxy*	*Syz*	*Sxz*	S_{INT}
7187	4510	-501	-101	-379	-98	**7723**
Cargas mecánicas [3]						
Sx	*Sy*	*Sz*	*Sxy*	*Syz*	*Sxz*	S_{INT}
72	267	8	2398	1	-49	**4802**

Para el cálculo de las tensiones térmicas los SM emplean la Función de Green (FG), que es la respuesta tensional a una variación térmica unitaria. Aplicando la FG en la integral de convolución se obtiene la tensión térmica ante cualquier variación de temperatura [5].

Una variación térmica arbitraria de 182.78°C (361°F) a 132.78°C (271°F) fue aplicada al modelo de la tobera de AA, dado que estos valores abarcan la mayoría de temperaturas que tienen lugar en los transitorios. La respuesta tensional en el *Safe end* producida por estas cargas térmicas se muestra en la Figura 4.

Las FGs (respuesta del sistema a una variación unitaria) derivadas de las tensiones térmicas se muestran en la Figura 5. Las FGs se obtienen dividiendo la respuesta tensional (Figur4 4) por la variación térmica que la origina (ΔT = -90 ºF).

$$FG = (\text{Respuesta tensional}/\Delta T) - FG_0 \qquad (4)$$

donde FG_0 es el valor de la FG en el instante inicial.

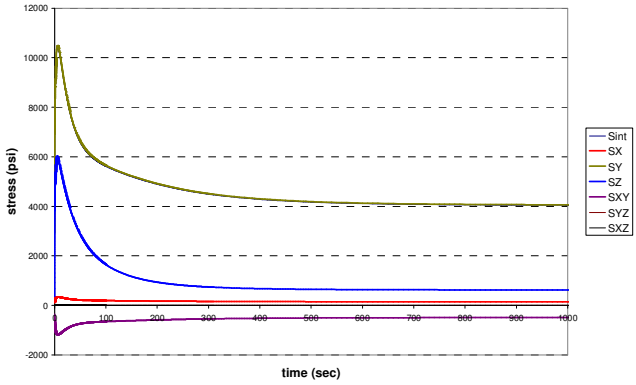


Figure 4. Tensión térmica en el Safe End (ΔT = -90 ºF)

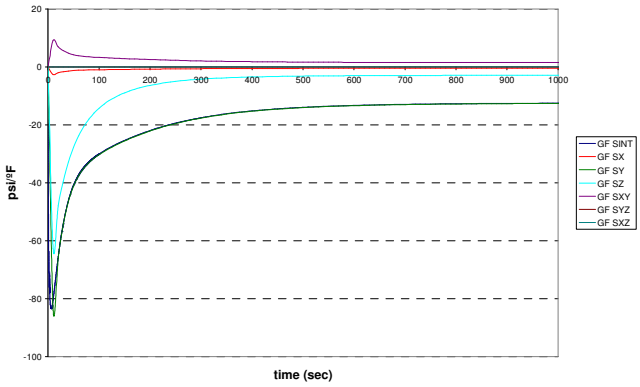


Figure 5. FGs en el Safe End

5. APLICACIÓN A SM DE FATIGA

5.1 CRITERIO DE FALLO

El máximo número de ciclos permitido para el componente analizado se obtiene empleando las curvas de fatiga del Código de diseño [1], una vez que los valores de las tensiones aplicadas son conocidos. Cuando el componente se encuentra sometido a ciclos de tensión de diferentes amplitudes (debido a los diferentes transitorios que tienen lugar en planta), el daño a fatiga producido por cada nivel de amplitud (u_i) se calcula dividiendo el numero de ciclos aplicados (n_i) entre el máximo número de ciclos permitidos (N_i) con dicha amplitud.

$$u_i = \frac{n_i}{N_i} \qquad (5)$$

El criterio de fallo viene dado por la ley de Miner (6):

$$\sum_1^m \frac{n_i}{N_i} = \frac{n_1}{N_1} + \frac{n_2}{N_2} + \frac{n_3}{N_3} + \ldots + \frac{n_m}{N_m} = 1 \qquad (6)$$

5.2 EVALUACIÓN TENSIONAL Y DE DAÑO A FATIGA

La evaluación tensional y el análisis de su correspondiente daño a fatiga en la localización crítica son evaluados empleando los dos procedimientos de acoplamiento tensional:

a) Acoplamiento positivo
b) Acoplamiento real

El daño a fatiga es calculado para uno de los transitorios más característicos que afecta a este componente: el arranque (Figura 6). Las tensiones causadas por este transitorio en el *Safe end* se muestran en la Figura 7. Como se puede observar, ambas metodologías (acoplamiento positivo y acoplamiento real) producen resultados similares. De hecho, los resultados derivados del acoplamiento positivo no son tan conservadores como se esperaba.

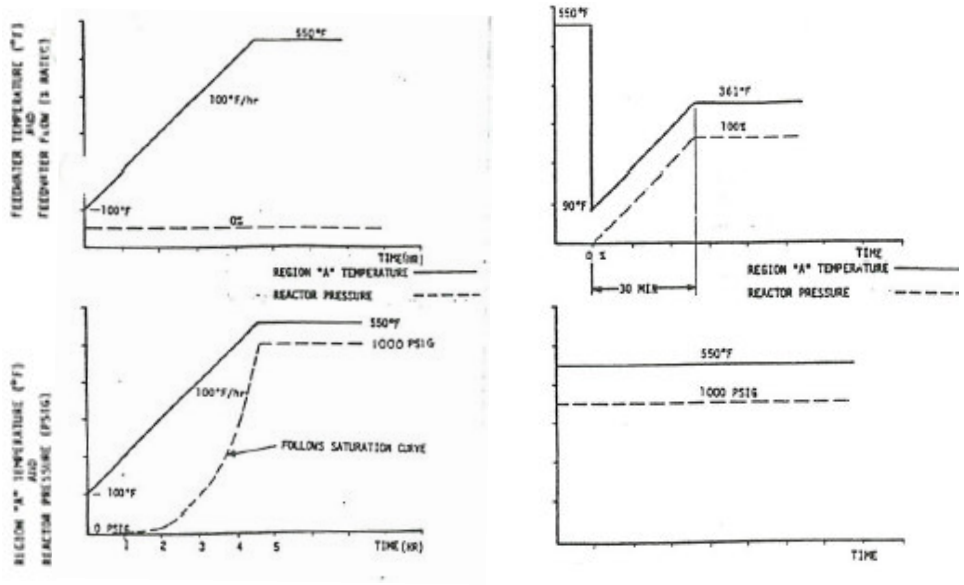


Figura 6. Condiciones de diseño en el reactor y la tobera de AA [4]
a) Arranque (Start up). b) Rodaje de turbina (Turbine Roll)

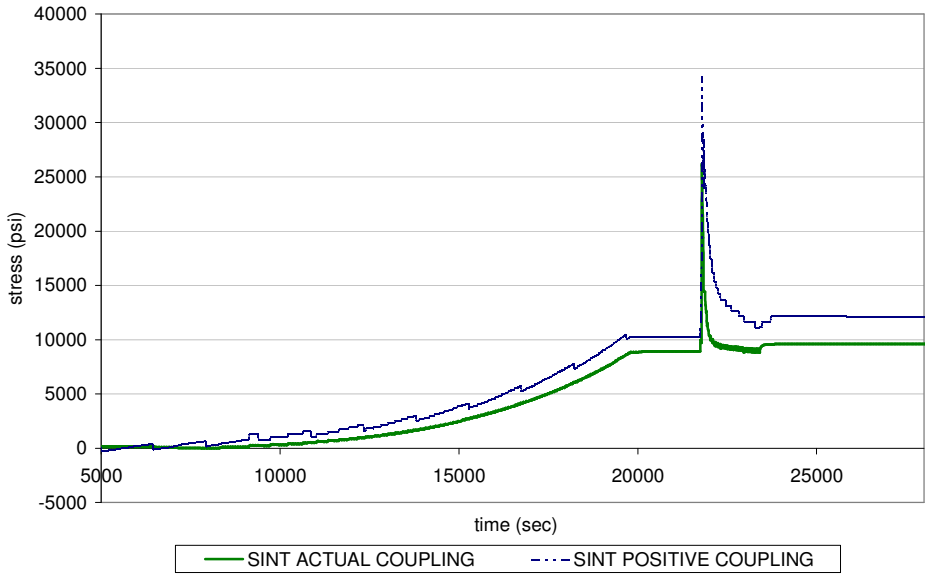


Figure 7. S_{INT} (psi) en el Safe End durante el arranque (Start up)

El transitorio y la localización analizados han mostrado como ambas metodologías producen resultados muy parecidos, contrariamente a lo que se podría pensar inicialmente basándose en el conservadurismo del acoplamiento positivo. Con el fin de conocer si esta circunstancia se trata de un hecho aislado, se realiza el cálculo del daño a fatiga para todos los transitorios de diseño que afectan a la tobera de AA. En la Tabla 3 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 3. Daño a fatiga en transitorios de diseño.

LOCALIZACIÓN **SAFE END**	**DAÑO A FATIGA UNITARIO**	
	ACOP. POSITVO	**ACOP. REAL**
Start up(***arranque***)	2.17409E-05	6.38064E-06
Turbine Roll (***Rodaje de turbina***)		
Daily power reduction 75 %	0	0
Weekly reduction 50 % power	0	0
Control rod worth test	0	0
Rod pattern change	0	0
Loss of fdw heaters	0	0
Coolant injection	3.49992E-04	3.51510E-04
Interruption of fdw flow	1.84837E-05	1.85190E-05
Scram	2.08159E-05	4.69230E-06
Turbine trip	1.18947E-07	1.09130E-07
Overpressure to 1375 psig	1.05140E-05	1.81120E-05
Reduction to zero power	2.57657E-04	2.49526E-04
First warm up of hot standby		
Shutdown (***parada***)		
Hot stand by	1.37282E-04	1.37416E-04
Blowdown	8.83053E-06	8.77200E-06
Pressure test 1250 psig	0	0

El análisis a fatiga muestra como los resultados obtenidos empleando el acoplamiento positivo no siempre son conservadores.

Se ha podido observar como ambas metodologías producen resultados parecidos, sin quedar demostrado el conservadurismo del acoplamiento positivo.

El acoplamiento positivo se basa en FG obtenidas generalmente mediante una variación térmica negativa, y por tanto las FG serán siempre negativas (4). Esta selección del signo del salto térmico es arbitraria, y decisión del ingeniero o calculista. En el caso de calcular las FG mediante un salto térmico positivo, estas serán siempre positivas. Por lo tanto, las tensiones calculadas mediante el acoplamiento positivo tienen cierto grado de incertidumbre en cuanto a términos de conservadurismo, en función del signo de las FG. Es por ello que en algunos transitorios el resultado del daño es mayor y en otros no; el conservadurismo asociado a algunos transitorios es compensado con el no-conservadurismo de otros.

Este hecho es válido para el componente y localización aquí analizados, pero no se puede extrapolar a otros componentes.

6. CONCLUSIONES

Con el fin de simplificar el proceso de evaluación, los SM de fatiga emplean generalmente el llamado acoplamiento positivo, asumiendo este procedimiento como conservador.

En el caso de tensiones variables en función del tiempo, se emplea la integral de convolución para la evaluación de la historia tensional. Por este motivo, la FG debe ser calculada mediante la simulación de un salto térmico cuyo signo se elige arbitrariamente, y por tanto la historia tensional y el daño a fatiga dependerá de esta decisión.

Se ha estudiado un caso real comparando el acoplamiento real y el acoplamiento positivo (FG obtenida con salto térmico negativo). En la localización crítica analizada, no existen apenas diferencias entre ambas metodologías. Se observa que incluso, en algunos transitorios, el daño por fatiga es mayor al emplear el acoplamiento real, situación no esperada en base a los análisis teóricos previos. Esta situación, para el caso aquí analizado, se explica por la elección arbitraria del signo de la FG.

El acoplamiento positivo no es siempre conservador, dependiendo del componente, localización, transitorio de análisis, etc.

La metodología definida como acoplamiento real es la recomendada para la evaluación del daño a fatiga.

REFERENCIAS

[1] ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section III. 1986 Edition

[2] GE drawing No. 107E6465, Sheet 1, “Feedwater Safe End & Thermal Sleeve,”

[3] GE Certified Design Specification No. 25A5481, Rev.1, “Reactor Vessel – Feedwater Nozzle,” 14/3/1994.

[4] ANSYS ® Release 11.

[5] Byron, F.W., Fuller, R.W., “Mathematics of Classical and Quantum Physics”, Dover Publications, New Cork, 1992.

CONFERENCIAS INVITADAS •

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES •

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS •

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS •

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS •

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO •

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS •

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS •

TÉCNICAS EXPERIMENTALES •

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA •

ÍNDICE TEMÁTICO •

ÍNDICE DE AUTORES •

DINÁMICA DE FRACTURA EN MATERIALES PIEZOELÉCTRICOS MEDIANTE UNA FORMULACIÓN SIMÉTRICA DEL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO

M. Wünsche[1], A. Sáez[1], F. García-Sánchez[2]

[1]Departamento de Mecánica de los Medios Continuos, Escuela Superior de Ingenieros. Universidad de Sevilla.,
Camino de los descubrimientos S/N, 41092-Sevilla
E-mail: andres@us.es
E-mail: wuensche@bauwesen.uni-siegen.de

[2]Departamento de Ing. Civil, de Materiales y Fabricación, Escuela de Ingenieros Industriales. Universidad de Málaga.
Campus de El Ejido S/N, 29013-Málaga
E-mail: fgsanchez@uma.es

RESUMEN

Los materiales piezoeléctricos, caracterizados por presentar acoplamiento entre los campos mecánico y eléctrico, forman parte de los denominados materiales inteligentes con conocidas y ampliamente desarrolladas posibilidades de control [1]. Precisamente sus cualidades de control pueden verse esencialmente afectadas por la presencia de defectos en el material que introducen distorsión el intercambio energético entre los campos eléctrico y mecánico.
Se implementa la formulación del método de los elementos de contorno (MEC) en el dominio del tiempo, utilizando la solución fundamental publicada por Wang y Zhang [2]. Para realizar la integración espacial se utiliza un método de Galerkin que permite la obtención de matrices simétricas. Esto supone importantes ventajas al plantear el acoplamiento del MEC con el Método de los Elementos Finitos [3]. Para la discretización temporal se emplea un método de colocación para la evaluación de las integrales de convolución. Los parámetros de fractura se determinan directamente a partir de los desplazamientos de apertura de grieta y de la discontinuidad en el potencial eléctrico que la grieta introduce. Se presentan resultados con los factores de intensidad de tensiones y de desplazamiento eléctrico para distintas geometrías y configuraciones de cargas mecánica y eléctrica.

ABSTRACT

The so called multi-field materials are those in which different fields, mechanical and/or electrical and/or magnetic appear coupled. This coupling is the reason that these materials are used in devices as controller and actuator and many others. Particular interest is focused since years in the so called smart structures [1] in which this materials are the key of the “intelligence” of the system. Probably the most popular of these materials are the piezoelectric ones which the energy interchanged involves the mechanical and electric fields.
A symmetric Galerking formulation of the boundary element method (BEM) is implemented in this work in order to analyze fracture problems of 2-D piezoelectric domains. The symmetry of the matrices in this approach is a very helpful characteristic of the formulation because it makes easier coupling BEM and finite elements method [3].
For the temporal integration a collocation method is developed assuming that the variables vary linearly on time. The spatial integration is done analytically. This is possible using linear straight elements and after a manipulation of the integrals using integration by parts based in a known property of the convolution product. The dynamic fundamental solution (FS) employed, published by Wang y Zhang in 2005 [2], has integral form and the integral defined can not be computed analytically. Its integration is carried out by means of standard Gauss quadratures. The stress and electrical displacements intensity factors are computed in an efficient way from displacements and electric potential jumps in the closest node to the crack tip. Some examples are solved considering infinite and finite domain obtaining a successful comparison with previous existing results.

PALABRAS CLAVE: Piezoeléctrico, fractura dinámica, MEC, Galerkin.

1. INTRODUCCIÓN

El interés de la comunidad científica por materiales, ya sean simples o compuestos, que presentan acoplamientos entre fenómenos mecánicos y eléctricos no es una novedad. Impulsado por el afán humano de mejorar día a día, el desarrollo de estos materiales ha alcanzado las cotas más elevadas siendo cotidianos en los campos más avanzados de la industria actual.
Una indeseable característica de estos materiales es su tendencia al desarrollo de grietas durante su vida útil, grietas que, por otra parte son inherentes al propio pro-

ceso de polarización a que estos materiales son sometidos durante su fabricación.

Estas grietas, incluso antes de suponer riesgo para la integridad del componente, imponen una modificación en el intercambio de energía entre los campos mecánico y eléctrico que se traduce, en mayor o menor medida, en ruido que distorsiona la información electromecánica del componente afectado.

Con estos condicionantes previos parece necesario el desarrollo de herramientas de análisis que permitan el estudio y proliferación de este tipo de defectos con el objetivo de prolongar la vida útil de los componentes realizados a partir de estos materiales.

Como trabajos centrados en este terreno en los últimos pueden citarse, entre otros muchos, los de Enderlein et al. [4] en el que se aplica el metodo de los elementos finitos, los de García-Sánchez et al. [6,5] en los que se aplica la formulación dual de los elementos de contorno combinada con la cuadratura de Lubich para el producto de convolución o el de Kögl y Gaul [7] en el que se utiliza el MEC a partir del método de reciprocidad dual.

En este trabajo se presenta una formulación simétrica de Galerking para el MEC. Los elementos utilizados para discretizar el dominio son rectos. Esto permite obtener analíticamente el valor de las integrales que se obtienen después de aplicar integración por partes a partir de una conocida propiedad del producto de convolución. Con este proceso las integrales de la solución fundamental, que en este caso tiene forma integral [2], se descomponen en integrales de la solución fundamental estática (singular pero con expresión explicita) y de una parte regular dependiente del tiempo.

El cálculo del factor de intensidad de tensiones se realiza a partir de los valores del incremento de los desplazamientos y del potencial eléctrico en el nodo más cercano al vértice de la grieta, expresiones que se obtienen a partir de los términos asintóticos de estos campos alrededor del vértice, este forma de calcular estos parámetros se ha mostrado sencilla, precisa y muy robusta.

2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA.

2.1. Ecuaciones de definición del problema

Utilizaremos para el problema piezoeléctrico la notación extendida que agrupa, en un mismo vector el potencial eléctrico, ϕ, y los desplazamientos, u_i:

$$u_I = \begin{cases} u_i, I = 1,2 \\ \phi, I = 4 \end{cases}, \tag{1}$$

los desplazamientos eléctricos D_i con las tensiones:

$$\sigma_{iJ} = \begin{cases} \sigma_{iJ}, J = 1,2 \\ D_i, J = 4 \end{cases}, \tag{2}$$

y que agrupa las constantes mecánicas C_{ijkl}, piezoléctricas e_{lij} y dieléctricas ε_{ij} en un tensor de comportamiento en la forma

$$C_{iJKl} = \begin{cases} c_{ijkl}, & J,K = 1,2 \\ e_{lij}, & K = 4, J = 1,2 \\ e_{ikl}, & J = 4, K = 1,2 \\ -\varepsilon_{il}, & J,K = 4 \end{cases}. \tag{3}$$

Con esta notación, la leyes de comportamiento del material se pueden expresar como

$$\sigma_{iJ}(\mathbf{x},t) = C_{iJKl} u_{K,l}(\mathbf{x},t), \tag{4}$$

y el problema dinámico, en ausencia de fuerzas de volumen estará gobernado por las ecuaciones:

$$\sigma_{iJ,i}(\mathbf{x},t) = \rho \delta^*_{JK} \ddot{u}_K(\mathbf{x},t) \delta^*_{JK} = \begin{cases} \delta_{JK}, J,K = 1,2 \\ 0, \text{en otro caso} \end{cases}. \tag{5}$$

El problema dinámico será resuelto sometido a condiciones iniciales nulas

$$u_I(\mathbf{x},t) = \dot{u}_I(\mathbf{x},t) = 0 \tag{6}$$

Condiciones de contorno naturales y esenciales en las partes del contorno denotadas por Γ_u, Γ_t respectivamente:

$$t_I(\mathbf{x},t) = \overline{t}_I(\mathbf{x},t); \quad \mathbf{x} \in \Gamma_t \tag{7}$$

$$u_I(\mathbf{x},t) = \overline{u}_I(\mathbf{x},t); \quad \mathbf{x} \in \Gamma_u, \tag{8}$$

y condiciones de grieta impermeable

$$D_I(\mathbf{x} \in \Gamma_{c^+},t) = D_I(\mathbf{x} \in \Gamma_{c^-},t) = 0 \tag{9}$$

2.2. Formulación de Galerkin del MEC

Para resolver el problema dinámico utilizamos el método de los elementos de contorno en su formulación hypersingular, i.e. utilizando la ecuación integral en desplazamiento sobre el contorno exterior Γ_b y una de las líneas de grieta, Γ_{C-}, y la ecuación integral en tracciones sobre la otra línea de grieta Γ_{C+}. Estas ecuaciones son resueltas en el sentido de residuos ponderados de Galerkin utilizando una función de peso ψ, ecuaciones (10) y (11).

$$\int_{\Gamma_b} \psi(\mathbf{x}) u_J(\mathbf{x},t) d\Gamma_x = \int_{\Gamma_b} \psi(\mathbf{x}) \int_{\Gamma_b} \left[u^G_{IJ}(\mathbf{x},\mathbf{y},t) * t_I(\mathbf{y},t) - t^G_{IJ}(\mathbf{x},\mathbf{y},t) * u_I(\mathbf{y},t) \right] d\Gamma_y d\Gamma_x + \int_{\Gamma_b} \psi(\mathbf{x}) \int_{\Gamma_{c^+}} t^G_{IJ}(\mathbf{x},\mathbf{y},t) * \Delta u_I(\mathbf{y},t) \, d\Gamma_y d\Gamma_x \tag{10}$$

$$\int_{\Gamma_{c^+}} \psi(\mathbf{x}) t_J(\mathbf{x},t) d\Gamma_x = \int_{\Gamma_{c^+}} \psi(\mathbf{x}) \int_{\Gamma_b} \left[v^G_{IJ}(\mathbf{x},\mathbf{y},t) * t_I(\mathbf{y},t) - w^G_{IJ}(\mathbf{x},\mathbf{y},t) * u_I(\mathbf{y},t) \right] d\Gamma_y d\Gamma_x + \int_{\Gamma_{c^+}} \psi(\mathbf{x}) \int_{\Gamma_{c^+}} w^G_{IJ}(\mathbf{x},\mathbf{y},t) * \Delta u_I(\mathbf{y},t) \, d\Gamma_y d\Gamma_x. \tag{11}$$

En estas ecuaciones el símbolo $*$ indica producto de convolución definido como

$$g(\mathbf{x},t)*h(\mathbf{x},t)=\int_0^t g(\mathbf{x},t-\tau)h(\mathbf{x},\tau)\,d\tau\,, \qquad (12)$$

y los términos u_{IJ}^G, t_{IJ}^G, v_{IJ}^G y w_{IJ}^G son los desplazamientos tracciones y derivadas de orden superior de la solución fundamental:

$$v_{IJ}^G(\mathbf{x},\mathbf{y},t)=-C_{pIKn}e_p(\mathbf{y})u_{JK,n}^G(\mathbf{x},\mathbf{y},t)=-t_{JI}^G(\mathbf{x},\mathbf{y},t) \quad (13)$$

$$w_{IJ}^G(\mathbf{x},\mathbf{y},t)=-C_{qJLm}e_q(\mathbf{x})C_{pIKn}e_p(\mathbf{y})u_{KL,mn}^G(\mathbf{x},\mathbf{y},t) \quad (14)$$

2.3. SOLUCIÓN FUNDAMENTAL DINÁMICA

El tratamiento de la solución fundamental dinámica, cuya expresión es integral, vease [2], se lleva a cabo mediante integración por partes que conlleva una descomposición en una parte regular aunque con expresión integral y otra singular pero con expresión explícita. Para ello se hace uso de la siguiente propiedad del producto de convolución

$$u_{IJ}^G(\mathbf{x},\mathbf{y},t)*f(t)=u_{IJ}^S(\mathbf{x},\mathbf{y})\,f(t)+u_{IJ}^R(\mathbf{x},\mathbf{y},t)*\dot{f}(t) \quad (15)$$

En la ecuación (15) u_{ij}^S indica solución fundamental estática cuya expresión es explícita

$$u_{IJ}^S(\mathbf{x},\mathbf{y})=\frac{1}{\pi}\,\mathrm{Im}\sum_{m=1}^{M}\frac{A_{IJ}(\eta_m)}{\partial_\eta D(\eta_m)}\log\left[\mathbf{d}_m\cdot(\mathbf{y}-\mathbf{x})\right]+F_{IJ}\,, \quad (16)$$

y u_{ij}^R es la parte dinámica regular:

$$u_{IJ}^R(\mathbf{x},\mathbf{y},t)=\frac{H(t)}{4\pi^2}\int_{|\mathbf{n}|=1}\sum_{m=1}^{M}\frac{P_{IJ}^m}{\rho c_m^2}\log\left|c_m t+\mathbf{n}\cdot(\mathbf{y}-\mathbf{x})\right|d\mathbf{n}\,. \quad (17)$$

donde $H(t)$ es la función de Heaviside.

Gracias al uso de elementos rectos las integrales son resueltas analíticamente a excepción de las integrales en (17) que son calculadas mediante cuadraturas estándar de Gauss.

3. RESOLUCIÓN NUMERICA

3.1. Discretización de las ecuaciones

La discretización espacial y temporal se hace en base a sendas aproximaciones lineales de las variables. Para la discretización temporal se toma un paso de tiempo contante y en la discretización espacial se emplean elementos rectos que permiten la integración analítica.

3.2. Esquema explícito en el tiempo

La discretización de las ecuaciones (10) y (11) da lugar al siguiente sistema de ecuaciones para obtener las variables en el contorno y los incrementos de los desplazamientos extendidos en la grieta, en el paso de tiempo *K* a partir de los pasos anteriores:

$$\mathbf{C}\mathbf{u}^K=\mathbf{U}^S\mathbf{t}^K-\mathbf{T}^S\mathbf{u}^K+\mathbf{T}^S\Delta\mathbf{u}^K+ +\sum_{k=1}^{K}\left[\mathbf{U}^{R;K-k+1}\mathbf{t}^k-\mathbf{T}^{R;K-k+1}\mathbf{u}^k+\mathbf{T}^{R;K-k+1}\Delta\mathbf{u}^k\right] \quad (18)$$

$$\mathbf{D}\mathbf{t}^K=\mathbf{V}_l^S\mathbf{t}^K-\mathbf{W}_l^S\mathbf{u}^K+\mathbf{W}_l^S\Delta\mathbf{u}^K+ +\sum_{k=1}^{K}\left[\mathbf{V}^{R;K-k+1}\mathbf{t}^k-\mathbf{W}^{R;K-k+1}\mathbf{u}^k+\mathbf{W}^{R;K-k+1}\Delta\mathbf{u}^k\right]. \quad (19)$$

Las ecuaciones (18) y (19) pueden ser escritas en un único sistema en la forma:

$$\mathbf{A}^1\mathbf{u}^K=\mathbf{B}^1\mathbf{t}^K+\sum_{k=1}^{K-1}(\mathbf{B}^{K-k+1}\mathbf{t}^k-\mathbf{A}^{K-k+1}\mathbf{u}^k)\,, \quad (20)$$

que, tras aplicar las condiciones iniciales y reordenar el sistema da lugar al siguiente sistema explícito para obtener las incógnitas en cada paso, en función de sus valores en los pasos anteriores:

$$\mathbf{x}^K=(\mathbf{C}^1)^{-1}\left[\mathbf{D}^1\mathbf{y}^K+\sum_{k=1}^{K-1}(\mathbf{B}^{K-k+1}\mathbf{t}^k-\mathbf{A}^{K-k+1}\mathbf{u}^k)\right] \quad (21)$$

3.3. Cálculo de los factores de intensidad

El cálculo del los factores de intensidad de tensiones, K_I y K_{II}, y de desplazamiento eléctrico, K_{IV}, se calcula mediante una expresión matricial a partir de las aperturas de grieta y el salto de potencial eléctrico de los nodos más cercanos al vértice de grieta:

$$\begin{Bmatrix}K_{II}(t)\\K_I(t)\\K_{IV}(t)\end{Bmatrix}=\sqrt{\frac{2\pi}{l_e}}\mathbf{H}\begin{Bmatrix}\Delta u_1(t)\\\Delta u_2(t)\\\Delta\varphi(t)\end{Bmatrix} \quad (22)$$

En la ecuación (22), obtenida a partir de los campos asintóticos en el vertice de grieta, **H** es una matriz que se obtiene a partir de las propiedades del material [5].

4. RESULTADOS NUMÉRICOS

Para validar las formulación se muestran los resultados obtenidos para grieta recta, en dominio infinito y finito, bajo carga de impacto, comparándolos con los obtenidos por García-Sanchez et al. [5] mediante el MEC utilizando las cuadraturas de Lubich para el producto de convolución y un método de colocación para las discretización geométrica.

Los resultados presentados son factores de intensidad adimensionalizados como sigue:

$$K_I^*(t)=\frac{K_I(t)}{\sigma_0\sqrt{\pi a}};K_{II}^*(t)=\frac{K_{II}(t)}{\sigma_0\sqrt{\pi a}} \quad (23)$$

$$K_{IV}^*(t)=\frac{K_{IV}(t)\,e_{22}}{\varepsilon_{22}\sigma_0\sqrt{\pi a}} \quad (24)$$

La discretización se ha realizado con el siguiente criterio: El tamaño del elemento, l_e y el paso de tiempo Δt están en la relación

$$\lambda=\frac{c\Delta t}{l_e}\approx 1\,, \quad (25)$$

Donde *c* es una velocidad característica de fase de las ondas en el material.

4.1. Grieta recta en dominio infinito

Se resuelve el problema de grieta recta de tamaño $2a$ bajo la acción de carga de impacto ($\sigma_2=\sigma_0 H(t)$, $D_2=D_0H(t)$, siendo $H(t)$ la función de Heaviside) aplicada a las caras de la grieta.

Se define el parámetro

$$\kappa=\frac{e_{22}}{\varepsilon_{22}}\frac{D_0}{\sigma_0} \quad (26)$$

Para gobernar la proporción entre los impactos mecánico y eléctrico y, de esta forma, mostrar la influencia que

la carga eléctrica puede tener en el factor de intensidad de tensiones.

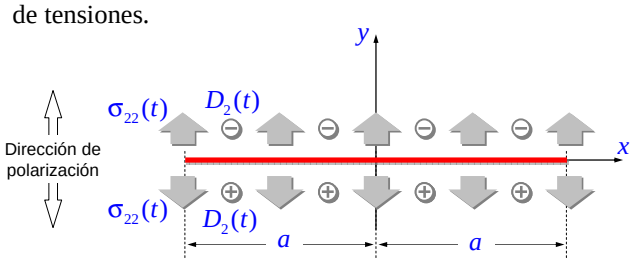


Figura 1. Grieta en dominio infinito bajo carga dinámica.

Las propiedades adoptadas para este caso han sido las de un $BaTiO_3$:

$$C_{11}=150.0\,GPa; C_{12}=146.0\,GPa; C_{22}=44.0\,GPa;$$
$$C_{66}=66.0\,GPa; e_{21}=-4.35C/m^2; e_{22}=17.5C/m^2;$$
$$e_{16}=11.4C/m^2; \varepsilon_{11}=9.87C/(GVm);$$
$$\varepsilon_{22}=11.2C/(GVm); \rho=5800Kgm^{-3} \quad (27)$$

La figura 2 muestra el buen acuerdo existente entre los resultados obtenidos en este trabajo y los de la referencia.

La única diferencia destacable se encuentra en las pendientes alrededor del máximo para K_I (las discrepancias en el valor del máximo son despreciables). Estas discrepancias son típicas cuando se compara integración en el tiempo frente a resultados en tiempo a partir del dominio de Laplace como, de modo indirecto, se hace en el método de integración utilizado en [5].

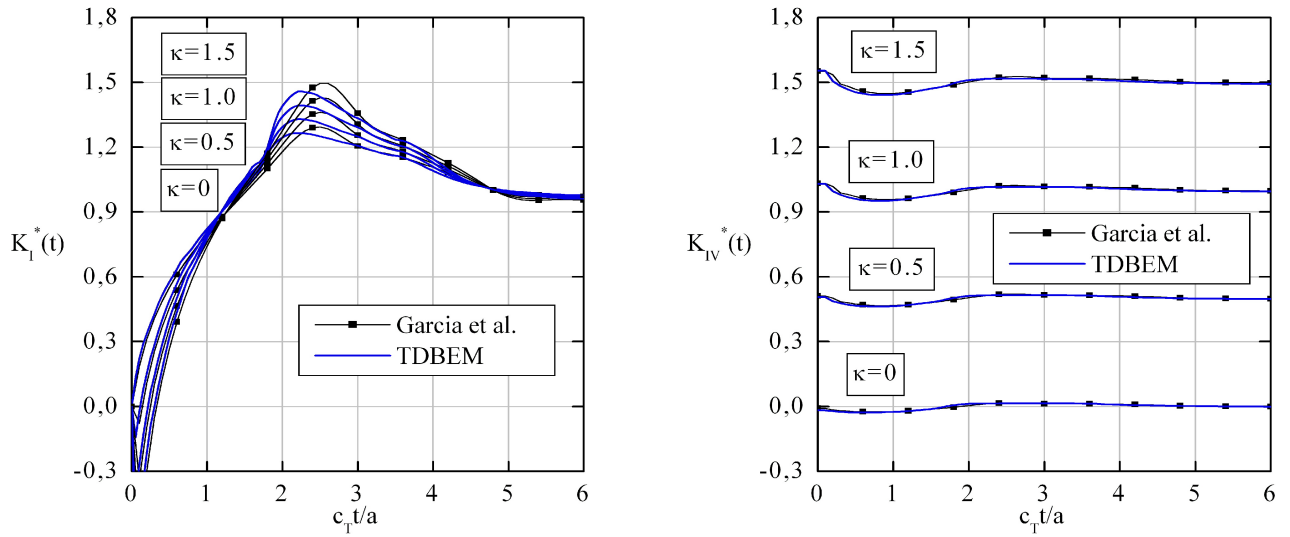


Figura 2. Factores de intensidad de tensión (izda.) y de desplazamiento eléctrico (dcha) frente al tiempo para grieta recta en dominio infinito bajo carga de impacto

4.2. Grieta recta centrada en una placa

En este caso la grieta, de tamaño $2a=4.8mm$ está en el centro de una placa de tamaño $4w\times 2w$ ($w=10mm$) y la carga de impacto se aplica en los extremos de la placa paralelos a la grieta, ver figura 3.

El material de este ejemplo es un $PZT-5H$ de propiedades:

$$C_{11}=126.0\,GPa; C_{12}=84.1GPa; C_{22}=117.0\,GPa;$$
$$C_{66}=23.0\,GPa; e_{21}=-6.5C/m^2; e_{22}=23.3C/m^2;$$
$$e_{16}=17.0C/m^2; \varepsilon_{11}=15.04C/(GVm);$$
$$\varepsilon_{22}=13.0C/(GVm); \rho=7500Kgm^{-3} \quad (28)$$

La figura 4 muestra el buen acuerdo existente con los resultados de la referencia. En este caso se han incluido tambien resultados obtenidos con software comercial de elementos finitos obteniendo un muy buen acuerdo.

Los resultados de ambos ejemplos ponen así mismo de manifiesto el efecto que sobre el factor de intensidad de tensiones puede tener la carga dinámica, amplificándolo (figura 2, izquierda) o suavizándolo, (figura 4, arriba) el que el efecto tenga uno u otro sentido depende del signo de la carga.

5. CONCLUSIONES

Se ha presentado una formulación hipersingular del método de los elementos de contorno para la resolución de problemas bidimensionales de fractura en materiales piezoeléctricos.

Las ecuaciones integrales han sido resueltas mediante una formulación de Galerking para su discretización geométrica.

En esta formulación el cumplimiento de las ecuaciones integrales se exige en el sentido de residuos ponderados utilizando, como funciones de peso, las mismas funciones lineales utilizadas para la discretización de las variables.

Las matrices obtenidas son simétricas lo que supone una ventaja de cálculo frente a otras formulaciones de elementos de contorno.

Los resultados obtenidos presentan un muy buen acuerdo con resultados existentes.

El método se ha mostrado muy estable para las mallas ensayadas en las que se ha mantenido λ definido en (24) cercano a la unidad.

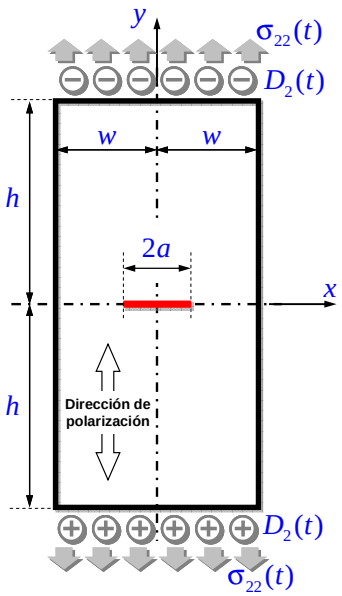


Figura 3. Grieta centrada en una placa sometida a carga dinámica.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida a través de los proyectos P06-TEP-02355 y DPI2007-66792-C02-02 de la Junta de Andalucía y del Ministerio de Educación y Ciencia de España, respectivamente.

REFERENCIAS

[1] G. Song, V. Sethi and H.-N. Li, Vibration control of civil structures using piezoceramic smart materials: A review, Engineering Structures 28, 1513-1524 (2006).

[2] C.-Y. Wang, Ch. Zhang 3-D and 2-D dynamic Green's functions and time-domain BIEs for piezoelectric solids. Eng. Anal. Bound. Elem. 29, 454–465 (2005).

[3] M. Wünsche, Ch. Zhang, J. Sladek, V. Sladek, S. Hirose, M. Kuna, Transient dynamic analysis of interface cracks in layered anisotropic solids under impact loading, Int. J. Fract., In press, DOI 10.1007/s10704-008-9262-y

[4] Enderlein M., Ricoeur A., Kuna M., Finite element techniques for dynamic crack analysis in piezoelectrics, International Journal of Fracture, 2005; 134: 191-208.

[5] García-Sánchez F., Zhang Ch. and Sáez A., 2-D transient dynamic analysis of cracked piezoelectric solids by a time domain BEM, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, 2008; 197: 3108-3121.

[6] García-Sánchez F., Zhang Ch., Sládek J., Sládek V., 2D transient dynamic crack analysis in piezoelectric solids by BEM, Computational Material Science, 2007; 39: 179-186.

[7] Kögl M., Gaul L., A boundary element method for transient piezoelectric analysis, Engineering Analysis with Boundary Elements, 2000; 24(7-8): 591-598.

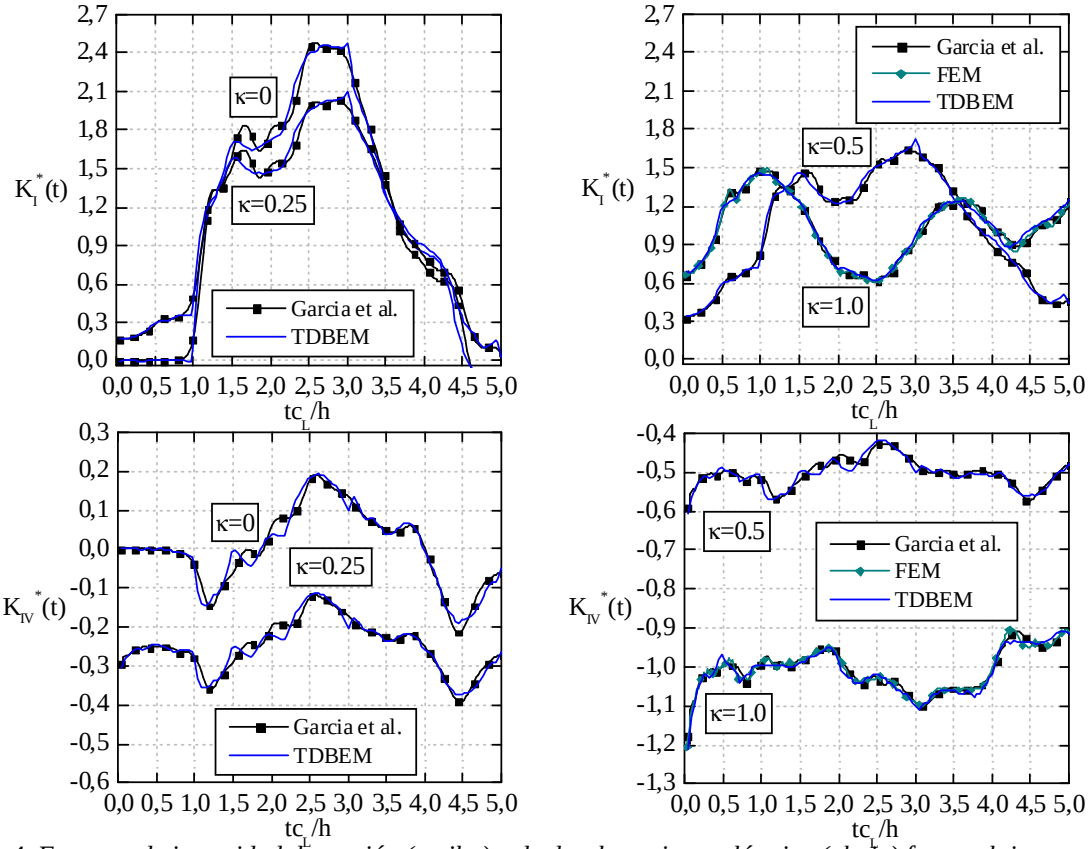


Figura 4. Factores de intensidad de tensión (arriba) y de desplazamiento eléctrico (abajo) frente al tiempo para placa con grieta recta centrada bajo carga de impacto

TENSIÓN PLANA EN EL FRENTE DE GRIETA: UN CASO INCOMPATIBLE CON LA MECÁNICA DE FRACTURA ELÁSTICA LINEAL

D. Fernández Zúñiga[1], A. Fernández Canteli[1], E. Castillo[2],

[1]Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, E.P.S. de Ingeniería de Gijón,
Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón.
E-mail: afc@uniovi.es

[2] Departamento de Matemática Aplicada y Ciencias de la Computación, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Universidad de Cantabria, Avda. de los Castros s/n, 39005 Santander
E-mail: castie@unican.es

RESUMEN

En este trabajo se demuestra, mediante un análisis tridimensional de las tensiones y deformaciones alrededor de la grieta en el ámbito de la MFEL, la imposibilidad de existencia de un estado de tensión plana en el frente de grieta bajo modo-I de carga cuando el espesor de probeta tiende a cero. La consideración de los campos de tensión singulares en el plano de la probeta, junto con la condición de acotación de la deformación unitaria ε_{zz} a lo largo del frente de grieta prueba la ineludible presencia de una tensión transversal singular σ_{zz} en dicho frente, independientemente del espesor de probeta. Como consecuencia, la aceptación de un estado teórico de tensión plana, como caso límite bidimensional, contrapuesto al estado de deformación plana y como permanente referencia en el estudio de la distribución de tensiones y de las condiciones de estabilidad de grietas en probetas de espesor real *B*, resulta conceptualmente inadmisible. Por otro lado, la consideración de las condiciones de constricción que resultan en la zona del frente de grieta de probetas reales de espesor despreciable, $B \to 0$, permite alcanzar una comprensión profunda de las condiciones de tensión que prevalecen en las proximidades del frente de grieta, sentando así una base más sólida para el análisis de las condiciones de estabilidad de probetas de pequeño espesor en la MFEL, en particular para $B << B_{\min}$.

ABSTRACT

The impossibility of existence of a plane stress state at the crack front under mode-I loading for specimen thicknesses tending to zero in the LEFM scope is demonstrated using three-dimensional analysis of the stress and strain fields near the crack. The consideration of the singular in-plane stress fields together with the requirement of bounded out-of-plane strain ε_{zz} along the crack front proves the necessary presence of a out-of-plane singular stress σ_{zz} at the crack front irrespective of the specimen thickness. As a consequence, accepting a 2-D limiting case of theoretical plane stress state, antipode to the plane strain state, as a recurrent reference in the study of the stress distribution and instability conditions of a crack by specimens of real thickness *B*, is, conceptually, inadmissible. Alternatively, the consideration of the constraint conditions arising in the crack tip region of real specimens for vanishing thickness $B \to 0$ permits us to achieve a deeper comprehension of the stress conditions prevailing in the vicinity of the crack front, thus setting a more solid basis in the LEFM for studying the instability conditions for cracks of thin specimens, in particular, for $B << B_{\min}$.

PALABRAS CLAVE: Tensión plana, tensor intensidad de tensión, curvas de constricción, desarrollo de Williams.

1. INTRODUCCIÓN Y MOTIVACIÓN

El estado de tensión plana se define como un estado de tensión relativo a un punto de un cuerpo elástico en el que la tensión transversal σ_{zz} y las tensiones tangenciales τ_{xz} y τ_{yz} son nulas. En general, no se exige que el resto de las tensiones sean independientes de la coordenada *z* [1]. La reducción de un estado tensional real tridimensional al estado de tensión plana, como caso límite bidimensional, supone una potencial simplificación conceptual y computacional. En la mecánica de fractura elástica lineal, al igual que en otros casos de la elasticidad, se tiende a identificar el estado de tensión plana como el correspondiente a una probeta de espesor infinitesimal, $B \to 0$. Debido a las cuestiones teóricas que surgen en el estudio del problema de la tensión plana, se suele recurrir al concepto de *tensión plana generalizada*, que implica la existencia de un espesor infinitamente pequeño, pero no nulo, en el sentido de que $\tau_{xz} = \tau_{yz} = 0$ en $z = \pm B/2$, mientras que $\sigma_{zz} = 0$ para todo z . La generalidad de textos básicos de mecánica de la fractura [2,3] presenta sistemáticamente el caso de tensión plana, juntamente con el caso antagonista de deformación plana, identificado asintóticamente como una probeta de espesor infinito $B \to \infty$, como los casos límite de referencia entre los que se situarían los resultados para las probetas de espesor real B . Así ocurre en el estudio tensional, deformacional y de desplazamientos, en el

cálculo de la integral J [4] y en la predicción de las condiciones de inestabilidad de grietas.

Sin embargo, el análisis del estado de tensión plana, como caso límite 2-D, exige la comprensión de los parámetros que controlan los campos de tensión y de deformación en el frente de grieta, debido a los efectos de constricción allí presentes. De hecho, el estudio de la constricción transversal debida a la influencia del espesor de probeta presenta un gran interés, debido a su repercusión en el aumento de la tenacidad aparente de fractura (o factor crítico de intensidad de tensión) que se observa en las probetas con espesor menor del mínimo, $B_{\min}$ (definido según las normas ASTM y ESIS), en particular, cuando $B \to 0$. De aquí que la constricción presente alrededor del frente de grieta en cualquier probeta de espesor real proporciona una excelente base de comprensión para demostrar que la hipótesis de tensión plana en una probeta fisurada, como caso límite inferior en el sentido habitual que se le confiere en el MFEL convencional, es una referencia impropia para establecer las relaciones de tensión y deformación existentes en las probetas reales y, por lo tanto, para definir correctamente la condición de inestabilidad de grietas.

La pérdida parcial de constricción en la cercanía del frente de grieta para espesores decrecientes de probeta no supone la desaparición de la distribución tridimensional de tensiones y deformaciones. De hecho, un estado de baja constricción alrededor del frente de grieta muestra las mismas características que un estado de alta constricción, siendo la única diferencia la extensión en la que se manifiesta dicho estado tensional.

Al igual que un análisis en 3-D en una probeta sin entallar exige la consideración del tensor de tensiones, un análisis de tensiones en una grieta exige la consideración tensorial de la *intensidad de tensión*. De este modo, la consideración tensorial de k_{ij} y t_{ij}, primer y segundo término, respectivamente, del desarrollo de Williams, proporciona la clave para resolver en forma unitaria ambos tipos de constricción: en el plano y transversal, lo que representa una generalización de la aproximación biparamétrica (ver [5]).

La condición de magnitud acotada para la deformación transversal ε_{zz} en el frente de grieta y la aplicación del desarrollo de Williams a todas las tensiones en la proximidad de la grieta conducen a la derivación de expresiones transcendentales relacionadas con los campos de tensión y deformación singulares. En concreto, una nueva familia de tensores relacionados con el campo tensional en el frente de grieta y las *funciones de constricción*, definidas como parte de aquélla, se aplican en la investigación de la constricción debida a los efectos del espesor de probeta, con objeto de demostrar la inadmisibilidad del modelo de tensión plana empleado en la MFEL, tanto desde el punto de vista conceptual como físico, así como la improcedencia de su elección como referencia asintótica en el caso de probetas muy delgadas pero reales. Con ello se propone una nueva forma de interpretar la pérdida de constricción desde una perspectiva general y práctica, que permite descartar la tensión plana como caso límite de referencia en la MFEL.

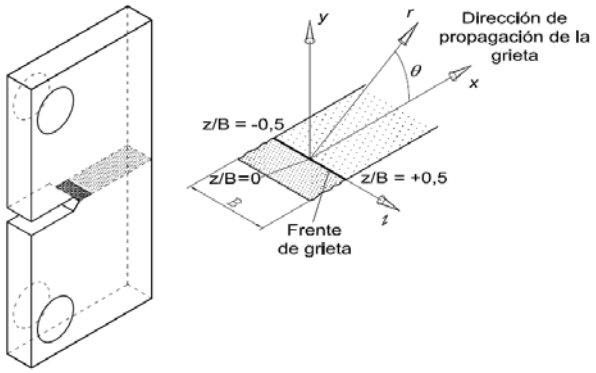


Figura 1. Representación esquemática de probeta CT con grieta y detalle del frente de grieta y sistemas de coordenadas asociados.

2. CAMPOS DE TENSIÓN Y DE DEFORMACIÓN EN EL FRENTE DE GRIETA

A continuación se deducen importantes expresiones relativas a los campos de tensión y de deformación en el frente de grieta y se definen las funciones de constricción con el fin de aportar los fundamentos que permiten probar la imposibilidad de existencia de un estado de tensión plana en el frente de grieta en la MFEL.

2.1 Relaciones tensionales en el frente de grieta

Consideremos un sólido elástico lineal bajo carga en modo-I que contiene una grieta pasante (figura 1) y sea

$$\phi_{ij}(z,r,\theta;B) = \sqrt{2\pi r}\,\sigma_{ij}(z,r,\theta;B) \qquad (1)$$

el *tensor intensidad de campo tensional* que describe el estado tridimensional en la proximidad de la grieta, donde z es la posición en la dirección transversal, r la distancia al frente de grieta, θ la orientación de aproximación a la grieta y B el espesor de probeta. En el frente de grieta, se define el *tensor intensidad de tensión direccional*, inspirado en el concepto del factor de intensidad de Irwin, como

$$h_{ij}(z,\theta;B) = \lim_{r\to 0}\phi_{ij}(z,r,\theta;B) = \lim_{r\to 0}\sqrt{2\pi r}\,\sigma_{ij}(z,r,\theta;B). \qquad (2)$$

Con ello, se obvia la singularidad de $\sigma_{ij}(z,r,\theta;B)$ para $r=0$, resultando una expresión aplicable a cualquier espesor de probeta y, por lo tanto, válida también para cualquier posición del frente de grieta, excepto en los vértices de la misma.

Suponiendo aplicable el desarrollo de Williams [6] a todas las tensiones σ_{ij}, incluyendo σ_{zz} (ver [7,8,9]), en la proximidad de la grieta, el tensor de tensiones debido a una carga en modo-I en coordenadas cartesianas, puede expresarse como:

$$\sigma_{ij}(z,r,\theta;B)=\frac{h_{ij}(z,\theta;B)}{\sqrt{2\pi r}}+t_{ij}(z;B)+O(z,r^{1/2},\theta;B)\,, \qquad (3)$$

donde $h_{ij}(z,\theta;B)$ es el tensor intensidad de tensión direccional, $t_{ij}(z,\theta;B)$ el tensor del término constante del desarrollo de Williams, cuya componente *y* es nula por condiciones de contorno, y $O(z,r^{1/2},\theta;B)$ representa genéricamente los términos de orden superior.

En consecuencia, las componentes normales del tensor de tensión cerca del frente de grieta vienen dadas por

$$\begin{aligned}
\sigma_{xx}(z,r,\theta;B)&=\frac{h_{xx}(z,\theta;B)}{\sqrt{2\pi r}}+t_{xx}(z;B)+O(z,r^{1/2},\theta;B)\\
\sigma_{yy}(z,r,\theta;B)&=\frac{h_{yy}(z,\theta;B)}{\sqrt{2\pi r}}+t_{yy}(z;B)+O(z,r^{1/2},\theta;B) \qquad (4)\\
\sigma_{zz}(z,r,\theta;B)&=\frac{h_{zz}(z,\theta;B)}{\sqrt{2\pi r}}+t_{zz}(z;B)+O(z,r^{1/2},\theta;B)\,.
\end{aligned}$$

Debido al interés de relacionar el análisis de estabilidad de grieta con la orientación crítica de propagación, se define un nuevo *tensor intensidad de tensión* como

$$k_{ij}(z;B)=h_{ij}(z,\theta;B)\Big|_{\theta=\theta_{cr}}=\lim_{r\to 0}\sqrt{2\pi r}\,\sigma_{ij}(z,r,\theta;B)\Big|_{\theta=\theta_{cr}}\,. \qquad (5)$$

Como se puede observar, $h_{ij}(z,\theta;B)$ incluye las funciones angulares, de modo que para modo-I se tiene:

$$\begin{aligned}
h_{xx}(z,\theta;B)&=k_{xx}(z;B)\,f_{xx}(\theta)\\
h_{yy}(z,\theta;B)&=k_{yy}(z;B)\,f_{yy}(\theta) \qquad (6)\\
h_{zz}(z,\theta;B)&=k_{zz}(z;B)\,f_{zz}(\theta)\,,
\end{aligned}$$

donde $f_{ij}(\theta)$ son las funciones angulares asociadas al término singular del desarrollo de Williams [6], extendido aquí al caso tridimensional [7,8,9]. En todo caso, las únicas funciones angulares implicadas en este cálculo no-nulas son [7,9]:

$$\begin{aligned}
f_{xx}(\theta)&=\cos\frac{\theta}{2}\left(1-sen\frac{\theta}{2}sen\frac{3\theta}{2}\right)\\
f_{yy}(\theta)&=\cos\frac{\theta}{2}\left(1+sen\frac{\theta}{2}sen\frac{3\theta}{2}\right) \qquad (7)\\
f_{zz}(\theta)&=\frac{1}{2}\left(f_{xx}(\theta)+f_{yy}(\theta)\right)=\cos\frac{\theta}{2}\,.
\end{aligned}$$

2.2 Relaciones de deformación en el frente de grieta

La aplicación de la ley generalizada de Hooke

$$\varepsilon_{ij}=\frac{1+\nu}{E}\sigma_{ij}-\frac{\nu}{E}\sigma_{kk}\delta_{ij} \qquad (8)$$

a la deformación transversal ε_{zz} en las cercanías del frente de grieta conduce, tras sustituir las expresiones de σ_{xx},σ_{yy} y σ_{zz} de (4) en (8), a:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_{zz}(z,r,\vartheta;B)=\frac{1}{E}\Bigg[&\frac{h_{zz}(z,\theta;B)-\nu(h_{xx}(z,\theta;B)+h_{yy}(z,\theta;B))}{\sqrt{2\pi r}} \qquad (9)\\
&+(t_{zz}(z;B)-\nu(t_{xx}(z;B)+t_{yy}(z;B))+O(z,r^{1/2},\theta;B)\Bigg].
\end{aligned}$$

Para que el desplazamiento transversal u_z en el frente de grieta ($r=0$) esté acotado, ε_{zz} no puede ser singular [9], lo que exige la condición

$$h_{zz}(z,\theta;B)-\nu(h_{xx}(z,\theta;B)+h_{yy}(z,\theta;B)=0\ . \qquad (10)$$

Teniendo en cuenta que el numerador del primer término del lado derecho de (9) no depende de r, (10) implica que el límite de esa fracción es siempre nulo, con independencia de B. Sustituyendo (6) en (10) y considerando los valores de las funciones angulares $f_{xx}(\theta_{cr})=f_{yy}(\theta_{cr})=f_{zz}(\theta_{cr})=1$ para la dirección crítica, $\theta_{cr}=0$, resulta la expresión:

$$k_{zz}(z;B)-\nu(k_{xx}(z;B)+k_{yy}(z;B)=0\ , \qquad (11)$$

válida a todo lo largo del frente de grieta y para todo B. Sustituyendo $k_{xx}(z;B)$ y $k_{yy}(z;B)$ por $K_I(z;B)$, se deduce que $k_{zz}(z;B)=2\nu\,K_I(z;B)$, con lo que el tensor intensidad de tensión resulta ser

$$k_{ij}(z;B)=\begin{pmatrix}K_I(z;B) & 0 & 0\\ 0 & K_I(z;B) & 0\\ 0 & 0 & 2\nu K_I(z;B)\end{pmatrix}=K_I(z;B)\begin{pmatrix}1 & 0 & 0\\ 0 & 1 & 0\\ 0 & 0 & 2\nu\end{pmatrix}, \qquad (12)$$

válido para todo z (excepto en los vértices) y todo B.

Al ser ν una constante del material, la expresión (12) prueba la independencia de la estructura del tensor intensidad de tensión $k_{ij}(z;B)$ respecto del nivel de constricción, es decir, respecto del espesor de probeta, para un $K_I(z;B)$ dado. A su vez, como las componentes del tensor $k_{ij}(z;B)$ son funciones lineales del factor de intensidad de tensión K_I, la condición de rotura que, en general, debería expresarse en función de un valor crítico de tensor $k_{ij}(z;B)$, se reduce en este caso a la simple condición $K_I=K_{Ic}$. Ello, ha permitido ignorar el carácter tensorial de la intensidad de tensión, aunque esta simplificación no ha contribuido a resolver adecuadamente el problema de la influencia de la constricción sobre la tenacidad a fractura, en particular, la debida al efecto del espesor de probeta.

De acuerdo con (8) y (9) y teniendo en cuenta (10), para $r\to 0$ se deduce

$$\varepsilon_{zz}(r,z;B)\big|_{r\to 0} = \lim_{r\to 0}\frac{\sigma_{zz}(r,z;B)-\nu(\sigma_{xx}(r,z;B)-\sigma_{yy}(r,z;B))}{E} = \frac{t_{zz}(z;B)-\nu\, t_{xx}(z;B)}{E}, \quad (13)$$

lo que nos permite definir la expresión del tensor t_{ij} para modo-I de carga en el plano z en el frente de grieta de una probeta de espesor B como

$$t_{ij}(z;B) = \begin{pmatrix} t_{xx}(z;B) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & E\varepsilon_{zz}(z;B)+\nu\, t_{xx}(z;B) \end{pmatrix}. \quad (14)$$

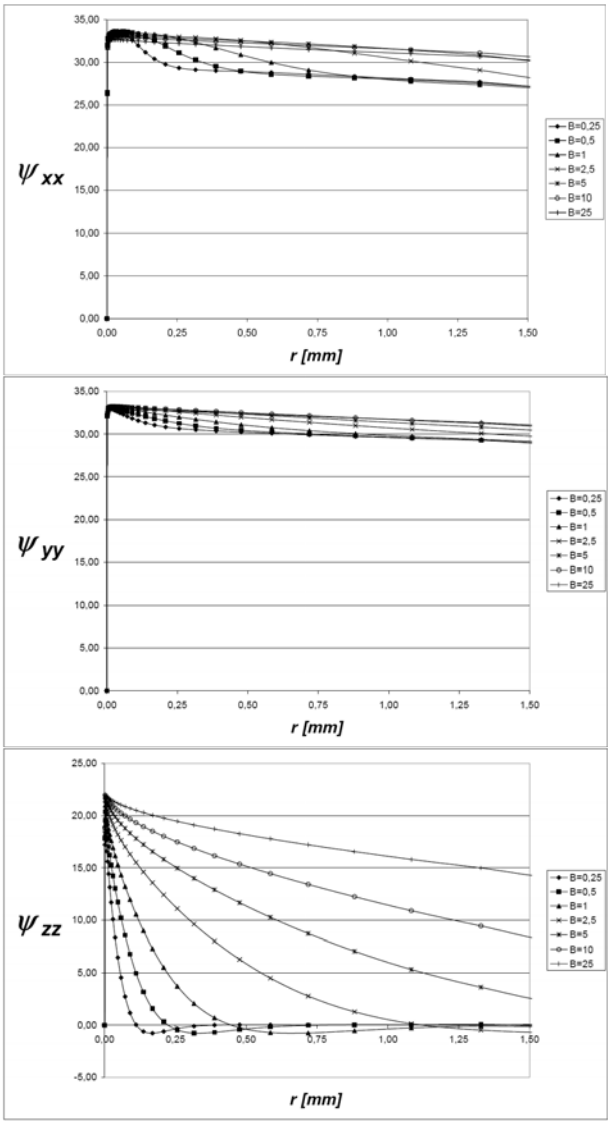


Figura 2. Funciones de constricción ψ_{ij} bajo modo-I de carga en el plano medio y en la dirección de propagación de grieta $\theta_{cr}=0$ para probetas CT de distintos espesores,

2.3 Funciones de constricción

Las funciones de constricción definidas como

$$\psi_{ij}(z,r;B) = \sqrt{2\pi\, r}\ \sigma_{ij}(z,r,\theta;B)\big|_{\theta=0}\ , \quad (15)$$

representan el campo de intensidad de tensión en la dirección crítica, es decir, la de propagación de la grieta, que resulta ser $\theta_{cr}=0$ para modo-I. Estas funciones proporcionan una relevante información sobre el campo tensional en las inmediaciones del frente de grieta, permitiendo así caracterizar la constricción e investigar su influencia cuando $B\to 0$.

Sustituyendo las expresiones de las tensiones de (4) en (15) para $\theta_{cr}=0$ se obtiene

$$\psi_{ij}(z,r;B) = k_{ij}(z;B) + \sqrt{2\pi\, r}\ t_{ij}(z;B) + O(r;B)\,. \quad (16)$$

En el frente de grieta, es decir, para $r\to 0$, las funciones de constricción convergen hacia las respectivas componentes de los factores de intensidad de tensión k_{ij} de acuerdo con

$$\lim_{r\to 0}\psi_{ij}(z,r;B) = \lim_{r\to 0}\sqrt{2\pi\, r}\ \sigma_{ij}(z,r,\theta;B)\big|_{\theta=\theta_{cr}} = k_{ij}(z;B)\,. \quad (17)$$

La figura 2 muestra las funciones de constricción no-nulas en el plano medio de la probeta a lo largo del eje x, es decir $\psi_{xx}(r;B)$, $\psi_{yy}(r;B)$ y $\psi_{zz}(r;B)$ calculadas bajo modo-I para una probeta CT con un amplio rango de espesores (ver [9]). Para r creciente, las funciones de constricción $\psi_{xx}(r;B)$, $\psi_{yy}(r;B)$ y $\psi_{zz}(r;B)$ muestran diferente grado de caída en función del espesor de probeta, que resulta especialmente acusado en el caso de la función de constricción transversal $\psi_{zz}(r;B)$, lo que prueba su estrecha relación con la pérdida de constricción debida al efecto de espesor de probeta (ver figura 3). De este modo, el grado de caída de la curva caracteriza la pérdida de la constricción.

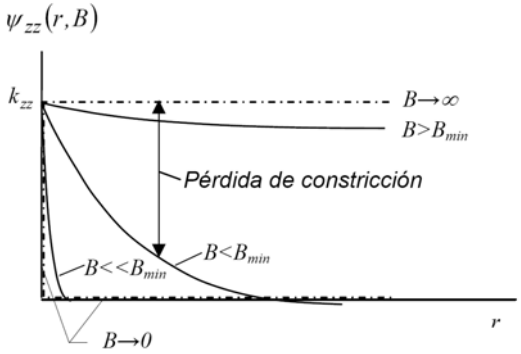


Figura 3. Representación esquemática de la función de constricción transversal ψ_{zz} para probetas CT en un amplio rango de espesores, desde $B\to 0$ hasta $B\to\infty$.

A pesar de las notorias diferencias que evidencian las funciones de constricción debido a la influencia del espesor de probeta, todas ellas muestran la esperada convergencia hacia la respectiva componente del factor de intensidad de tensiones k_{ij} cuando $r\to 0$, con independencia del nivel de constricción. Además, como según la expresión (12), la estructura del tensor

intensidad de tensión no depende del espesor de probeta, las diferentes tendencias mostradas por las funciones de constricción $\psi_{xx}(r;B), \psi_{yy}(r;B)$ o $\psi_{zz}(r;B)$ sólo pueden ser atribuidas a la influencia de las respectivas componentes del segundo término y términos superiores del desarrollo de Williams, en función del espesor de probeta. Una rápida caída de la curva de constricción $\psi_{zz}(r;B)$, como ocurre en el caso de probetas delgadas, denota una pérdida de constricción desde la inmediata proximidad del frente de grieta, que, como es sabido, está asociada a un incremento de la tenacidad aparente de fractura.

3. EL CASO LÍMITE $B \to 0$

En el caso real, el espesor de probeta está acotado inferiormente por los límites de la mecánica del medio continuo (escala atómica o molecular). Esto indica que el mínimo valor posible de B no puede rebasar la nano-escala, digamos 10^{-9} m. En consecuencia, $B = 0$ no es aceptable como límite real cuando $B \to 0$. Esto supone, de acuerdo con las expresiones (10) y (11), la presencia de una tensión singular σ_{zz}, en el caso de espesores finitos, por muy pequeños que sean, lo que demuestra la ausencia de un estado de tensión plana en el marco de la MFEL. Sin embargo, desde una perspectiva teórica, en consonancia con la admisión de tensiones singulares en el frente de grieta, resultante de la ley elástica-lineal del material, resulta conveniente abordar el caso hipotético $B \to 0$ para zanjar definitivamente la cuestión del estado de tensión plana.

Como se mencionó en el subapartado 2.2, para espesores de probeta reales (por lo tanto, finitas), la deformación transversal en el frente de grieta $\varepsilon_{zz}(z,0;B)$ no puede ser singular para garantizar la necesaria acotación del desplazamiento transversal $u_z(z,0;B)$. Sin embargo, en el caso límite $B \to 0$, la no-singularidad de $u_z(z,0;B)$ no implica matemáticamente la no-singularidad de ε_{zz}. Ahora bien, dado que el límite del primer término del lado derecho de (10), es decir la fracción relacionada con los términos singulares del desarrollo de Williams, es obligadamente nulo, según se argumentó en el subapartado 2.2, una posible singularidad de $\varepsilon_{zz}(z,0;B)$ en el caso de un espesor de probeta infinitamente pequeño surgiría, no del primer término, sino del segundo (ver (9)) que corresponde a los términos constantes del desarrollo de Williams.

Esto se confirma con la expresión (13), $\varepsilon_{zz} = (t_{zz} - \nu t_{xx})/E$, válida para todo espesor de probeta [7], incluyendo, por lo tanto, el caso $B \to 0$. Dado que t_{xx} está acotada, el caso $\varepsilon_{zz} \to \infty$ implica necesariamente un valor singular de t_{zz}, tal como se infiere de la tendencia de los valores de t_{zz} para valores decrecientes del espesor de probeta en los cálculos numéricos realizados. Lo anterior queda reafirmado al considerar la función de constricción transversal adimensional normalizada, representada por $\overline{\psi}_{zz}(\bar{z},\bar{r};1)$, como referencia del efecto de constricción transversal (ver figura 4). Una desnormalización de la función de constricción adimensional para el caso $B \to 0$ conduce a la curva de la figura 3, que arranca del valor k_{zz} para $r \to 0$, como ocurre con el resto de curvas para espesores de probetas no-nulos, cayendo inmediatamente a cero siguiendo el eje de ordenadas (obsérvese esta tendencia en la evolución de la función de constricción para $B = 0.25$ en la figura 2).

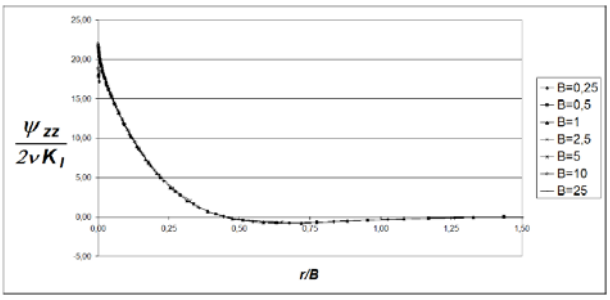


Figura 4. Curva de constricción normalizada $\overline{\psi}_{zz}(r/B,1)$ para una probeta CT de material Al 7075. (De [9]).

En consecuencia, la función de constricción transversal ψ_{zz} en el caso $B \to 0$ ha de identificarse como la correspondiente a un estado límite en el que la función de constricción parte del valor $k_{zz} = \nu(k_{xx} + k_{yy})$ para $r \to 0$, cayendo a cero a continuación. Ello demuestra la persistente presencia de una tensión transversal singular σ_{zz} en el frente de grieta, refutando así una identificación del caso $B \to 0$ con el de tensión plana.

Los argumentos aducidos confirman el error conceptual de considerar el estado de tensión plana como un caso límite de referencia del estado tensional en el frente de grieta, dentro del ámbito de la MFEL. Con ello, la singularidad de la tensión transversal σ_{zz}, acorde con el valor no-nulo de la función de constricción ψ_{zz}, queda asegurada tanto para el caso real en el que $B \to 0$, cumpliendo el requisito $B > 10^{-9} m$, que incluye una cierta extensión, aunque mínima, de la zona de constricción, como para el caso hipotético ideal de $B = 0$ en el que la función de constricción ψ_{zz} está representada por una función δ de Dirac (ver figuras 2 y 3), quedando así garantizado el carácter singular de σ_{zz}. Sin embargo, el caso $B \to \infty$ no plantea problemas para su identificación asintótica con el estado de deformación plana.

Como sinopsis, la figura 5 ilustra esquemáticamente la hipersimplificación que supone la identificación del caso real tridimensional del campo tensional y deformacional correspondiente a $B \to 0$ (izquierda) con uno, no equivalente, bidimensional de tensión plana (derecha). La tensión transversal σ_{zz} representa una

tensión indispensable para garantizar el equilibrio y las condiciones de compatibilidad a todo lo largo del frente de grieta (no sólo en el plano medio de la probeta).

Ignorar la presencia efectiva de esta tensión, equivale a reducir gratuita e injustificadamente el estado tridimensional real (figura 5 izquierda) a un estado ficticio de tensión plana (figura 5 derecha). Las consecuencias de esta hipersimplificación resultan evidentes y conducen a una serie de conceptos erróneos, falsas aseveraciones y cálculos incorrectos en todo el ámbito de la MFEL que se han ido manteniendo en textos básicos, publicaciones y trabajos de investigación (ver [4)].

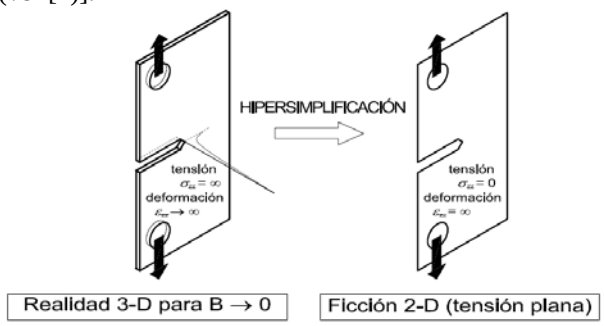


Figura 5. Representación esquemática de los campos de tensión y deformación transversal en una probeta real CT tridimensional para B→0 (izquierda) y su asimilación errónea a un caso ficticio 2-D de tensión plana (derecha).

6. CONCLUSIONES

De todo lo anterior, se derivan las siguientes conclusiones:

- La consideración de una nueva familia de tensores, el *tensor intensidad de campo* $\phi_{ij}(r,\theta;B)$, *el tensor intensidad de tensión direccional* $h_{ij}(\theta;B)$ y el *tensor intensidad de tensión* $k_{ij}(r,\theta;B)$ permite una completa definición de los campos de tensión y deformación en el frente de grieta, facilitando su análisis y su interpretación física.

- La aplicación del desarrollo de Williams a la tensión transversal σ_{zz}, justificada ya en otras contribuciones, permite deducir importantes relaciones para los campos de tensiones y deformaciones en el frente de grieta.

- Las *funciones de constricción* $\psi_{ij}(r;B)$, definidas como el tensor intensidad de campo en la dirección crítica ($\theta = 0^{o}$ en el caso de modo-I) contribuyen a determinar, cualitativa y cuantitativamente, la influencia de la pérdida de constricción debida al efecto del espesor de probeta.

- La posibilidad de normalización adimensional de las funciones de constricción facilita la interpretación de la constricción en diferentes situaciones prácticas, en particular, en el caso $B \to 0$.

- El análisis confirma la necesaria e ineludible presencia de una tensión singular transversal σ_{zz} con independencia del espesor de probeta, en particular para $B \to 0$.

- Las deducciones aportadas prueban la imposibilidad de existencia de un estado de tensión plana en la MFEL, con todas las consecuencias que este hecho implica.

- Como la estructura del tensor intensidad de tensión k_{ij} demuestra ser independiente del espesor de probeta, en el establecimiento del criterio de rotura, puede recurrirse a las funciones de constricción puesto que éstas proporcionan la información relativa a los términos superiores del desarrollo de Williams.

REFERENCIAS

[1] Shames I., Cozzarelli F., *"Elastic and inelastic stress analysis"*, Taylor-Francis, Philadelphia, 1997.

[2] Anderson T., *"Fracture mechanics: Fundamentals and applications",* CRC Press, Boca Raton, 1995.

[3] Kanninen M., Popelar C., *"Advanced fracture mechanics"*, Oxford Univ. Press, New York, 1985.

[4] Giner E., Fernández Zúñiga D., Fernández Sáez J., Fernández Canteli A., *"Efecto de la constricción transversal en las components de línea y área de la integral J_{x1}",* GEF, Santander, 2009.

[5] Seitl S., Knésl Z, *"Two parameter fracture mechanics fatigue crack behaviour under mixed mode conditions*", Eng. Fract. Mechanics 72, 2008.

[6] Williams M.L., "*On the stress distribution at the base of a stationary crack*". J. Appl. Mech., 24, 109-114, 1957.

[7] Nakamura T., Parks D.M., "*Determination of elastic T-stress along three-dimensional crack fronts using an interaction integral "*, Int. J. Solids Structures, 29, 1597-1611, 1992.

[8] Hartranft R., Sih G., *"The use of eigen function expansions in the general solution of three-dimensional crack problems*", J. Math. Mechanics, 19, 123-138, 1969.

[9] Fernández Zúñiga D., Fernández Canteli A., Castillo E., "*Límites del modelo de Irwin en la MFEL ante efectos de constricción lateral*", GEF Burgos, 2007.

[10] Sih G., *"A review of the three-dimensional stress problem for a cracked plate",* Int. J. Fracture Mechanics, 7(1), 39-61, 1971.

MODELLING THE RATE-DEPENDENT FRACTURE PROPAGATION IN CONCRETE

A.L. Rosa[1,2], **R.C. Yu**[1], **G. Ruiz**[1], **J.L.A.O. Sousa**[2]

[1]E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad de Castilla-La Mancha, Avda. Camilo José Cela s/n,
13005 Ciudad Real, España.
E-mail: rena@uclm.es, gonzalo.ruiz@uclm.es

[2]Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo,
Universidade Estadual de Campinas, Av. Albert Eisntein s/n,
13083-852 Campinas, SP, Brasil.
E-mail: aller@fec.unicamp.br, jls@fec.unicamp.br

RESUMEN

En este trabajo se presenta la aplicación numérica de una ley cohesiva-viscosa que incorpora la velocidad de apertura de la fisura en la rotura casi-frágil. La ley llevada a cabo en esta contribución representa una zona de procesos de fractura cohesiva-viscosa insertada en un medio elástico y está implementada con el modelo de superposición elástica en la punta de la fisura. Para validar la implementación, simulamos vigas ensayadas en flexión en tres puntos. Estas vigas fueron confeccionadas con hormigón de alta resisténcia (HAR) y solicitadas a diferentes velocidades de desplazamiento del punto de carga. Se demuestra que los resultados conseguidos con el modelo se ajustan a los resultados experimentales, particularmente el pico de carga y la energia de fractura para las distintas velocidades de desplazamiento empleadas en los ensayos. La ley cohesiva-viscosa también se emplea en un análisis paramétrico que demuestra la dependencia del trabajo de fractura con el tamaño de la probeta y la longitud de la entalla.

ABSTRACT

This paper addresses a numerical implementation of a viscous-cohesive relation aimed to simulate the loading-rate effect on the fracture response of quasi-brittle materials. The implemented relation couples a viscous parameter to Hillerborg's fictitious crack propagation to represent a viscous-cohesive zone in an elastic bulk material. The viscous-cohesive representation is implemented in the framework of smeared cracks. To validate the methodology we simulate high-strength-concrete (HSC) notched beams in three-point-bend (TPB) configuration performed at increasing displacement rates. It is shown that the results obtained with the model are in good agreement with the experimental ones, particularly the maximum load and the work of fracture for various rates conducted in the beam tests. The model has also been used to perform a parametric study that shows the dependence of the work of fracture to the size of the specimen and to the length of its notch ligament.

PALABRAS CLAVE: Efecto de la velocidad de solicitacón, Fractura del hormigon, Modelo cohesive-viscoso, Trabajo de fractura.

1. INTRODUCTION

The strengthening of quasi-brittle materials like concrete and ceramics at dynamic loading conditions [2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 16, 12] can be attributed to micro-inertia [13, 14] and its moisture content [15, 16, 17]. At relatively low loading rates, i.e., smaller than approximately 10/s, the free water in the micro-pores exhibits the so-called Stefan effect [16, 17], which gradually gains a dominant role compared to the inertia effect in causing the strength increase of concrete. In order to explain the loading-rate effect observed in the experiments performed at those relatively low loading rates [18], we propose a viscous cohesive model implemented in a smeared crack tip framework proposed by Planas and Elices [19] and thoroughly explained in [1]. The solution is sought from a triangular system of equations obtained by superposing linear elastic fracture mechanic (LEFM) cases.

The paper is organized as follows. In Section 2, we present the time dependent model with an explanation of the hypothesis established and the method calculation. Afterwards, the model is validated against the experimental results of three-point-bend specimens of HSC. Parametric studies on combined rate and size effect, notch sensitivity on work of fracture are also performed in Section 3. Finally the conclusions are drawn in Section 4.

2. THE TIME DEPENDENT COHESIVE MODEL

Taking into account the dependence on crack-opening rate, we propose a viscous cohesive-law as follows

$$\sigma = \left[1 + \left(\frac{\dot{w}}{\dot{w}_0}\right)^n\right] f(w) \tag{1}$$

where $\dot{w}_0$ is a reference crack-opening velocity, n stands for the rate-dependent index, which describes the degree of viscosity of the material. The function $f(w)$ defines a general static cohesive law. The case of $f(w)$ being linear is shown in figure 1. Note that upon initiation, the crack opens at a zero velocity, therefore, obeys the static cohesive law (dotted line in the figure). As the crack-opening speed increases, it takes subsequently the cohesive curve corresponding to its current opening velocity.

The rate-dependent cohesive law in equation (1) is implemented in the framework of the smeared crack-tip method, which considers a cohesive crack as a superposition of a series of stress-free crack in a linear-elastic body, see figure 2. The distributions of nodal stresses, nodal crack opening and the load-displacement curve can be obtained through a coefficient matrix RD, known a priori through any commercial finite element code, for example ANSYS. The nodal crack opening velocity is obtained through the rate relation:

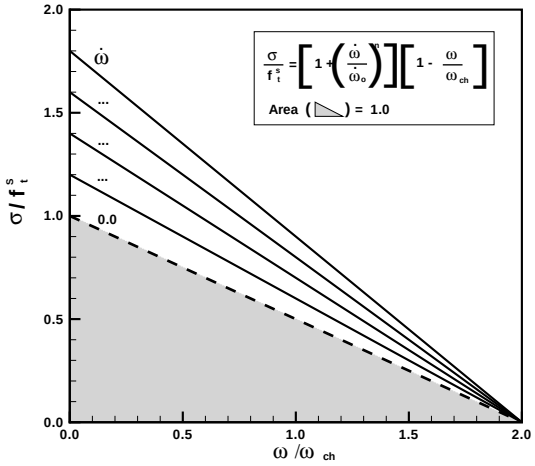


Figure 1: A linear rate-dependent cohesive law, where $w_{ch} = G_F / f_t^s$.

$$\dot{w} = \frac{w_j - w_{j-1}}{\delta_j - \delta_{j-1}} \dot{\delta} \tag{2}$$

where dot superscript represents the rate, index j corresponds to variables at loading step j.

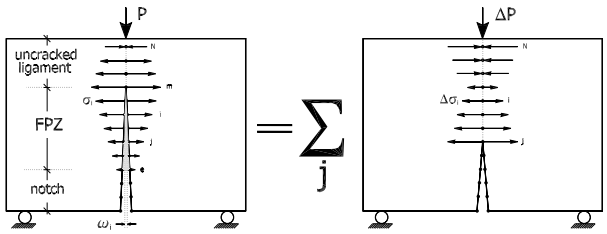


Figure 2: The smeared crack-tip model.

3. NUMERICAL RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Material characterization

Independent tests were performed to characterize the high strength concrete used in the experimental program. The main mechanical properties are summarized in table 1. Measured mean values and standard deviation are also shown. Note that the static value of the apparent fracture energy, $G_F = G_F^s$, considered a true material property, was obtained by curve fitting of experimental data from the means values of the specific fracture energy calculated for each set of specimens subject to the same loading applied rate [18].

Table 1: Hardened HSC mechanical properties.

	$E_c^{(a)}$ (GPa)	$f_t^{s,(b)}$ (MPa)	$G_F^{s,(c)}$ (N/m)	$\ell_{ch}^{(d)}$ (mm)	$\beta_H^{(e)}$	ν
Mean	33.9	5.2	128	160.5	0.62	0.25
Std	1.2	0.5	-	-	-	-

(a) cylinder axial compression tests;
(b) splitting cylinder (Brazilian) tests;
(c) obtained by curve adjust of experimental data [18];
(d) $\ell_{ch} = E_c G_F^s/(f_t^s)^2$;
(d) $\beta_H = D/\ell_{ch}$.

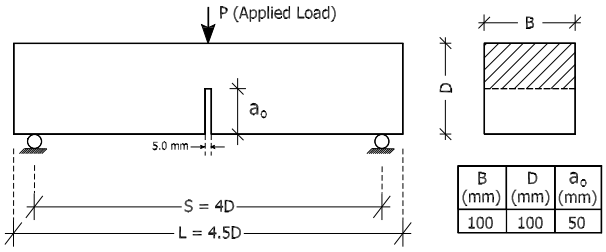


Figure 3: The geometry for a three-point-bend beam.

3.2. Numerical validation

As aforementioned, we validate the current model against the experimental results performed on notched HSC concrete beams in TPB configuration, according to Ruiz et al. [18]. All of the calculations have been performed using the beam geometry shown in figure 3, except in the parametric study presented in Subsection 3.3, where the geometry dimensions are proportionally scaled to account for size effect in the peak load varying the Hillerborg's brittleness number β_H. The coefficients of the matrix RD was computed using a finite element mesh with six-node triangular elements and the middle section were discretized into 100 equal divisions (i.e., N=100 in figure 2). A bilinear cohesive law is adopted to validate the calculations.

The rate dependence index, $n = 0.16$, was obtained through curve fitting of the experimental non-dimensional peak load as a function of the loading applied rate. Subsequently the parameter $\dot{w}_0 = 9.65 \times 10^{-2}$ [mm][s]$^{-1}$ was calculated in a semi-inverse manner by fitting it with the priori n. The numerical and experimental comparison for peak load and work of fracture is shown in figure 4. Almost perfect agreement is shown for peaks loads and work of fracture at relatively higher loading range. The discrepancy for the work of fracture may be attributed to drying of concrete as the test duration covered around 8 hours at the slowest case.

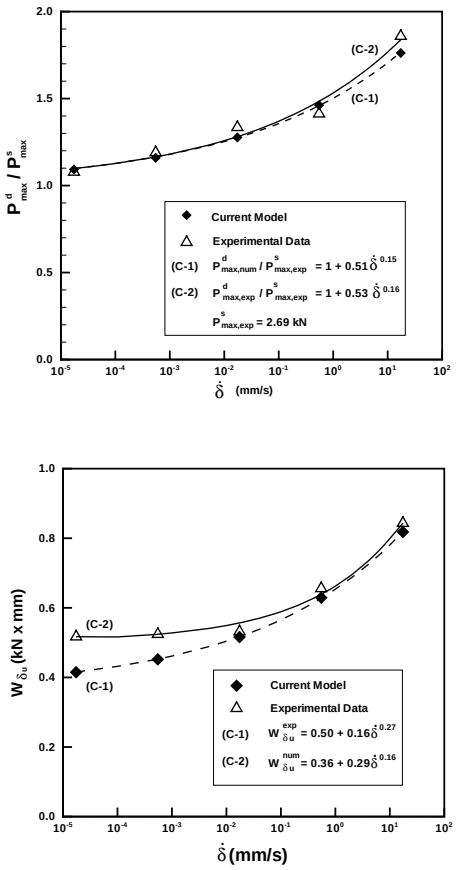


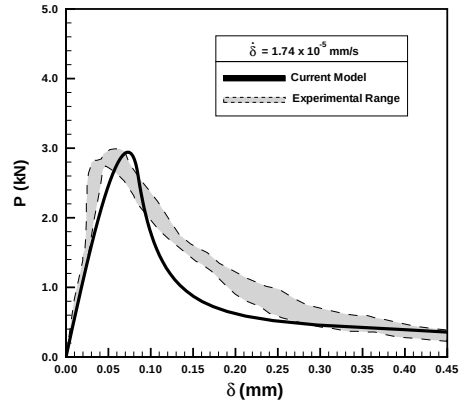
Figure 4: Curves adjusting and comparison between predicted and experimental results for the work of fracture ($W_{\delta u}$) at different load loading rates.

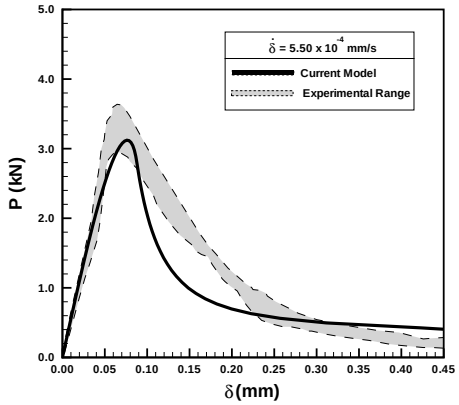
The complete load-displacement curve comparison is shown in figure 5 for four of the five tested loading rates. We observe that the proposed numerical model faithfully reproduce the experimental results.

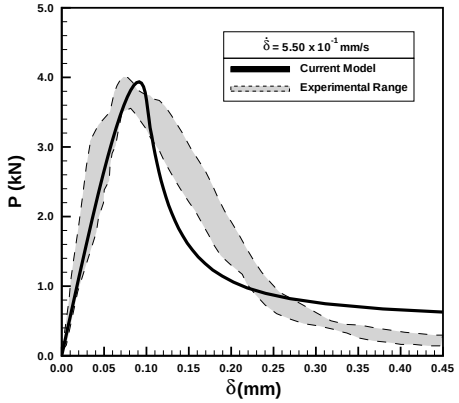
3.3. Parametric studies

In figure 6, we plot the non-dimensional load-displacement curves varying Hillerborg's brittleness number β_H from 0.25 to 4 for static and dynamic cases ($\dot{\delta}/\dot{w}_0 = \beta_H$ fixing the rate index n as 0.15). Note that the non-dimensional strength decreases with the size for both cases, even though the largest beam ($\beta_H = 4$) was loaded with a rate which is 16 times of that of the smallest beam ($\beta_H = 0.25$). In other words, in the range of loading rate studied, the size effect plays a dominant rule compared to the rate effect.

In figure 7, we present the sensitivity of the notch size on the work of fracture normalized by the specific fracture energy in both static and dynamic cases. Note that on one hand, in order to facilitate the fracture localization,







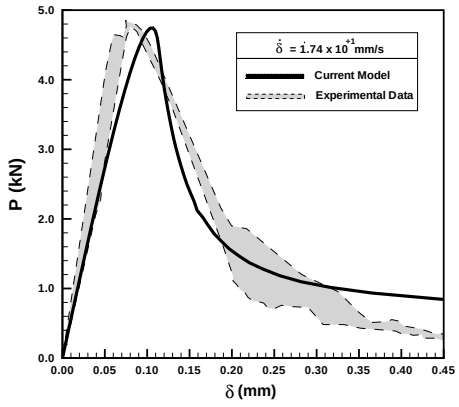
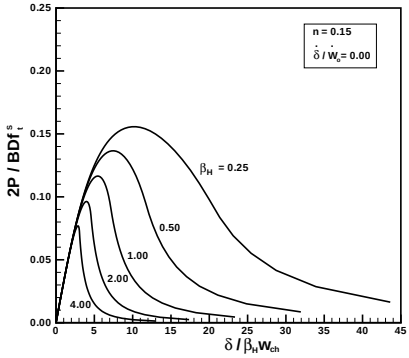


Figure 5: Numerical and experimental load vs. displacement curves at different loading rates.



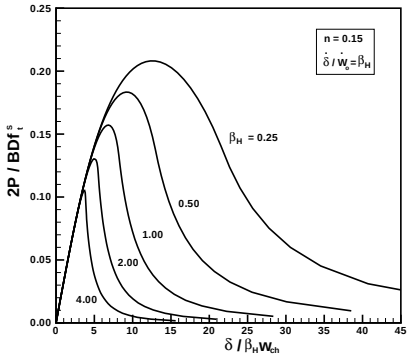


Figure 6: Combined size and rate effect

the notch size should not be too small; on the other hand, it should not be larger than 70% of the beam depth in order to avoid considerable errors in measuring fracture energy. This verifies the recommendations of RILEM for the notch size range less than 30% to 75% of the beam size when using this kind of loading configuration to measure specific fracture energy. For the dynamic cases, due to the rate effect, the work of fracture is significantly larger than the static fracture energy, therefore ceases to be a material parameter.

4. SUMMARY AND CONCLUSIONS

We have implemented a viscous cohesive model in the framework of a smeared-crack-tip method. The methodology is validated against high strength concrete (HSC) beams in three point bending test (TPBT) configuration. A parametric study had also been realized to demonstrated how the parameters related with the time dependent model reflect the fracture response of the material. Based on the findings of this research, the following conclusions can be drawn:

- The results numerically obtained match very well the experimental ones, particularly the maximum load and the work of fracture for the several loading rates used in the tests.

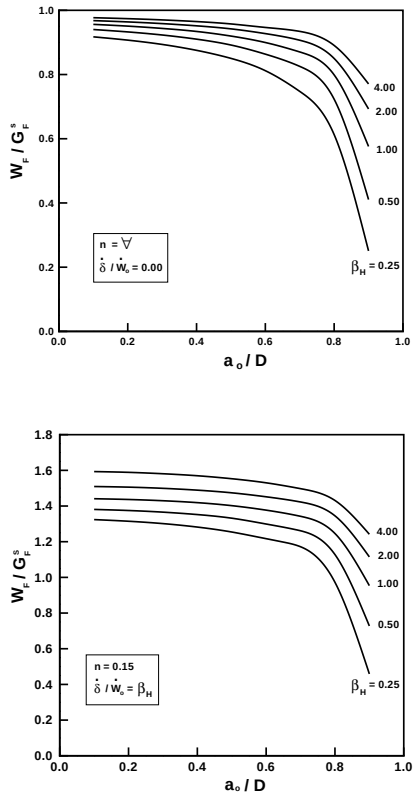


Figure 7: Notch sensitivity on the work of fracture.

- The model can explicitly represent the rate dependency of the peak load and of the work of fracture, such that the peak load and the apparent work of fracture increase monotonically with increasing loading rate.
- Based on the parametric studies we can conclude that the work of fracture per unit area, W_F, increases significantly with the loading rate.
- Finally the numerical results show that the model, in spite of its simplicity, provides a general approach to reflect the experimentally documented fact that the crack propagation and so the parameters governing the fracture process are dependent on the loading rate.

ACKNOWLEDGMENTS

R.C. Yu and G. Ruiz acknowledge the financial support from the Spanish Ministry of Education through grant number MAT2006-09105. A.L. Rosa and J.L.A.O. Sousa gratefully acknowledges the financial support provided by the Coordenação de Pessoal de Nível Superior, CAPES, Brazil (grant CAPES/DGU $152/07$, Process: BEX 1409/07-7) and by the Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, Brazil (grant $2006/01647-4$). A.L. Rosa also gratefully acknowledges funding from UCLM Project (Ref.: 2008-BIN-2506).

REFERENCES

[1] G. Ruiz. Propagation of a choesive crack crossing a reinforcement layer. *International Journal of Fracture*, 111:265-282, 2001.

[2] Z.P. Bažant, R. Guettu. Rate effects and load relaxation in static fracture of concrete. *ACI Materials Journal*, 89:456-468, 1992.

[3] Z.P. Bažant, M. Jirásek. R-curve modeling of rate and size effects in quasibrittle fracture, *International Journal of Fracture*, 62:355-373, 1993.

[4] Z.P. Bažant, Y.N. Li. Cohesive crack with rate-dependent opening and viscoelasticity I: matemathical model and scaling. *International Journal of Fracture*, 86:247-265, 1997.

[5] Z.P. Bažant, J. Planas. *Fracture and Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials*. C.R.C. Press, Boca Raton, Florida, 1998.

[6] Z.P. Bažant, F.C. Caner, M.D. Adley, S.A. Akers. Fracturing rate effect and creep in microplane model for dynamics. *Journal of Engineering Mechanics*, 126:962-970, 2000.

[7] A. Brara, J.R. Klepaczcko. Fracture energy of concrete at high loadings rates in tension. *International Journal of Impact Engineering*, 34:424-435, 2007.

[8] E. Denarié, C. Cécot, C. Huet. Characterization of creep and crack growth interactions in the fracture behavior of concrete. *Cement and Concrete Research*, 36:571-575, 2006.

[9] R. Guettu, Z.P. Bažant. Fracture properties and brittleness of high-strengh Concrete. *ACI Materials Journal*, 87:608-618, 1990.

[10] H.W. Reinhardt, J. Weerheijm. Tensile fracture of concrete at high loading rates taking into account of inertia and crack velocity effects. *International Journal of Fracture*, 51:31-42, 1991.

[16] P. Rossi, J.G.M. Van Mier, C. Boulay, F. Le Maou. The dynamic behavior of concre: influence of free water. *Materials and Structures*, 25:509-514, 1992.

[12] P. Rossi, J.G.M. Van Mier, F. Toutlemonde, F. Le Maou, C. Boulay. Effect of loading rate on the strength of concrete subjected to uniaxial tension. *Materials and Structures*, 27:260-264, 1994.

[13] G. Ruiz, M. Ortiz, 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.

[14] R.C.Yu, G. Ruiz, A. Pandolfi. Numerical investigation on the dynamic behavior of advanced ceramics. *Engineering Fracture Mechanics*, 71:897-911, 2004.

[15] P.E. Wittmann, P.E. Roelfstra, H. Mihashi, P. Simonin. Influence of age of loading, water-cement ratio and rate of loading on fracture energy of concrete. *Materials and Structures*, 20:103-110, 1987.

[16] P. Rossi, J.G.M. Van Mier, C. Boulay, F. Le Maou. The Dynamic Behaviour of Concrete: Influence of Free Water. *Materials and Structures*, 25:509-514, 1992.

[17] P. Rossi, F. Toutlemonde. Effect of loading rate on the tensile behavior of concrete: description of the physical mechanisms. *Materials and Structures*, 29:116-118, 1996.

[18] G. Ruiz, X.X. Zhang, J.R. Del Viso, R.C. Yu, J.R. Carmona. Loading rate effect on the fracture behavior of high strengh concrete. *Cement and Concrete Research*, To appear.

[19] J. Planas, M.A. Elices. Nonlinear fracture of cohesive materials. *International Journal of Fracture*, 51:139-157, 1991.

[20] G.V. Guinea, J. Planas, M.A. Elices. A general bilinear fit for the softening curve of concrete. *Materials and Structures*, 27:99-105, 1994.

[21] A. Hillerborg, M. Modeer, P.E. Petersson. Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elememts. *Cement and Concrete Research*, 6:773-82, 1976.

[22] P.E. Peterson. *Crack Growth and Development of Fracture Zones in Plain Concrete and Similar Materials*. Report TVBM-1006, Division of Building Materials, Lund Institute of Technology, University of Lund, Sweden, 1981.

EVALUACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA MEDIANTE LA COMBINACIÓN DEL DIAGRAMA FAD Y DE ENSAYOS SPT SOBRE PROBETAS FISURADAS

I. I. Cuesta[1], J. M. Alegre[1], P. M. Bravo[1]

[1] Grupo de Integridad Estructural. Universidad de Burgos. Escuela Politécnica Superior. C/Villadiego s/n, 09007, Burgos
E-mail: iicuesta@ubu.es

RESUMEN

El diagrama FAD (Failure Assessment Diagram) es un procedimiento para la evaluación de la integridad estructural de componentes fisurados. Las condiciones de fallo de la geometría, bajo unas condiciones de carga y fisura dadas, están basadas en las propiedades a fractura del material (K_{mat}) teniendo en cuenta el comportamiento plástico del mismo. En el presente trabajo se ha desarrollado una metodología que combina el diagrama FAD y la curva carga-desplazamiento obtenida en el ensayo Small Punch Test (SPT) sobre probetas fisuradas, para estimar la tenacidad a fractura de un acero inoxidable endurecido por precipitación. Este estudio se apoya en la simulación numérica de la probeta fisurada para la determinación de la carga de colapso plástico y del factor de intensidad de tensiones durante el proceso de carga. Asimismo se han efectuado ensayos interrumpidos para identificar el punto de inicio de la propagación de la fisura en los ensayos SPT prefisurados. Una vez determinados dichos valores se estiman los parámetros K_r y L_r en el momento del fallo de la probeta fisurada, teniendo como única incógnita el valor de K_{mat}. Posteriormente se combinan dichos valores con el diagrama FAD del material obtenido a partir del nivel 3 B según el procedimiento ASME-API 579, estimando de esta forma el valor de K_{mat}. Para la evaluación del grado de aproximación obtenido con esta metodología se ha comparado el valor de tenacidad del material estimado con el obtenido a partir de ensayos normalizados.

ABSTRACT

The Failure Assessment Diagram (FAD) is a procedure for the evaluation of the structural integrity of cracked components. The failure conditions (load and crack size) of the component are based on the material fracture properties (K_{mat}) taking into account its plastic behaviour. In the present work a new methodology combining the diagram FAD and the load-displacement curve obtained from the pre-cracked Small Punch Test (SPT) has been developed, in order to estimate the fracture toughness of a stainless steel. The present research is based on the numerical simulation of a pre-cracked specimen to determine the plastic collapse load and the stress intensity factor during the loading process. A set of interrupted Small Punch Tests have been also made to identify the starting point of the crack propagation. Ones the plastic collapse load and the stress intensity factor have been already determined, the parameters K_r and L_r are estimated in the very moment of the cracked specimen failure, having just as unknown variable the value K_{mat}. Subsequently the mentioned values are combined with the diagram FAD of the material obtained from a level 3 B according to ASME-API 579, estimating this way the value K_{mat}. To evaluate the accuracy grade of this methodology the estimated toughness obtained has been compared with that from normalized tests of the considered material.

PALABRAS CLAVE: Ensayo Small Punch, Diagrama FAD, Tenacidad a Fractura.

1. INTRODUCCIÓN

El ensayo de probetas miniatura (SPT) consiste básicamente en un punzonado sobre una probeta pequeña, mediante un punzón de gran rigidez, estando la periferia de la probeta empotrada por una matriz. En las últimas décadas han sido muchos los investigadores que han utilizado el SPT con el fin de obtener las propiedades de fractura de un material, en los casos que no se dispone de material suficiente para poder realizar ensayos normalizados, como por ejemplo en el caso de soldaduras o material irradiado. La gran mayoría de los trabajos [1-5] sobre este tema hasta el momento han sido realizados con probetas convencionales de SPT, siendo muy pocos los autores que han utilizado probetas fisuradas [6,7].

Por otro lado el diagrama FAD es un procedimiento para la evaluación de la integridad estructural de cualquier componente fisurado. Dicho diagrama considera el efecto de la fisura, geometría y propiedades del material como la tenacidad a fractura (K_{mat}) teniendo en cuenta el comportamiento plástico del mismo. Se asume que el fallo del componente o probeta se produce

en el momento en el que se alcanza la línea de fallo definida por el diagrama FAD, la cuál se puede definir mediante diferentes niveles de análisis, en función de las propiedades del material disponibles [8].

El presente trabajo nace de la posibilidad de combinar los resultados obtenidos en el SPT sobre probetas fisuradas con el diagrama FAD para la evaluación de la tenacidad a fractura del material utilizado, apoyándose el estudio en la simulación numérica.

2. METODOLOGÍA

La metodología que se presenta a continuación hace uso del diagrama FAD de una forma poco convencional, permitiendo como se verá a continuación la determinación de K_{mat}. El esquema de esta metodología se puede observar en la Figura 1. El primer paso a realizar es la determinación mediante la simulación numérica, de la carga de colapso plástico de la probeta fisurada P_U, y de la carga aplicada sobre la probeta en el punto de inicio de la propagación de la fisura P_{apl} a partir de la realización de ensayos interrumpidos de SPT prefisurados y su posterior análisis fractográfico.

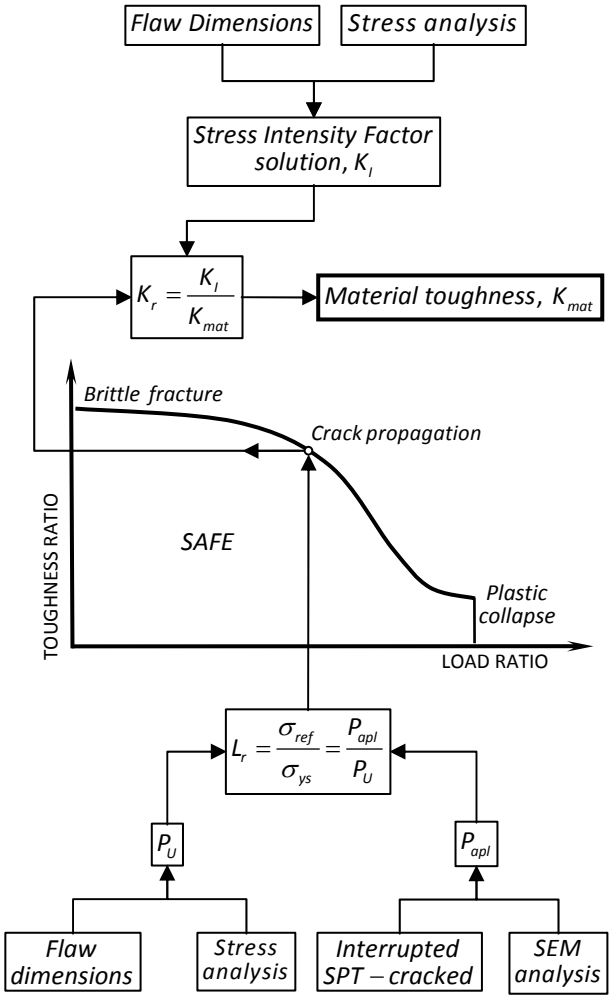


Figura 1. Esquema de la metodología desarrollada para el cálculo de K_{mat}.

Con estos dos valores obtenidos se puede calcular el valor de L_r mediante la siguiente expresión [9]:

$$L_r = \frac{\sigma_{ref}}{\sigma_{ys}} = \frac{P_{apl}}{P_U} \quad (1)$$

Una vez calculado este valor, es decir, conocido el valor de abscisas en el FAD, obtenemos el punto de corte de dicha abscisa con la curva del diagrama, el cuál ha sido obtenido a partir del nivel 3 B según el procedimiento ASME-API 579 [8]. Este punto define el instante en el que comienza a propagar la fisura en la probeta analizada, quedando definido el valor de la ordenada de dicho punto, la cuál corresponde al valor de K_r.

$$K_r = \frac{K_I}{K_{mat}} \quad (2)$$

Por otro lado, a partir de la simulación numérica de la probeta fisurada se calcula el factor de intensidad de tensiones K_I correspondiente a P_{apl} en el punto de inicio de la propagación de la fisura. Con los valores de K_r y K_I determinados el último paso de esta metodología es estimar el valor de K_{mat}, a partir de la expresión (2).

3. DETERMINACIÓN DE L_r

El nivel de plastificación de la probeta analizada es tenido en cuenta a través del parámetro L_r. Para determinar el valor de L_r es necesario calcular el valor de P_{apl} y de P_U según indica la expresión (1).

3.1. Determinación de P_{apl}

Para determinar el valor de la carga aplicada sobre la probeta en el instante de inicio de la propagación de la fisura se han realizado una batería de ensayos interrumpidos sobre probetas SPT fisuradas.

El material estudiado ha sido un acero inoxidable endurecido por precipitación utilizado en vasijas de altas presiones. Las dimensiones de las probetas SPT han sido de 20x20 mm y espesor de 1mm, las cuales han sido prefisuradas por láser longitudinalmente, desde el centro de un lado de la probeta hacia el centro del lado opuesto, con una profundidad teórica de 0.5 mm a partir de la cara inferior. El valor de esta profundidad y la calidad de la fisura obtenida se han comprobado posteriormente mediante técnicas de microscopía óptica.

La Figura 2 muestra una metalografía de la fisura inicial realizada con el láser, en ella se puede observar claramente que la forma que tiene es de V. En el detalle ampliado de la punta de fisura de la esquina superior derecha se puede identificar como quedan restos de material fundido y del propio material, esto es debido al propio láser ya que se aplica a través de un haz de

pulsos intermitentes, dejando aleatoriamente en la punta de fisura una serie de pequeños ligamentos, como se puede observar en la Figura 3.

En esta misma figura se observa la profundidad de la fisura, ligeramente variable en longitud, ya que el láser va dejando picos y valles a lo largo de la punta de fisura conforme ha ido avanzando.

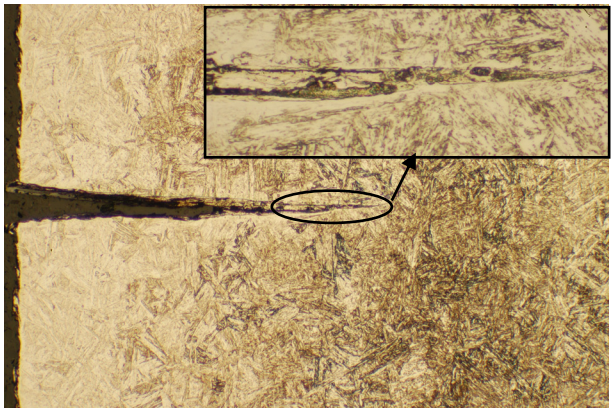


Figura 2. Metalografía de la fisura inicial.

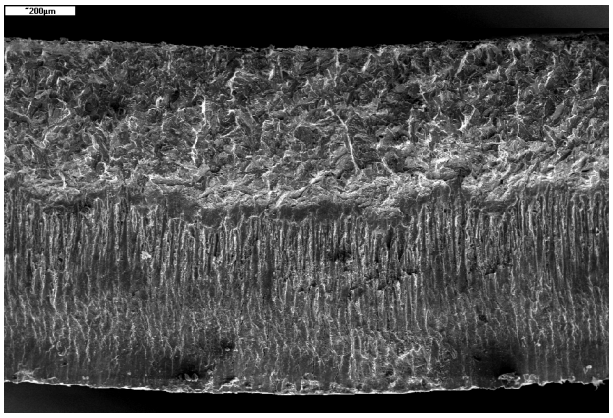


Figura 3. Zona central de la probeta en el punto 2.

Para la realización de los ensayos se ha utilizado un diámetro del punzón d=5mm, una matriz inferior de diámetro t=8mm y un radio de acuerdo de la matriz inferior r=1mm. El ensayo se ha realizado a temperatura ambiente con una velocidad de desplazamiento del punzón de v=0.8mm/min.

La Figura 4 muestra, sobre una curva completa hasta la rotura, los niveles de carga alcanzados en los 5 ensayos interrumpidos, cuyas curvas carga-desplazamiento no se han representado, por ser prácticamente coincidentes con la curva completa presentada.

Analizando la forma de la curva de la Figura 4 se observa una división de la curva en cuatro tramos bien diferenciados. El primero iría desde el inicio de la curva hasta el punto 1, en este tramo tanto la probeta como el utillaje se reposicionan ligeramente. Nos encontramos en la zona de comportamiento puramente elástico de la probeta. La no linealidad observada puede ser debida al reposicionamiento de la probeta, pequeños deslizamientos, o incluso la rotura de pequeños ligamentos dejados por el láser durante el mecanizado de la fisura.

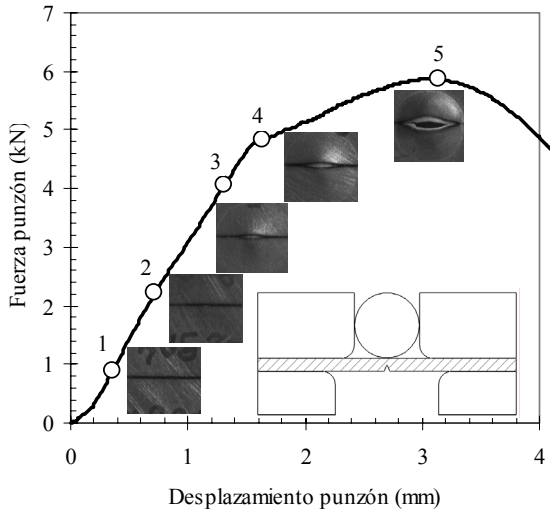


Figura 4. Curva carga-desplazamiento del punzón obtenida en los SPT sobre probetas fisuradas.

El segundo tramo comprende desde el punto 1 al punto 4. En este tramo tiene lugar la progresiva abertura de los labios de la fisura, como se puede observar en la secuencia de imágenes de la Figura 5, y como consecuencia final de esto, el comienzo y propagación de la fisura hasta llegar al punto 4 en el cuál la fisura se hace pasante a lo largo del espesor de la probeta.

A partir de este punto la capacidad de carga de la probeta se reduce aunque sigue aumentando ligeramente, encontrándonos ya en el tercer tramo de la curva, el cuál llega hasta el punto 5 en el que se alcanza la carga máxima. En este tramo la fisura ha seguido propagando en todo el espesor hasta llegar a la zona de empotramiento de la probeta.

El cuarto y último tramo a partir del punto 5 corresponde a un decremento importante de la capacidad resistente de la probeta. En este tramo el punzón traspasa completamente la probeta sin apenas encontrar resistencia.

Tras este primer análisis visual se hace necesario un posterior análisis mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) para determinar con exactitud el punto de inicio de la propagación de la fisura, el cuál se encontrará dentro del segundo tramo de la curva próximo al punto 4, el análisis SEM también será muy útil para determinar los mecanismos de fractura y la profundidad y forma exacta de la fisura en cada uno de los puntos. Para la realización del análisis SEM se ha procedido a la fragilización con nitrógeno líquido de las probetas y a su posterior división en dos mitades.

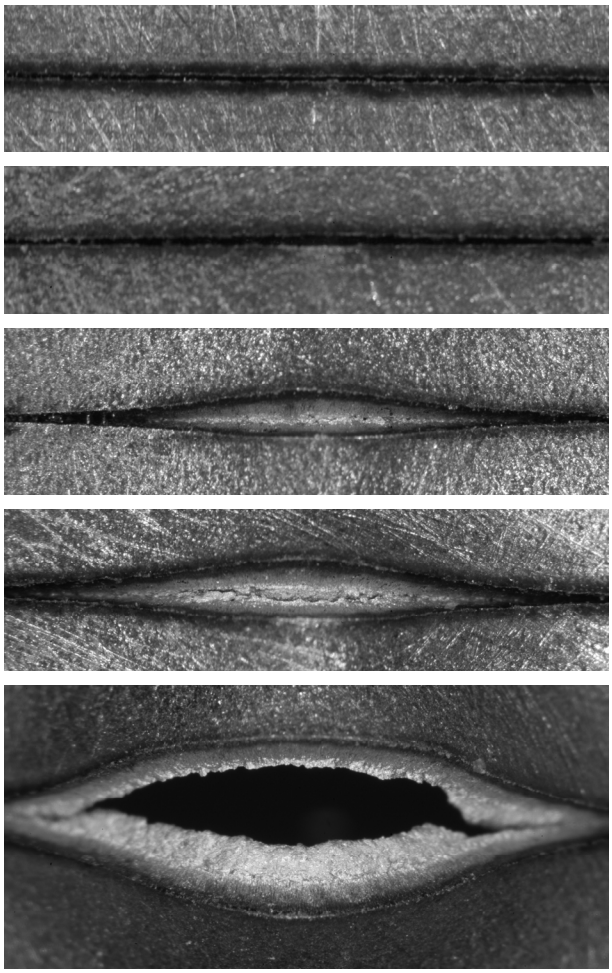


Figura 5. Evolución de la propagación de la fisura desde el punto 1 al 5.

En la fractografía de la Figura 6 realizada a 75X y correspondiente al punto 3 se puede apreciar, además de las partes correspondientes a la rotura frágil y a la fisura inicial, una parte central de color claro correspondiente al inicio de la propagación de la fisura a través de los mecanismos de fractura dúctil, como se puede ver en la fractografía del detalle a 500X en la misma Figura 6.

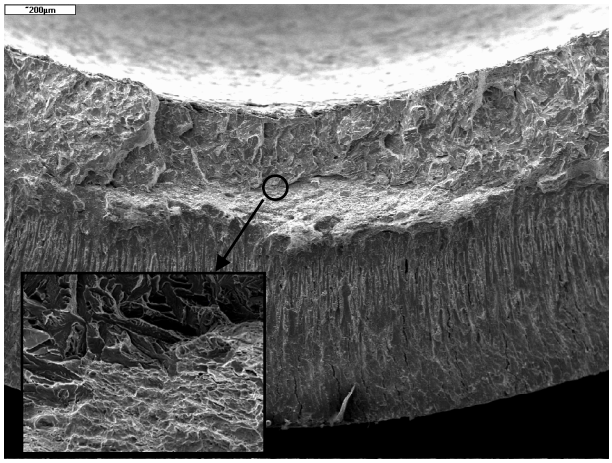


Figura 6. Zona central de la probeta en el punto 3.

Mediante el análisis SEM se puede determinar que el punto de inicio de la propagación de la fisura está entorno al punto tres de los ensayos interrumpidos, ya que una vez que se inicia la fisura esta propaga muy rápidamente, por lo que se toma un valor de P_{apl} de 4kN.

3.2. Determinación de P_U

La carga de colapso plástico de la probeta fisurada se ha realizado mediante un análisis por EF, utilizando el programa MSC.Marc [10]. Debido a la simetría que presenta el SPT con probeta fisurada se ha modelizado un cuarto de la geometría en 3D con elementos hexaédricos de 8 nodos (HEX 7), utilizando los planos YZ y ZX como planos de simetría. El punzón y las matrices inferior y superior se han modelado como superficies rígidas. El material de la probeta se ha considerado como elasto-plástico. Se han utilizado los datos experimentales de la curva tensión-deformación para obtener las propiedades elásticas, como son el módulo de Young (E) y el coeficiente de Poisson (ν), el límite elástico del material (σ_{ys}) y las propiedades plásticas del material.

Una vez realizado el cálculo se procede a evaluar la carga para la que se alcanza la deformación plástica generalizada en la zona central de la probeta, la cuál corresponde a la parte que no está empotrada por las matrices superior e inferior, como se puede ver en la Figura 7. Este fenómeno se produce para un valor de la carga aplicada de 4.9kN. Esta carga se considerará como P_U.

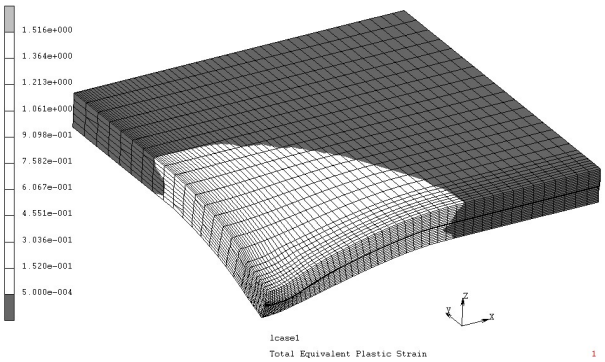


Figura 7. Colapso plástico de la probeta.

3.3. Determinación de L_r

Una vez obtenidos los valores de P_{apl} (inicio de la propagación) y P_U (plastificación total), los cuales son 4kN y 4.9kN respectivamente, el cálculo de L_r se realiza a través de la expresión (1) dando como resultado un valor de L_r=0.82.

4. DETERMINACIÓN DE K_r

Para la determinación de K_r es necesaria la representación previa del diagrama FAD que se va a utilizar. La Figura 8 muestra dicho diagrama calculado

a partir del nivel 3 B según el procedimiento ASME-API 579 [8], dicho nivel queda definido por las expresiones (3) y (4), donde σ_{ref} es la tensión de referencia y σ_{TS} es la resistencia a tracción.

$$K_r = \left(\frac{E \cdot \varepsilon_{ref}}{L_r \cdot \sigma_{ys}} + \frac{L_r^3 \cdot \sigma_{ys}}{2E \cdot \varepsilon_{ref}} \right)^{-1/2} \quad si \;\; L_r \le L_r^{\max} \tag{3}$$

$$L_{r(\max)} = \frac{1}{2}\left(1 + \frac{\sigma_{TS}}{\sigma_{YS}}\right) \tag{4}$$

Para poder aplicar este nivel es necesario conocer la curva completa tensión-deformación del material, la cuál ha sido determinada a partir de ensayos convencionales de tracción. En particular es necesario disponer de los datos de la curva de tracción en valores $\sigma_{ref} / \sigma_{ys} = 0.7, 0.8, 0.98, 1.0, 1.02, 1.1, 1.2$ y en intervalos de 0.1 hasta alcanzar la resistencia a tracción σ_{TS}. Este aspecto dependerá de la forma de la curva de tracción. El diagrama FAD tiene una línea de corte en la zona de colapso plástico definida mediante la expresión (4).

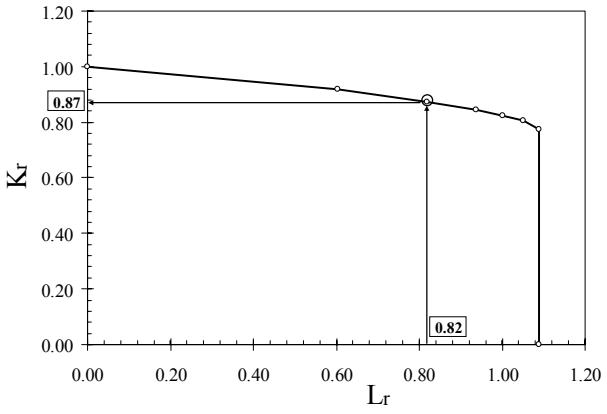


Figura 8. Diagrama FAD 3 B según API 579, del material considerado.

Hecho esto es posible entrar en el diagrama con el valor calculado anteriormente de L_r ya que representa la abscisa del punto en el diagrama que define el instante en el que comienza a propagar la fisura en la probeta. Hallado este punto el valor de su ordenada queda definido inmediatamente, correspondiendo este valor a K_r. En el diagrama de la Figura 8 para un valor de L_r de 0.82 se obtiene que K_r es igual a 0.87.

5. EVALUACIÓN NUMÉRICA DE K_I

Uno de los principales pasos en la metodología anterior es la correcta determinación de los factores de intensidad de tensiones (FIT) en cada paso de cálculo. Entre las técnicas más comunes para el cálculo de los FIT en modelos 3D, cabe mencionar (a) la técnica de correlación de desplazamientos [11,12], (b) la evaluación de la tasa de liberación de energía potencial [13], y (c) el cálculo de la integral J por medio de una integral de dominio [14]. Bittencourt [15] ha demostrado que en el caso de materiales elásticolineales y con mallados suficientemente refinados los tres grupos de procedimientos convergen a las mismas predicciones. En nuestro caso, se ha optado por obtener los FIT a través de la técnica de correlación de desplazamientos por tratarse de un procedimiento ventajoso desde el punto de vista computacional.

Para ello, el entorno de la fisura ha sido modelado mediante una roseta de elementos finitos concéntricamente dispuestos alrededor de la punta de la fisura, tal y como se presenta en la Figura 9. Se trata de elementos brick de 20 nodos, 8 en los vértices del elemento y 12 en la mitad de cada arista, que han sido convenientemente modificados para así poder reproducir las singularidades de tipo $r^{-1/2}$ en los campos de tensiones y deformaciones. El resto de la geometría ha sido mallada con elementos brick de 20 nodos convencionales. El programa utilizado para esta simulación ha sido el código ANSYS [16]. Con este tipo de elementos el FIT en modo I puede evaluarse según la expresión (5),

$$K_I = \frac{\mu}{\kappa + 1}\sqrt{\frac{2\pi}{L}}\left[4(v_2 - v_4) + v_5 - v_3\right] \tag{5}$$

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}; \qquad \kappa = \begin{cases} 3 - 4\nu & (\textit{deformación plana}) \\ (3-\nu)/(1+\nu) & (\textit{tensión plana}) \end{cases}$$

donde L es la longitud del elemento singular y u_j, v_i son los desplazamientos nodales en las direcciones x e y respectivamente donde x es la dirección actual de la fisura e y es la dirección perpendicular. Las expresiones son fácilmente demostrables a partir de las fórmulas para los movimientos propias de la MFEL.

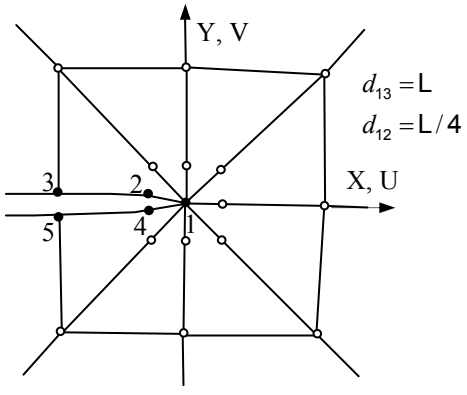


Figura 9. Elementos singulares en la punta de la fisura.

La calidad de la técnica descrita ha sido contrastada comparándola con resultados de soluciones analíticas contenidas en manuales de factores de intensidad de tensiones [17]. Los resultados indican que con una roseta de 12 elementos los resultados de los FIT son plenamente satisfactorios, siendo prácticamente

coincidentes en la estimación de K_I. En nuestro caso se han utilizado 12 elementos en la mitad de la roseta.

En la Figura 10 se presenta el mallado desarrollado en la probeta SPT fisurada. Solo se ha mallado un cuarto de la misma, aunque en la figura aparece ½ de la probeta para mayor claridad.

Se han aplicado las adecuadas condiciones de simetría al plano de la fisura y el contorno exterior de la probeta se ha considerado con condiciones de empotramiento. El punzón ha sido modelado como un sólido indeformable. Para el material se ha utilizado un modelo elástico, lineal e isótropo.

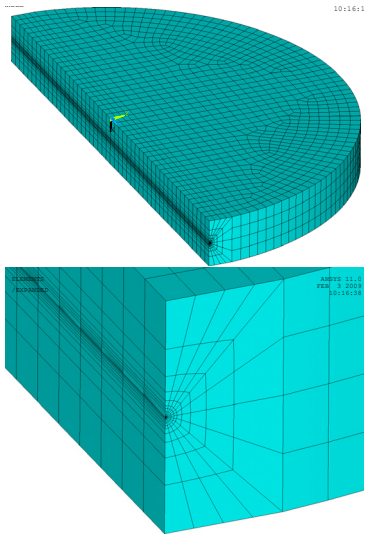


Figura 10. Mallado de la probeta SPT prefisurada.

La expresión (6) representa matemáticamente los resultados obtenidos del análisis previamente expuesto. Dado que en las observaciones experimentales se ha observado que la iniciación de la propagación se produce en el centro de la probeta, es en ese punto donde se ha calculado la evolución del FIT frente a la carga aplicada en el punzón. Posteriormente, una vez identificado el valor de la carga para el que se produce el inicio de la propagación se puede determinar el valor del FIT crítico en ese instante, correspondiendo a un valor de $K_I = 132.1 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

$$K_I \left[MPa \cdot m^{1/2} \right] = 32.566 \cdot P_{apl} \left[kN \right] + 1.7926 \qquad (6)$$

6. DETERMINACIÓN DE K_{mat}

Una vez conocidos los valores de K_r y K_I en el punto de inicio de la propagación de la fisura en la probeta es posible calcular el valor de K_{mat} de forma directa a partir de la expresión (2), obteniendo como resultado un valor de $K_{mat} = 151.8 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Este valor ha sido comparado con los resultados obtenidos a partir de ensayos Charpy ($K_{mat} = 169.5 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) y las recomendaciones para este material a fractura proporcionadas por el código ASME ($K_{mat} = 133 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$). Se puede observar que la estimación que proporciona el método expuesto es válida y está dentro del rango de incertidumbre para la medida de K_{mat}.

7. CONCLUSIONES

La metodología presentada constituye una herramienta válida para la estimación de la tenacidad a fractura de un material, cuando no se dispone de una cantidad suficiente para realizar ensayos convencionales. Esta metodología abre un amplio abanico de posibilidades para la estimación de las propiedades a fractura mediante el uso de probetas SPT para diferentes temperaturas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del proyecto MCI Ref: MAT2008-06879-C03-03/MAT.

REFERENCIAS

[1] X. Mao and H. Takahashi, *Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk small punch tests*, Journal of Nuclear Materials 150 (1987), 42-52.

[2] X. Mao, H. Takahashi and T. Kodaira, *Supersmall punch test to estimate fracture toughness Jic and its application to radiation embrittlement of 2.25Cr-1Mo steel*, Materials Science and Engineering, AI50 (1992), 231-236.

[3] Maribel L. Saucedo-Muñoz, Shi Cheng Liu, Toshiyuki Hashida, Hideaki Takahashi, Hideo Nakajima, *Correlationship between JIC and equivalent fracture strain determined by small-punch tests in JN1, JJ1 and JK2 austenitic stainless steels*, Cryogenics 41 (2001), 713–719.

[4] A. Shekhter, S. Kim, D.G. Carr, A.B.L. Croker, S.P. Ringer, *Assessment of temper embrittlement in an ex-service 1Cr–1Mo–0.25V power generating rotor by Charpy V-Notch testing, KIc fracture toughness and small punch test*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 79 (2002), 611–615.

[5] Jai-Man Baik, J. Kameda, and O. Back, *Small Punch Test evaluation of intergranular embrittlement of an alloy steel*, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 17 (1983), 1443-1447.

[6] Jang-Bog Ju, Jae-il Jang, Dongil Kwon, *Evaluation of fracture toughness by small-punch testing techniques using sharp notched specimens*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 80 (2003), 221–228.

[7] I. I. Cuesta, J. M. Alegre, R. Lacalle, J. A. Álvarez, F.Gutiérrez-Solana, *Cálculo de la integral J en probetas SPT para la estimación de la tenacidad a fractura*, Anales de Mecánica de la Fractura Vol. II (2008), 486-491.

[8] ASME, *API 579-1/ASME FFS-1*, *in Fitness-For-Service*, American Society of Mechanical Engineers, 2007.

[9] I. Milne, R.A. Ainsworth, A.R. Dowling and A.T. Stewart, *Assessment of the integrity of structures containing defects*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 32 (1988), 3–104.

[10] MSC.Marc Volume A, *Theory and User Information*, Chapter 5, Fracture Mechanics.

[11] C.F. Shih, H.G. de Lorenzi, M.D. German, *Crack Extensión Modeling with Singular Quadratic Isoparametric Elements*, International Journal of Fracture 12 (1976), 647-651.

[12] R.S. Barsoum, *On the use of isoparametric finite elements in linear fracture mechanics*, Int. J. for Numerical Methods in Engineering 10 (1976), 25–37.

[13] I.S. Raju, *Calculation of Strain-Energy Release Rates with Higher Order and Singular Finite Elements*, Engineering Fracture Mechanics 28 (1987), 251-274.

[14] J. R. Rice, *A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks*, Journal of Applied Mechanics 35 (1968), 379-386.

[15] T.N. Bittencourt, P.A. Wawrzynek, A.R. Ingraffea, J.L.A. Sousa, *Quasi-Automatic Simulation of Crack Propagation for 2D LEFM Problems*, Eng. Fract. Mech. 55 (1996), 321-334.

[16] Ansys Inc. V11.0, *User Manual*, (2008).

[17] H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin, *The Stress Analysis of Cracks Handbook. Third Edition*, ASME International (2000).

ESTUDIO ATOMÍSTICO DE LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN MONOCRISTALES DE Fe–α AGRIETADOS

A. Irastorza, A. Luque, J. Aldazabal, J.M. Martínez–Esnaola, J. Gil Sevillano

CEIT y Tecnun (Universidad de Navarra)
Paseo de Manuel Lardizábal, 15. 20018 Donostia–San Sebastián, España
E–mail: aluque@ceit.es

RESUMEN

Este trabajo recoge resultados preliminares de simulaciones de dinámica molecular (MD), realizadas para estudiar el efecto de la orientación de un monocristral pre–agrietado de hierro y la temperatura de simulación sobre el comportamiento a fractura. Se ha implementado el termostato de Nosé–Hoover para considerar el efecto de la temperatura. El método de MD empleado es el *embedded–atom method* (EAM). Tras un proceso de relajación, se ha procedido a la tracción de las nanoestructuras preagrietadas con control de desplazamiento. El fallo del material se produce por el crecimiento de la grieta mediante la emisión de dislocaciones. A las temperaturas más bajas, se observa un comportamiento de fractura frágil por la menor actividad de las dislocaciones. Además se ha medido la apertura de los labios de la grieta. Mediante las ecuaciones del continuo, se han estimado los valores del factor de intensidad de tensiones para la emisión de la primera dislocación.

ABSTRACT

This paper summarizes various molecular dynamics (MD) simulations, carried out to study the effect of the orientation of a cracked iron single crystal and the simulation temperature on the fracture behaviour. The Nosé–Hoover thermostat has been implemented to consider the effect of the temperature. The MD technique employed has been the embedded–atom method. After sample relaxation, traction of the cracked nanostructures with displacement control has been performed. The failure takes place with crack growth associated to dislocation emission. At lower temperatures, however, fracture behaviour is shown to be brittle, due to the reduced dislocation activity. Besides, the opening displacement of crack lips has been measured. By means of continuum equations, the values of stress intensity factor for the emission of the first dislocation have been calculated.

PALABRAS CLAVE: Dinámica molecular, hierro, factor de intensidad de tensiones.

1. INTRODUCCIÓN

Desde que CEIT comenzó a trabajar en la modelización del comportamiento mecánico a través de simulaciones de tipo atomístico, el material que se ha empleado ha sido mayoritariamente el cobre (como se ha recogido en los Anales de Mecánica de la Fractura desde el 20º Encuentro del Grupo Español de Fractura). Con este material se ha ido refinando la técnica de simulación y se ha obtenido un conocimiento cuantitativo, con ciertas limitaciones y algunas consideraciones. Además, por analogía con el cobre, se ha logrado comprender de forma cualitativa otros materiales de tipo fcc (aluminio, níquel). El trabajo que aquí se presenta sigue esta línea de investigación, pero introduciendo un cambio de material. Este trabajo ha sido llevado a cabo considerando átomos de hierro dispuestos en una estructura cúbica centrada en el cuerpo (ferrita).

2. MÉTODO DE SIMULACIÓN

El método empleado en estas simulaciones ha sido el *embedded–atom method* (EAM) [1, 2]. Esta técnica considera que cada átomo del sistema está embebido en la red formada por el resto de átomos del sistema. La energía asociada a un átomo, E_i, se debe a dos tipos de interacción interatómica:

$$E_i = \frac{1}{2}\sum_{j\neq i} V\left(r_{ij}\right) + F\left(\rho_i\right) \qquad (1)$$

La primera es de origen internuclear y está representada por el *pair potential*, $V(r_{ij})$, donde r_{ij} es la distancia entre dos átomos. La segunda es debida a la interacción entre el núcleo y los electrones, estando representada por el *embedding potential*, $F(\rho_i)$, donde ρ_i es la densidad electrónica relativa total en la posición del átomo. Para el caso del Fe, estos potenciales han sido

obtenidos por Chamati *et al.* [3], para el estudio de la difusión de átomos de Fe [3] y vacantes [4] en Fe(001). Los resultados de este trabajo han de ser tomados con precaución en tanto que dichos potenciales, generados teniendo en cuenta las constantes elásticas del hierro, pueden no reproducir correctamente su comportamiento de fractura. Conociendo estos potenciales, es posible calcular las fuerzas que aparecen entre los átomos, y con esas fuerzas, se pueden calcular las trayectorias que seguirán los mismos. La integración numérica de las ecuaciones de movimiento requiere un incremento de tiempo, Δt, que se ha fijado en 2.5 fs para este trabajo.

Para simular el efecto de la temperatura, se ha implementado el termostato de Nosé–Hoover [5, 6]. Como ya se ha mencionado en anteriores artículos [7], este método de control de la temperatura actúa sobre la velocidad de los átomos a través de la aceleración, para que la velocidad media del sistema corresponda a la velocidad media de un sistema a la temperatura objetivo, T_0. En este trabajo, se han simulado las temperaturas de 4 K, 100 K y 300 K.

3. CARACTERÍSTICAS DE LOS ENSAYOS

Se han generado probetas monocristalinas de hierro–α (ferrita, bcc) con dos orientaciones distintas. Si se hace referencia a la posición que ocupará la entalla, el primer tipo de probetas tiene una orientación tal que la entalla quedará incluida en el plano (001) del cristal (cuya normal coincide con el eje z del sistema) mientras que la punta de la entalla estará dispuesta a lo largo de la dirección [010] (que coincide con el eje y del sistema). El segundo tipo de probetas está orientado de forma que la entalla estará en el plano (011) (normal al eje z) y la punta de la entalla se encuentra a lo largo de la dirección $[\,01\,\bar{1}\,]$ (coincidente con el eje y).

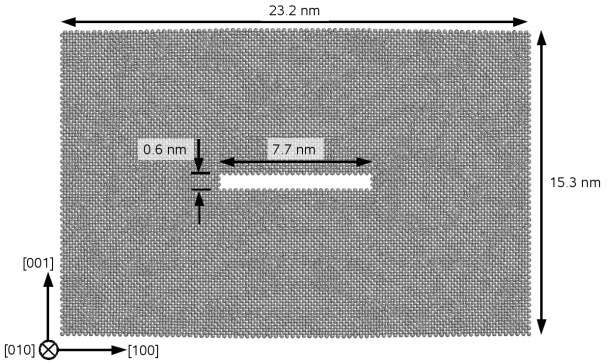
Inicialmente, las dimensiones de estas probetas son 23.2 × 2.3 × 15.3 nm^3. Sin embargo, se han sometido a un proceso de relajación de tensiones, durante el cual cambian ligeramente (menos del 0.5% en el rango de temperaturas simuladas [3]). La relajación de las probetas ha consistido en mantenerlas a 0 K durante 5 ps, aumentar progresivamente la temperatura del sistema hasta alcanzar la temperatura objetivo (4 K, 100 K ó 300 K) después de 20 ps, y mantener las probetas a esa temperatura durante 12.5 ps más. Durante este proceso, se han mantenido condiciones de contorno periódicas a lo largo de los ejes x e y del cristal, aunque permitiendo el cambio dimensional en estos ejes. Por otro lado, las superficies a lo largo del eje z quedan libres. Al final de este proceso, el sistema se encuentra libre de tensiones. Las tensiones han sido calculadas a través de la expresión del virial [8]:

$$\sigma = \frac{1}{\Omega}\sum_{i}^{N}\left(-m_i v_i \otimes v_i + \sum_{j\neq i} r_{ij} \otimes f_{ij} \right) \qquad (2)$$

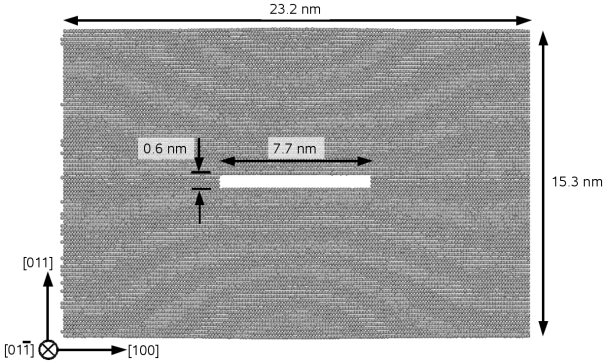
donde Ω es el volumen total del sistema, N es el número de átomos del sistema, m_i es la masa del átomo, $\boldsymbol{v}_i$ es su velocidad, $\boldsymbol{r}_{ij} = \boldsymbol{r}_j - \boldsymbol{r}_i$ y $\boldsymbol{f}_{ij}$ es la fuerza que aparece entre dos átomos. El resultado del producto $\boldsymbol{a} \otimes \boldsymbol{b}$ es una matriz $\boldsymbol{C}$, cuyos elementos se calculan como $C^{\alpha\beta} = a^{\alpha} \cdot b^{\beta}$, con $\alpha, \beta = \{x, y, z\}$.

Antes de someter las probetas a un ensayo virtual de tracción, se han establecido sendas capas fijas de átomos de Fe, de 0.6 nm de espesor, en la parte superior e inferior de las muestras, a las que se les permite un movimiento de sólido rígido, pero impidiendo el movimiento relativo de los átomos de las mismas. Además, se ha procedido al pre–agrietamiento de las probetas. Se trata en todos los casos de una entalla periódica (de acuerdo con las condiciones de contorno impuestas), de 7.7 nm de longitud, pasante en el eje y y de 0.6 nm de espesor, como se puede ver en la figura 1.

Los ensayos virtuales de tracción realizados han sido llevados a cabo en control de desplazamiento, con una velocidad de deformación, $\dot{\varepsilon}$, de 10^8 s^{-1}. Esto equivale a desplazar las capas fijas mencionadas anteriormente 3.8 fm en cada etapa. Durante el proceso de tracción de las probetas se han registrado las tensiones aparecidas en el sistema en función del desplazamiento relativo de las tapas, con el que se ha realizado un análisis en términos de tensiones y deformaciones. También se han almacenado periódicamente las posiciones de los átomos del sistema [9], para realizar un estudio del proceso de fractura. Además, para algunas de las simulaciones realizadas, se ha podido estimar el factor



(a) Orientación (001)[010]



(b) Orientación (011)$[\,01\,\bar{1}\,]$

Figura 1. Configuración inicial de las probetas.

de intensidad de tensiones para la emisión de la primera dislocación, a partir de los campos de desplazamientos de los átomos de los labios de la entalla [10].

4. RESULTADOS

La figura 2 muestra las curvas de tensión–deformación, $\sigma - \varepsilon$, para las cinco probetas simuladas.

4.1. Régimen elástico

A partir de ellas, se ha podido calcular el módulo elástico de la ferrita en las orientaciones estudiadas. Así, para el caso de las probetas con orientación (001)[010], se ha medido un módulo elástico en la dirección <001>, E_{001}, igual a 181 GPa (245 GPa en una probeta sin entalla). Las probetas con orientación (011)[$01\bar{1}$] dan E_{011} = 231 GPa (310 GPa en el caso sin entalla). Como se puede ver, estas simulaciones sobreestiman los valores de módulo elástico del hierro–α, incluso descontando el efecto de la deformación plana. Los cálculos teóricos realizados considerando la anisotropía elástica de la ferrita [3, 11], resultan E_{001} = 144 GPa y E_{001} = 240 GPa en deformación plana (E_{001} = 132 GPa y E_{011} = 220 GPa en tensión plana). Para justificar esta desviación respecto de los valores teóricos, habría que señalar la restricción al movimiento que imponen las capas rígidas de las probetas. Por otro lado, las simulaciones han mostrado que este parámetro no es muy sensible a la temperatura (incremento de menos del 2% entre 4 K y 300 K), en línea con la variación dimensional de las probetas, observada durante el proceso de relajación de las mismas.

4.2. Régimen plástico

Como se observa en la figura 2, la deformación y tensión, $\varepsilon_{máx}$ y $\sigma_{máx}$, respectivamente, en que se abandona el comportamiento elástico, cambian en función de la orientación. Para el caso de las probetas orientadas según (011)[$01\bar{1}$], se han obtenido valores de $\sigma_{máx}$ entre 6.9 GPa y 6.3 GPa, a 100 K y 300 K, respectivamente. $\varepsilon_{máx} \approx 3.1\%$ a ambas temperaturas. Por su parte, los valores de $\sigma_{máx}$ medidos para las probetas con orientación (001)[010] son mayores, variando entre 10.5 GPa y 9.1 GPa, entre 4 K y 300 K, respectivamente. También $\varepsilon_{máx}$ aumenta, siendo igual a 6.1% a 4 K y 100 K e igual a 5.5% a 300 K.

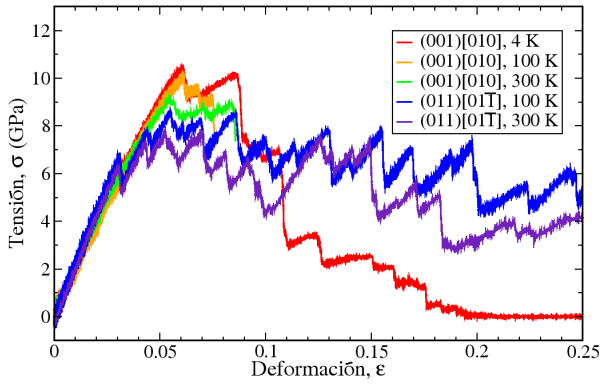


Figura 2. Curvas $\sigma - \varepsilon$ de las probetas pre–agrietadas de ferrita simuladas a distintas temperaturas.

Como se preveía [7], la energía cinética atómica debida a la temperatura adelanta el fin del comportamiento elástico de las probetas, por la aparición de mecanismos de deformación térmicamente activados, como la emisión de dislocaciones desde la punta de la entalla (ver figura 3). Esto se traduce en una reducción de los valores de $\sigma_{máx}$ y $\varepsilon_{máx}$ al aumentar la temperatura. El análisis de la dislocación emitida en la probeta mostrada en la figura 3 indica que el sistema de deslizamiento activado es el 1/2(211)[$1\bar{1}\bar{1}$] y que se trata de una dislocación total.

Además de lo ya mencionado para el módulo elástico, la tensión tractiva resuelta en el sistema de deslizamiento, τ_{SD}, varía para una y otra orientación. El factor que relaciona la tensión aplicada, σ, y la tensión resuelta en el sistema de deslizamiento es el factor de Schmid, *m*:

$$m = \tau_{SD} / \sigma = \cos(\varphi) \cos(\lambda) \qquad (3)$$

donde φ es el ángulo que forman la dirección de aplicación de la tensión y la normal al plano de deslizamiento, y λ es el ángulo que forma la dirección de aplicación de la tensión y la dirección de deslizamiento de la dislocación. Al calcular dicho factor para las dos orientaciones (suponiendo que el sistema de deslizamiento activado sea el (211)[$1\bar{1}\bar{1}$] en ambas; cabe señalar que este sistema de deslizamiento suele mostrar asimetría en el deslizamiento), se obtiene que m_{001} = 0.235 y m_{011} = 0.471. Si la tensión crítica, τ_c, del sistema de deslizamiento se alcanza con $\sigma = \sigma_{máx}$, se obtendría, a 300 K, τ_c = 2.14 GPa para la orientación (001)[010] y τ_c = 2.97 GPa para la orientación (011)[$01\bar{1}$]. La diferencia entre estos valores puede indicar la activación de un mecanismo de fractura diferente en cada caso. Por esta razón, se analizará lo que ocurre en cada orientación por separado.

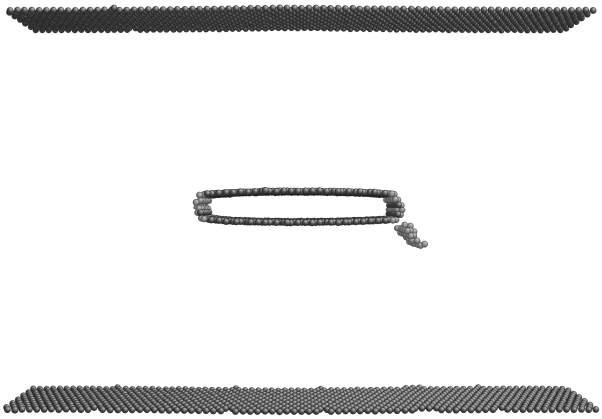


Figura 3. Momento de la emisión de la primera dislocación en la probeta de orientación (011)[$01\bar{1}$] *simulada a 100 K (ε = 3.1%). En la imagen se muestran las superficies libres y la dislocación emitida.*

4.3. Probetas orientadas según (011)[01 $\bar{1}$]

Haciendo un seguimiento del comportamiento mecánico de las probetas de orientación (011)[01 $\bar{1}$] después de la emisión de la primera dislocación, se puede observar que la entalla se propaga mediante sucesivas emisiones de dislocaciones en el mismo sistema de deslizamiento (figura 4). Además, al interaccionar con las capas rígidas del sistema, las dislocaciones sufren *cross–slip*.

Al aumentar la deformación de la probeta, tiene lugar la activación de un nuevo mecanismo de deformación: el maclaje. Varios autores han reportado este mecanismo en simulaciones estáticas con ferrita a baja temperatura [12] y hasta temperatura ambiente [13]. Este mecanismo es particularmente importante al deformar a bajas temperaturas (donde la actividad de dislocaciones es menor) y/o con elevadas velocidades de deformación (caso de las simulaciones atomísticas). La punta de la entalla es un lugar donde puede ocurrir la nucleación de maclas pues allí se concentran las tensiones. La figura 5, que corresponde con una simulación a 300 K de una probeta (011)[01 $\bar{1}$], muestra la formación de una macla a partir de la punta de la entalla. Esta macla se forma por el avance de dos dislocaciones parciales 1/6{112}<111> en planos adyacentes.

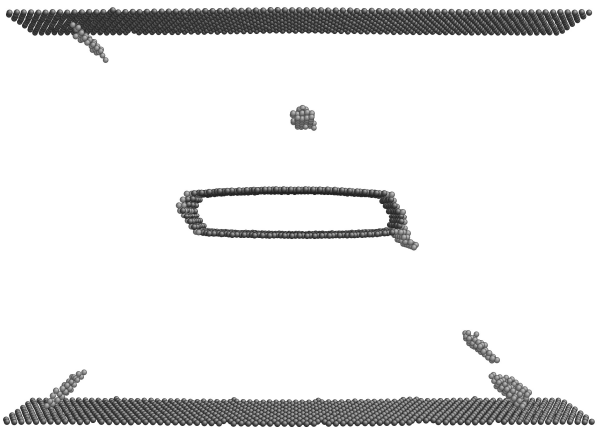


Figura 4. Probeta de orientación (011)[01 $\bar{1}$] *simulada a 100 K (ε = 6%). En la imagen se muestran las superficies libres y las dislocaciones emitidas.*

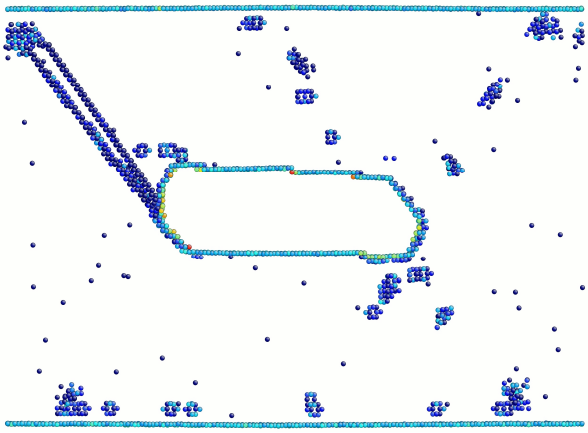


Figura 5. Centro–simetría de la probeta de orientación (011)[01 $\bar{1}$] *simulada a 300 K (ε = 9.8%). En la imagen se muestran las superficies libres, las dislocaciones emitidas y la macla que se ha formado.*

La formación de esta macla y su interacción con las dislocaciones presentes y emitidas posteriormente, producen la transformación de fase de parte de la ferrita, dando lugar a la formación de un nuevo grano. Otros autores la han observado en las cercanías de la punta de la entalla, debido a las bajas temperaturas simuladas [12]. En este caso, las mayores temperaturas alcanzadas permiten su formación lejos de la entalla, aunque cerca de las capas rígidas (figura 6).

El número de coordinación de los átomos de esa nueva fase es 12, a diferencia de los 8 primeros vecinos de la ferrita. Esto apunta a una fase compacta de átomos de Fe. Un análisis más detallado (figura 7) revela que se trata de una fase metaestable hexagonal compacta [12]. Podría tratarse de hierro–ε, estable a altas presiones, situación posible en estas simulaciones si se considera el apilamiento de dislocaciones emitidas desde la punta.

Volviendo a la cuestión de la emisión de la primera dislocación ($\varepsilon_{máx}$ = 3.1%) en las probetas de orientación (011)[01 $\bar{1}$], se ha medido el campo de desplazamientos de apertura de los átomos de las cercanías de la punta de la entalla, Δu_2, en función de la distancia a la punta de la misma, r. Se trata de establecer una relación de Δu_2 con $r^{1/2}$, a través del factor de intensidad de tensiones, K_I, como la propuesta para el continuo, y que se ha demostrado válida para sistemas atómicos [10]:

$$\Delta u_2 = u_2(r, \theta = \pm\pi) - u_2(0,0) = \pm K_I f r^{1/2} \qquad (3)$$

donde θ es el ángulo formado por la coordenada radial, r, de un átomo y el plano de la grieta, y f es un

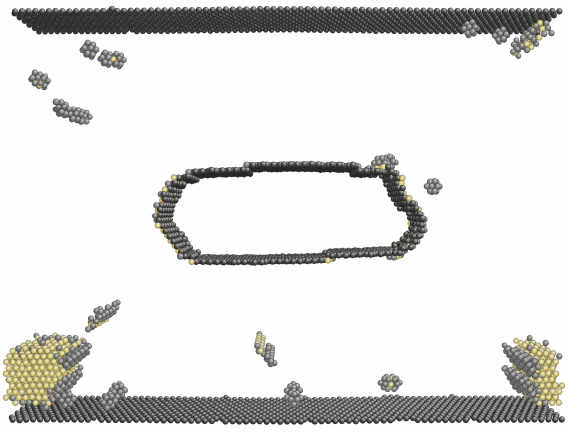
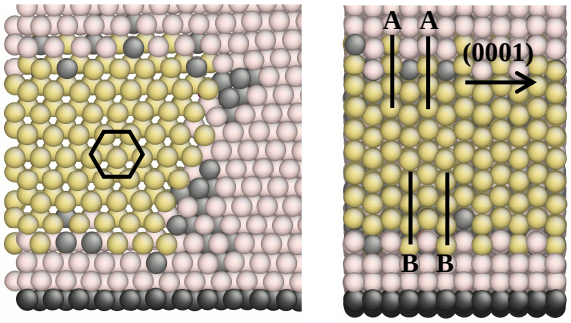


Figura 6. Probeta de orientación (011)[01 $\bar{1}$] *simulada a 100 K (ε = 12.5%). En la imagen se muestran las superficies libres, las dislocaciones emitidas y la región de fase compacta que se ha formado.*



(a) (b)

Figura 7. Detalle de la probeta de orientación (011)[$01\bar{1}$] *simulada a 100 K (ε = 12.5%). (a) Vista de los planos (0001) de la fase hexagonal compacta, según el eje* y *(compárese con los planos (011) de la ferrita). (b) Vista de los planos (0001) de la fase hexagonal compacta, según el eje* x.

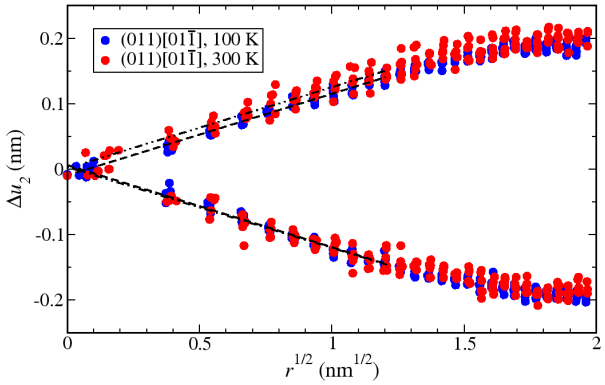


Figura 8. Δu_2 *en función de la distancia radial, r, a la punta de la entalla, para las probetas de orientación* (011)[$01\bar{1}$]. *Se representa* u_2 *para ambos labios de la grieta (negativos y positivos para* $\theta = -\pi$ *y* $\theta = \pi$, *respectivamente), a 100 K y 300 K.*

coeficiente dependiente de las propiedades elásticas del material. En deformación plana, $f = 4(1-\nu^2)/(E_{011}\sqrt{2\pi})$, donde ν es el módulo de Poisson del hierro. La figura 8 muestra que el ajuste propuesto es muy bueno para $r^{1/2} < 1.2$ nm$^{1/2}$ (esto es, hasta 4 veces el parámetro de red). Considerando los valores de E_{011} y ν [15], se han calculado unos valores de K_I para la emisión de la primera dislocación iguales a 0.596 MPa√m y 0.589 MPa√m, a 100 K y 300 K, respectivamente. Estos valores son inferiores al K_{Ic} de clivaje del hierro por el plano (211) (K_{Ic} = 0.904 MPa√m siendo la energía superficial γ_{211} = 1.66 J/m^2 [15]) o el plano (001) (K_{Ic} = 0.667 MPa√m con γ_{001} = 1.54 J/m^2 [15]).

4.4. Probetas orientadas según (001)[010]

Cuando se observan las probetas orientadas según (001)[010], se puede ver (figura 9) que, mucho antes de llegar a $\sigma_{máx}$, en el entorno de las puntas de la entalla, se ha activado un mecanismo de deformación distinto de la emisión de dislocaciones. Los átomos que se

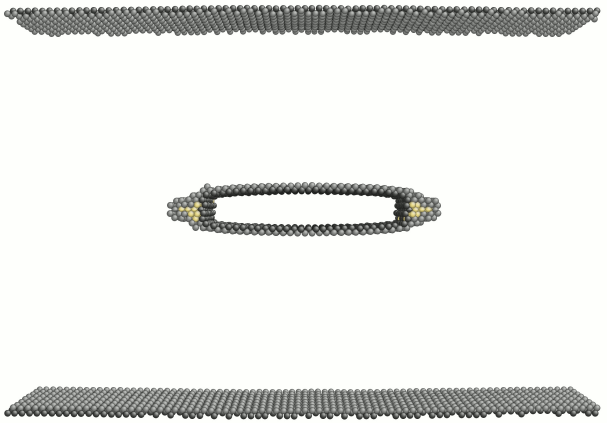


Figura 9. Probeta de orientación (001)[010] *simulada a 100 K (ε = 5%). En la imagen se muestran las superficies libres y la región de austenita.*

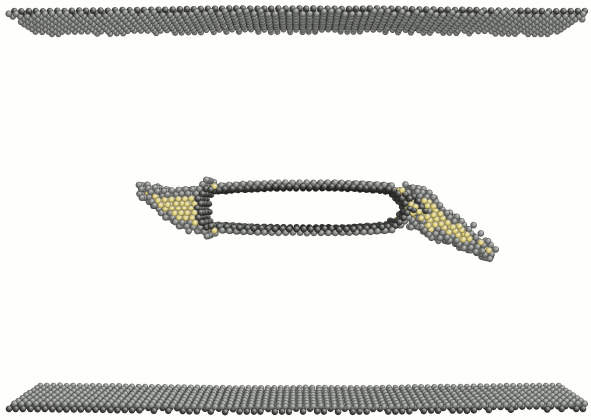


Figura 10. Inicio de la fractura frágil de la probeta de orientación (001)[010] *simulada a 100 K (ε = 6.1%). Se muestran las superficies libres, la fase compacta y la propagación frágil de la grieta.*

encuentran delante de la entalla forman una nueva fase de tipo compacto. A diferencia de la observada anteriormente, se trata de austenita, al verificarse la relación de Kurdjumov–Sachs ($\{111\}_\gamma$ // $\{011\}_\alpha$ y $<110>_\gamma$ // $<111>_\alpha$). Algunos autores [16] han reportado una transformación reversible sin difusión de ferrita en austenita por efecto de la deformación plástica severa en materiales nano–estructurados. Esa región de fase distinta a la ferrita crece preferentemente en planos (011), sin aparente emisión de dislocaciones. Al llegar a $\sigma_{máx}$ (ver figura 10), se produce el fallo del material y comienza la fractura frágil de las probetas (la tensión de fractura $\sigma_f = \sigma_{máx} \approx 0.08E_{001}$ [17]).

La cuestión de la energía liberada en la fractura es importante en términos del termostato de Nosé–Hoover. Por esta razón, sólo se ha podido continuar la simulación hasta su finalización para la temperatura de 4 K. A esta temperatura, la velocidad de los átomos es muy baja y es posible observar el avance de la grieta mediante clivaje, preferentemente a lo largo de planos (001) y, en menor medida, (011), como se muestra en la

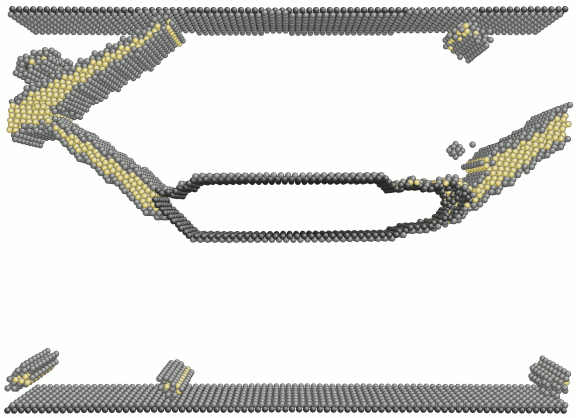


Figura 11. Probeta de orientación (001)[010] *simulada a 4 K (ε = 9.5%). En la imagen se muestran las superficies libres, la fase compacta, la extensión de la grieta (enromada) y la presencia de dislocaciones.*

figura 11. Se observa también cierta actividad de dislocaciones y el enromamiento de la punta de la entalla, aun a 4 K. La fractura frágil en la probeta simulada a 4 K continúa hasta que la entalla periódica se propaga horizontalmente e interseca consigo misma.

5. CONCLUSIONES

Se ha simulado el comportamiento mecánico de probetas de hierro–α, de distinta orientación, (001)[010] y (011)[$01\bar{1}$], a diferentes temperaturas, 4 K, 100 K y 300 K. Se han observado comportamientos distintos para las dos orientaciones estudiadas, una vez que el régimen elástico se ha superado. Para las probetas de orientación (011)[$01\bar{1}$], se ha observado una mayor actividad de dislocaciones, de tipo total y de tipo parcial, que dan lugar al maclado de las probetas. Por interacción de las fronteras de macla con las dislocaciones presentes en el material, se forma una fase metaestable hexagonal de hierro, de la que ya han dado cuenta otros autores. Además, se ha calculado el factor de intensidad de tensiones para la emisión de la primera dislocación en esta orientación, que es inferior al valor de K_{Ic} de clivaje. Las probetas de orientación (001)[010], aunque también muestran nucleación y emisión de dislocaciones, se caracterizan por un comportamiento a fractura de tipo frágil, alcanzándose la tensión ideal del hierro antes de comenzar la propagación dúctil de la grieta.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Departamento de Industria, Comercio y Turismo del Gobierno Vasco y a la Diputación Foral de Gipuzkoa la financiación parcial de este trabajo a través de los proyectos de investigación UET 1210/06 y ETORTEK inanoGUNE. A. Luque también quiere agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación y al Fondo Social Europeo por la financiación y la co–financiación, respectivamente, de su contrato a través del Programa Torres–Quevedo.

REFERENCIAS

[1] Daw, M.S. y Baskes, M.I., "Semiempirical, quantum mechanical calculation of hydrogen embrittlement in metals", *Phys. Rev. Lett.*, 50, 1258–1288, 1983.

[2] Daw, M.S. y Baskes, M.I., "Embedded–atom method: derivation and application to impurities, surfaces and other defects in metals", *Phys. Rev. B*, 29, 6443–6453, 1984.

[3] Chamati, H., Papanicolau, N.I., Mishin, Y. y Papaconstatopoulos, D.A., "Embedded–atom potential for Fe and its application to self–diffusion on Fe(001)", *Surf. Sci.*, 600, 1793–1803, 2006.

[4] Papanicolaou, N.I. y Chamati, H., "Diffusion of a vacancy on Fe(1 0 0): a molecular–dynamics study", *Comput. Mater. Sci.*, 44, 1366–1370, 2009.

[5] Nosé, S., "A unified formulation of the constant temperature molecular dynamics methods", *J. Chem. Phys.*, 81, 511–519, 1984.

[6] Hoover, W.G., "Canonical dynamics: equilibrium phase–space distributions", *Phys. Rev. A*, 31, 1695–1697, 1985.

[7] Luque, A., Aldazabal, J., Martínez–Esnaola, J.M. y Gil Sevillano, J., "Propiedades termo–elásticas y de fractura de diversas estructuras de carbono simuladas mediantes dinámica molecular", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 25, 474–479, 2008.

[8] Sun, Z.H., Wang, X.X., Soh, A.K. y Wu, H.A., "On stress calculations in atomistic simulations", *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 14, 423–431, 2006.

[9] Li J., "AtomEye: an efficient atomistic configuration viewer", *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 11, 173–177, 2003.

[10] Luque, A., Aldazabal, J., Martínez–Esnaola, J.M. y Gil Sevillano, J., "Atomistic simulation of tensile strength of cracked Cu nanowires", *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 29, 615–622, 2006.

[11] Hirth J.P. y Lothe J., *Theory of dislocations*, John Wiley & Sons Ltd., Nueva York (EE.UU.), 1982.

[12] Farkas, D., "Twinning and recrystallisation as crack tip deformation mechanisms during fracture", *Philos. Mag.*, 85, 387–397, 2005.

[13] Guo, Y.–F., Wang, C.–Y. y Zhao, D.–L., "Atomistic simulation of crack cleavage and blunting in bcc–Fe", *Mater. Sci. Eng. A.*, 349, 29–35, 2003.

[14] Levy, M., Bass, H.E. y Stern, R.R., *Handbook of elastic properties of solids, liquids and gases*, vol. 2, Academic Press, San Diego (EE.UU.), 2001.

[15] Wen, Y.–N. y Zhang, J.–M., "Surface energy calculation of the bcc metals by using the MAEAM", *Comp. Mater. Sci.*, 42, 281–285, 2008.

[16] MacLaren, I., Ivanisenko, Y., Valiev, R.Z. y Fecht, H.J., "Reverse martensitic transformation of ferrite to austenite under severe plastic deformation", *J. Phys.: Conf. Ser.*, 26, 335–338, 2006.

[17] Clatterbuck, D.M., Chrzan, D.C. y Morris, J.W., "The inherent tensile strength of iron", *Philos. Mag. Letters*, 82, 141–147, 2002.

SIMULACIÓN NUMÉRICA DEL COMPORTAMIENTO A TRACCIÓN DE UN FIELTRO DE FIBRA DE VIDRIO

Á. Ridruejo[1], C. González[1,2], J. LLorca[1,2]

[1] Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
E-mail: aridruejo@mater.upm.es
cgonzalez@mater.upm.es
jllorca@mater.upm.es

[2] Fundación IMDEA 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: javier.llorca@imdea.org
carlosdaniel.gonzalez@imdea.org

RESUMEN

El presente trabajo presenta un modelo numérico que pretende simular el comportamiento en tracción de un fieltro comercial de fibra de vidrio. En primer lugar se han obtenido de muestras reales los parámetros geométricos y microestructurales de las fibras y del fieltro con objeto de generar una malla bidimensional realista apta para el cálculo por el método de los elementos finitos. Una vez generada la malla, se ha optado por elementos viga de Timoshenko para simular los segmentos de fibra y conectores elásticos para simular las uniones entre fibras. La modelización de los procesos de fractura se ha realizado mediante la introducción de daño en dichos conectores elásticos, lo que permite caracterizar el valor máximo de resistencia con un coste computacional moderado. Finalmente, se presenta un modelo de daño por rotura de enlaces que incluye el deslizamiento de las fibras y que es capaz de reproducir el comportamiento en tracción de los fieltros hasta la pérdida completa de la capacidad portante del material

ABSTRACT

This paper presents a numerical model aimed to the modelization of the tensile behavior of a commercially available fiber glass mat. The geometrical and structural parameters of the mat have been obtained from material samples in order to generate a realistic 2D finite element mesh. Timoshenko beam elements are used to simulate the fiber segments and elastic connector elements simulate the fiber-fiber bonds. The modelling of the fracture process has been done by damaging these elastic connectors, which allows the model to capture the maximum strength at a moderate computational cost. The paper finally presents a model which takes into account the fiber sliding and is able to reproduce the mat tensile behaviour until the complete loss of its loading capacity.

PALABRAS CLAVE: Fieltros, modelización, elementos finitos

1. INTRODUCCIÓN

Los fieltros son materiales constituidos a partir de disposiciones no ordenadas de fibras, que quedan unidas entre sí mediante anclajes de distinta naturaleza, que pueden ir desde la simple imbricación de las fibras hasta la fusión de las mismas, dependiendo del material o de la técnica de procesado. A pesar de que la utilización tecnológica de este tipo de materiales es antigua (el papel, en definitiva no más que un fieltro de fibras de celulosa unidas mediante puentes de hidrógeno, como ejemplo paradigmático), el desarrollo de materiales compuestos tejidos, con gran simplicidad geométrica y mayores propiedades mecánicas relegó a los fieltros a un papel marginal.

Sin embargo, algunas características de los fieltros, como el hecho de no necesitar una matriz que proteja las fibras, con el consecuente abaratamiento de los procesos de producción, han propiciado su aparición en aplicaciones como geotextiles, aislantes, o protección frente a impacto de fragmentos. Desde el punto de vista científico, el estudio de los fieltros ha cobrado interés por su analogía estructural con muchos tejidos biológicos o el descubrimiento de fibras imposibles de tejer con las tecnologías actuales, como los nanotubos de carbono.

El estudio de los fieltros a partir de las propiedades mecánicas de las fibras se inició a partir de la investigación de Cox [1] acerca del papel. Cox desarrolló un modelo analítico de deformación afín para

predecir las constantes elásticas de un fieltro formado por fibras rectas indefinidas perfectamente unidas sin interacción entre ellas. Las limitaciones de este modelo son grandes, puesto que en un fieltro real, las fibras están aleatoriamente depositadas, son de longitud finita, no existe un medio que las soporte y tienen uniones entre sí, pero permite acotar superiormente las propiedades elásticas del material. Autores como Kallmes y Corte [2] estudiaron la geometría de redes bidimensionales idealizadas, y a partir de ella, desarrollaron un modelo estadístico de las propiedades elásticas a partir de tres parámetros: el número de intersecciones totales entre fibras, el número medio de intersecciones por fibra, y una longitud libre media entre intersecciones.

En los últimos años han aparecido algunos análisis numéricos [3] basados en las aportaciones de Kallmes y Corte. Sin embargo, las predicciones de estos modelos, como relatan Berhan *et al* [4], aunque adecuadas para ciertos materiales bien conocidos (Heyden, [5]), predicen rigideces varios órdenes de magnitud superiores a los valores experimentales de manera sistemática en sistemas como los nanotubos de carbono. Estos autores, si bien ofrecen una explicación basada en el número efectivo y tipología de las uniones, no llegan a explicar de forma completamente satisfactoria el fenómeno. En este artículo se tratarán de determinar mediante un modelo de elementos finitos bidimensional las propiedades mecánicas de un fieltro comercial de fibra de vidrio.

2. MATERIAL

2.1 Descripción y estructura

El material estudiado es el fieltro Vetrotex M123, fabricado por Saint Gobain. Este fieltro está compuesto de fibras de vidrio de tipo E de 15 μm de diámetro y 50 mm de longitud. Las fibras se agrupan en haces de sección rectangular (300 x 60 μm). Cada uno de estos haces, que contiene 120 fibras, está consolidado por un ligante de poliestireno (PS) que recubre las fibras y constituye la unidad estructural del fieltro. El fieltro se conforma mediante la deposición de los haces de fibras sobre un sustrato plano. Las uniones entre los distintos haces de fibras se deben a las propiedades adhesivas del ligante de poliestireno.

Se efectuaron medidas de la masa del fieltro mediante una balanza electrónica (AND HF 1200G) para hallar la densidad del mismo, que resultó ser de 454 ± 6 g/m^2, en acuerdo con el valor nominal de 450 g/m^2 proporcionado por el fabricante. Las medidas del espesor del fieltro, realizadas mediante un pálmer ofrecieron un valor de 0.54 ± 0.02 mm.

La microestructura del fieltro fue observada mediante técnicas de proyección de perfiles (Nikon V12B) y microscopía óptica convencional (microscopio Nikon Metaphot).

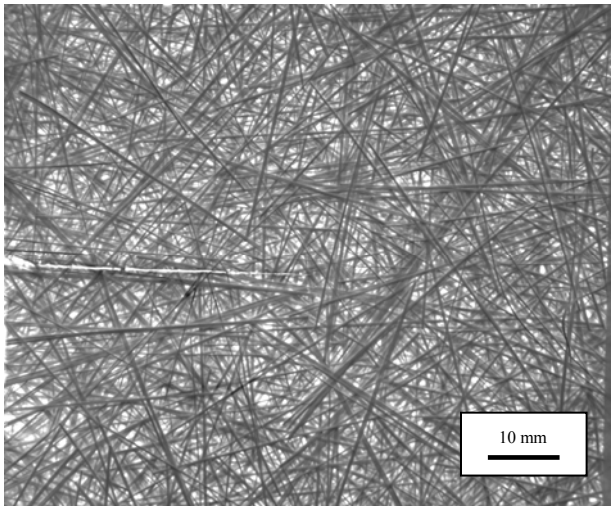


Figura 1. Fieltro Vetrotex M123. Escala macroscópica

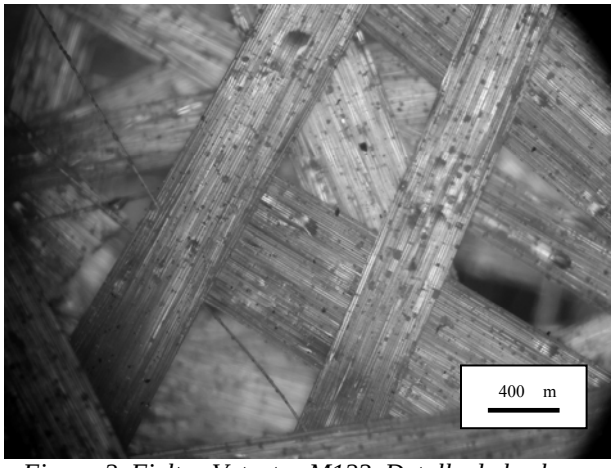


Figura 2. Fieltro Vetrotex M123. Detalle de los haces de fibras

Como puede apreciarse en las figuras 1 y 2, se trata de una estructura estratificada e isótropa en el plano que deriva del proceso de deposición de las fibras, según el cual los haces quedan apoyados sobre los depositados anteriormente, permaneciendo rectos y sin entrecruzarse en la dirección perpendicular al plano del fieltro. Las imágenes así obtenidas permitían su tratamiento digital y fueron utilizadas para hallar la densidad de entrecruzamientos y la distancia libre entre uniones. Este último parámetro es básico para el modelo numérico, y en el caso que nos ocupa tiene un valor de 0.75 ± 0.02 mm.

2.2 Propiedades mecánicas

La validez del modelo se contrastó con ensayos experimentales. Se realizaron ensayos de tracción simple según la norma EN ISO 10319. Los ensayos se llevaron a cabo en una máquina universal electromecánica (Instron 1122) equipada con una célula de carga de 5 kN con control de desplazamiento a una velocidad de 0.2 mm/s. En la figura 3 se puede observar el comportamiento típico en tracción del material

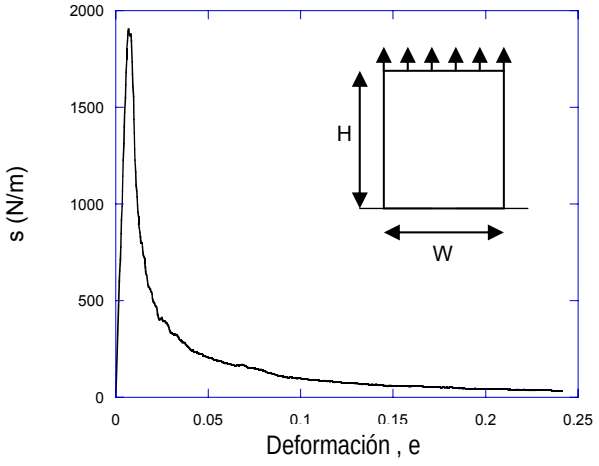


Figura 3.Curva tensión-deformación característica del fieltro M123 ensayado a tracción.

Como puede apreciarse, la carga aumenta de forma lineal hasta alcanzar un máximo en forma de pico muy agudo. Este máximo se corresponde con la localización de daño (habitualmente para una deformación del 2%) por pérdida de adhesión entre los haces de fibras. A partir de este momento los haces comienzan a deslizar entre sí, y por tanto la resistencia remanente es consecuencia de la fricción entre éstos.

3. DESCRIPCIÓN DEL MODELO NUMÉRICO

Para la realización de la malla de elementos finitos se comenzó por delimitar un área rectangular de anchura W igual a 200 mm y una altura H igual a 100 mm, de dimensiones idénticas a las muestras reales previamente ensayadas. El programa de generación utiliza como inputs el número de fibras a depositar y la longitud de las mismas. Puesto que las fibras se construyen a partir de pequeños segmentos, es necesario conocer también el número de segmentos y el ángulo máximo entre ellos (lo que permite, en su caso, generar fibras curvas). El algoritmo comienza generando un punto con las coordenadas (x_1, y_1) aleatorias del primer punto del primer segmento, junto con su orientación θ_1, también aleatoria. Conocidas la longitud y orientación del segmento, el programa calcula el segundo punto del primer segmento, que será el punto de partida del segundo segmento. Puesto que en nuestro caso estamos simulando un fieltro de fibras rectas, la orientación se mantiene constante para cada fibra. Se procede, pues, a la colocación sucesiva de segmentos hasta agotar la longitud de la fibra. Una vez completada la primera fibra, de nuevo se generan aleatoriamente las coordenadas (x_1', y_1') del punto inicial de la segunda fibra junto con su orientación θ_1'. El proceso se repite hasta el final de la fibra N-ésima. Si durante el proceso de deposición de segmentos de una fibra se alcanzara alguno de los contornos del área del fieltro, la colocación del siguiente segmento se hace en el lado opuesto del recinto. Esto tiene dos ventajas: por un lado, conocemos exactamente la longitud de fibra depositada y por el otro podríamos imponer de manera inmediata condiciones de contorno periódicas.

La estructura estratificada del fieltro supone una complicación, puesto que un modelo puramente bidimensional no puede mimetizar exactamente dicha estructura. Nuestro objetivo es, pues, el de encontrar una capa representativa bidimensional que reproduzca fidedignamente las propiedades mecánicas del fieltro. Posteriormente será preciso escalar la respuesta según el número de capas que contenga nuestro fieltro. Siguiendo a los anteriormente mencionados, Kallmes y Corte [2], si definimos la densidad de fibras como

$$\rho = \frac{N_f L_f}{WH}, \qquad (1)$$

donde N_f es el número de fibras y L_f es la longitud de cada una de ellas, si las fibras son rectilíneas el número de intersecciones estará automáticamente dado por:

$$N_C = \frac{(N_f L_f)^2}{\pi WH} \qquad (2)$$

Y la distancia libre entre intersecciones será:

$$l_s = \frac{N_f L_f}{2N_c} \qquad (3)$$

Las anteriores fórmulas han sido comprobadas mediante simulaciones numéricas, en las que el número de intersecciones se apartaba como máximo un 2% respecto de las predicciones de la ecuación (2). Así, el parámetro de distancia libre medido l_s= 0.75 ± 0.02 mm, que por su modo de obtención (dispositivos con pequeña profundidad de campo) se refiere a la densidad de una monocapa estructural, nos proporciona una densidad ρ=2.1 mm^{-1}, lo que supone aproximadamente una longitud total depositada de 41900 mm, equivalente a 836 fibras de 50 mm depositadas en un área de 200 x 100 mm. y que nos ofrece una estimación de 27800 uniones totales.

Para discretizar la malla identificamos cada segmento como un elemento viga, tomando sus puntos inicial y final como nodos. Se ha optado por elementos viga de Timoshenko (elementos B21 de ABAQUS), ya que la longitud arbitraria de los segmentos no asegura una esbeltez que haga válida la hipótesis de Euler y Bernouilli según la cual se pueden despreciar los esfuerzos cortantes. En la definición de las propiedades de la sección se utilizaron las dimensiones medidas de los haces de fibras. El material del elemento viga sigue una ecuación constitutiva elástica lineal caracterizada a partir de las propiedades del material real (fibra de vidrio): un módulo elástico E = 70 GPa, un coeficiente de Poisson ν = 0.2 y una densidad de 2.5 g/cm^3.

En el ámbito del método de los elementos finitos es un fenómeno bien conocido que cuando se utiliza un integrador explícito el tamaño del paso de tiempo está controlado a través de la estabilidad por el tamaño de los elementos. Un cálculo será tanto más rápido cuanto mayor y más homogéneo sea este tamaño. En nuestro caso, nos encontramos con la presencia en la proximidad de las fronteras de elementos muy pequeños, de tamaño inferior a la mitad de un segmento, que reducirían en gran medida el tamaño del paso de tiempo que garantiza la estabilidad del método. Dichos elementos fueron eliminados. Se comprobó que la longitud total sustraída se mantenía por debajo de una diezmilésima parte de la longitud total depositada.

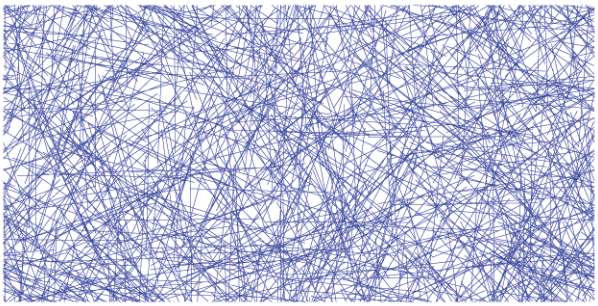


Figura 4. Modelo geométrico del fieltro de fibra de vidrio. Malla sin deformar.

Para la simulación de las uniones entre vigas se han utilizado elementos conectores sin masa (ABAQUS *connector elements CONN2D2*). Este tipo de elementos permiten implementar un gran número de comportamientos y restricciones de movimiento de forma relativamente sencilla. A modo de resumen, podemos afirmar que permiten relacionar las variables mecánicas (posiciones, desplazamientos, fuerzas y momentos) de pares de nodos mediante distintas ecuaciones constitutivas. Para situarlos, el algoritmo compara las distancias entre nodos correspondientes a distintas fibras y coloca un conector cuando dicha distancia está por debajo de determinado umbral. En las distintas realizaciones, se ha comprobado que su número es próximo al valor proporcionado por la ecuación (2).

Dada la arquitectura del fieltro, con haces de fibras muy rígidos y resistentes en comparación con las uniones, podemos descartar *a priori* la ruptura de los haces de fibras y suponer que la rotura del fieltro se produce por la rotura de las uniones entre ellos. Para modelar este proceso se han utilizado dos tipos de comportamiento de los conectores. En el primer caso, un modelo de daño sencillo (*Connector damage* en ABAQUS) en el que el conector sigue una curva fuerza-desplazamiento lineal hasta que el deslizamiento alcanza un 40% de la anchura de la fibra. En ese momento, el conector se considera roto y deja de transmitir carga, según se muestra en la figura 5.

Este modelo únicamente requiere como entrada la rigidez del conector, tomada del módulo elástico de un adhesivo estirénico [6] y el desplazamiento de rotura del conector (en nuestro caso, 0.25 mm)

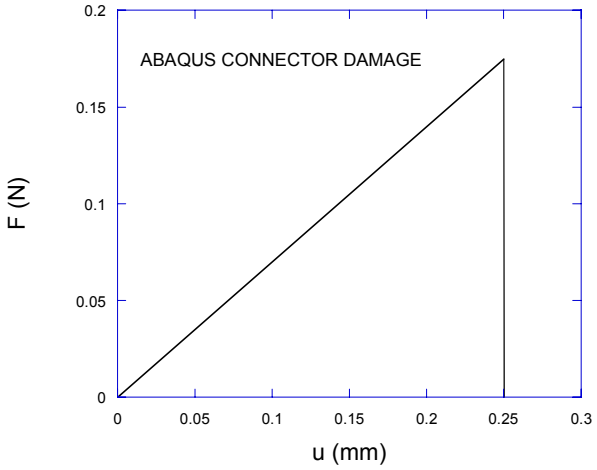


Figura 5. Curva fuerza-desplazamiento de un conector en el modelo de daño súbito.

El segundo modelo, basado en el rozamiento, resulta más complejo. Se supone a las fibras sometidas a una fuerza N normal al plano del fieltro. El programa ABAQUS tiene definido internamente mediante un pseudopotencial un criterio de deslizamiento de tal modo que cuando las fuerzas tangenciales (en el plano del fieltro) son inferiores al producto del coeficiente de fricción por la normal, el conector se comporta de modo análogo al caso anterior, siguiendo una relación lineal entre la fuerza tangencial ejercida sobre el conector y el desplazamiento relativo de sus nodos. Cuando las fuerzas tangenciales superan dicho umbral, los nodos empiezan a deslizar penalizados con una fuerza de valor μN. En el modelo se toma $\mu = 0.5$, correspondiente al deslizamiento poliestireno-poliestireno [7]. El efecto del debilitamiento del enlace ha sido tenido en cuenta mediante una curva de decrecimiento bilineal de la fuerza normal, que se expone en la figura 6.

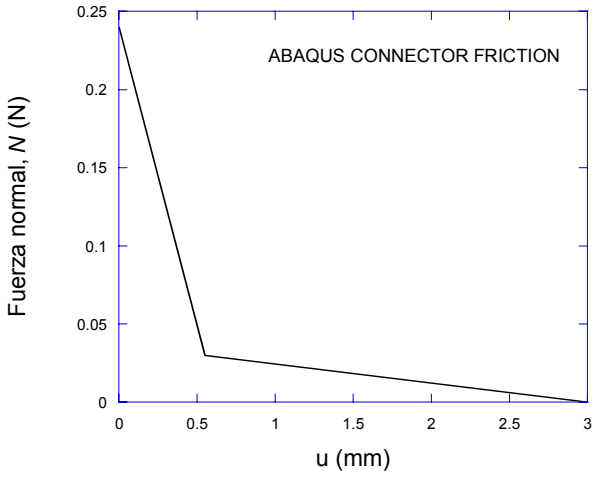


Figura 6. Evolución de la fuerza normal según el desplazamiento relativo de los nodos del conector en el modelo friccional.

Este modelo requiere la especificación, junto a la rigidez del conector, del coeficiente de rozamiento entre fibras (necesariamente el estático, opcionalmente el dinámico) además de la fuerza normal y su evolución.

Las condiciones de contorno prescritas impedían el movimiento de los nodos de la frontera inferior del fieltro en las direcciones horizontal y vertical e imponían una velocidad de desplazamiento vertical constante en los nodos de la frontera superior de un valor tal que los experimentos virtuales se mantuvieran en régimen cuasiestático, esto es, que la energía cinética fuera despreciable frente al trabajo total, la energía elástica almacenada y la disipada por daño o fricción.

Las simulaciones fueron llevadas a cabo con el programa ABAQUS Explicit (versión 6.7) en modo de doble precisión. Se generaron tres mallas para cada caso, las cuales contaban con aproximadamente 120000 nodos, 120000 elementos y 27000 elementos conectores. Los cálculos se ejecutaron en estaciones de trabajo utilizando 4 o 6 procesadores Xeon, y con tiempos de cálculo que variaron entre 6 y 30 horas.

4. RESULTADOS

En la figura 7 se puede apreciar el aspecto de la malla al finalizar la simulación numérica. Tanto para el modelo de daño súbito en el conector como para el friccional la apariencia de la malla rota es similar. En ambos casos nos encontramos con que la deformación se localiza en una banda estrecha de la probeta. En sus proximidades se ha producido la decohesión de los enlaces entre fibras, dando así lugar a la fractura del material.

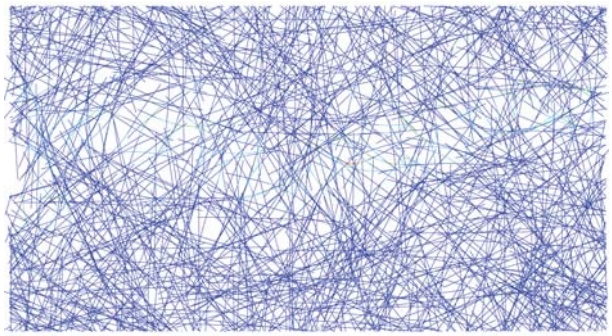


Figura 7. Estado final de la simulación, malla rota (aumento 5x). Nótese la localización de la deformación.

Sin embargo, las diferencias entre ambos modelos se hacen patentes al comparar las curvas tensión-deformación para ambos modelos. En la figura 8 se muestra la curva experimental (figura 3, en un dominio más limitado de deformación) junto con las curvas correspondientes a la simulación numérica de tres mallas distintas. Se puede apreciar que el modelo es capaz de reproducir la parte elástica de la deformación y el valor de la carga de rotura. A partir de ese momento, las curvas provenientes de las simulaciones decaen más rápidamente que la curva experimental, que mantiene cierta resistencia residual.

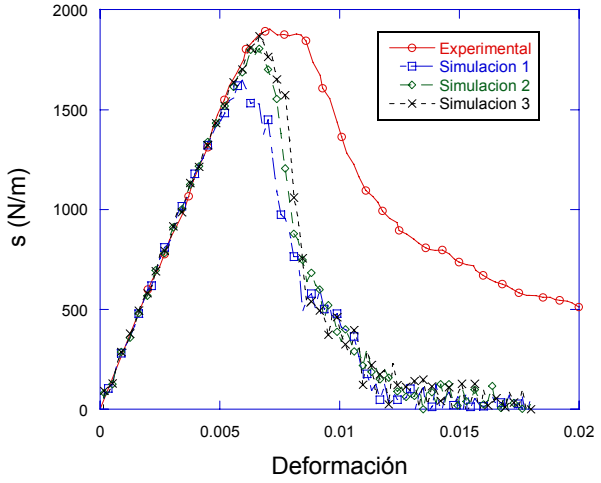


Figura 8. Curvas tensión-deformación experimental y simuladas para el modelo de daño súbito en el conector

La introducción de la fricción se realizó precisamente para tener en cuenta el efecto del rozamiento entre fibras sobre la resistencia residual del material. En la figura 9 podemos observar que las simulaciones numéricas no sólo son capaces de seguir el comportamiento del material hasta carga máxima, sino que reproducen el comportamiento del fieltro dañado hasta la pérdida completa de su capacidad portante.

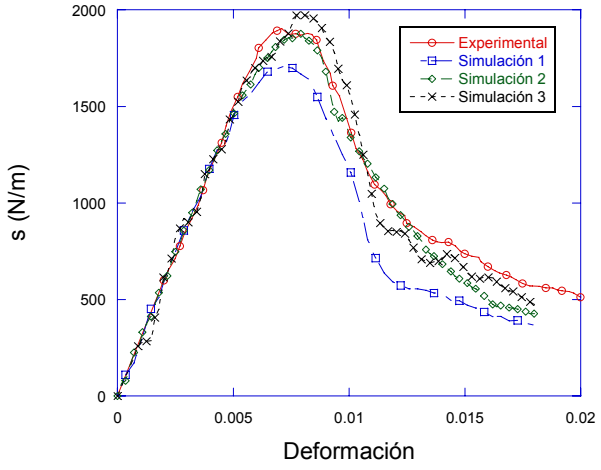


Figura 9. Curvas tensión-deformación experimental y simuladas para el modelo friccional.

Es conveniente mencionar que la introducción de fricción reduce el tamaño del paso de tiempo estable del método, motivo por el cual este tipo de simulación resulta más costosa en términos de tiempo de cálculo.

5. COMENTARIOS FINALES

La estructura interna de los fieltros se traduce en un comportamiento mecánico mucho más complejo que el de sus constituyentes, en el que confluyen factores como su inhomogeneidad, posible anisotropía, no

linealidades de origen geométrico o material, así como un continuo reajuste durante su deformación. Las simulaciones numéricas constituyen una poderosa herramienta a la hora de obtener una comprensión más profunda de los procesos de deformación y daño. La simulación de un fieltro comercial de fibra de vidrio como el que nos ocupa, aun siendo un objetivo ambicioso, se beneficia de ciertas ventajas que convierten a este material en un buen candidato para los ensayos virtuales. En primer lugar, sus constituyentes primarios, las fibras, tienen un comportamiento elástico y lineal hasta rotura. En segundo lugar, se trata de fibras rectas que se mantienen planas durante la deformación del fieltro. Finalmente, la gran rigidez y resistencia de los haces de fibras nos permiten desacoplar los procesos de daño de haces y enlaces y poder afirmar que la fractura del material se da siempre como consecuencia de la decohesión de los haces de fibras.

Un estudio detallado de la microestructura puede proporcionar un número reducido de parámetros tales como la densidad de enlaces y la distancia libre entre ellos con los que es posible construir un modelo bidimensional de elementos finitos basado en elementos viga y elementos conectores sin masa que reproduce adecuadamente el tramo lineal de un ensayo de tracción. En un siguiente paso, con la introducción de un parámetro *ad hoc* (el desplazamiento relativo de rotura entre fibras) en las uniones simuladas por los conectores se ha conseguido caracterizar (tensión máxima y deformación a la que se produce) el pico de carga de un ensayo de tracción con un coste computacional moderado. Al igual que sucede en los ensayos reales, la deformación se localiza en una banda del material que en último término da lugar a la rotura de la muestra.

A partir del máximo de carga, la estructura de los fieltros hace que los procesos de daño estén controlados por mecanismos de naturaleza friccional. El deslizamiento entre sí de los haces de fibras provoca un consumo adicional de energía que se refleja en un decaimiento gradual de la carga desde el máximo y en la persistencia de una capacidad residual de transmisión de carga. Para poder tener en cuenta estos fenómenos, se ha desarrollado un modelo de rozamiento en los elementos conectores en el que la imposición de una curva bilineal de decaimiento de la fuerza normal basta para reproducir satisfactoriamente el comportamiento a tracción de los fieltros a lo largo de todo el proceso de deformación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a Saint Gobain Vetrotex el suministro de material y al Gobierno de la Comunidad de Madrid y el Ministerio de Ciencia e Innovación su apoyo financiero a través de los programas ESTRUMAT (MAT/0077) y MAT2006-2602, respectivamente.

REFERENCIAS

[1] H.L. Cox, *British Journal of Applied Physics,* **3,** 72-79 (1952).

[2] O. Kallmes y H. Corte, *Tappi,* **43,** 737-752 (1960).

[3] C. A. Bronkhorst, *Int. J. of Solids and Structures*, **40** (2003) 5441-5454

[4] L. Berhan, Y.B. Yi, A.M. Sastry, E. Munoz, M. Selvidge and R. Baughman, *Journal of Applied Physics*, **95**-8 (2004) 4335-4345

[5] S. Heyden, Tesis Doctoral. Lund University (2000).

[6] J. A. Åström y K.J. Niskanen, *Europhys Lett.,* **21,** 557-562 (1993).

[5] Vetrotex Chopped Strand Mats. Vetrotex Saint Gobain. http://www.vetrotexeurope.com/products/re_chopstrmat.html (2005)

[6] M. Á. Ramos Carpio. *Ingeniería de los Materiales Poliméricos*. Fundación para el Fomento de la Innovación Industrial (2007)

[7]http://www.roymech.co.uk/Useful_Tables/Tribology/co_of_frict.htm

ANÁLISIS DEL ERROR EN LA DETERMINACIÓN NUMÉRICA DEL FACTOR DE CONCENTRACION DE TENSIONES

J. García-Manrique[1a], D. Camas-Peña[1b], A. González-Herrera[1c]

Departamento de Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación, E.T.S. de Ingenieros Industriales, Universidad de Málaga, Plaza El Ejido s/n, 29071, Málaga, España.
E-mail: [1a]josegmo@uma.es; [1b]danicamas@gmail.com; [1c]agh@uma.es

RESUMEN

El análisis de resultados en mecánica de la fractura o en fatiga, ya sean experimentales o numéricos, produce en ocasiones divergencias de difícil explicación que pueden dar lugar a falsas interpretaciones de la realidad. Algunas de estas diferencias pueden ser achacables a los distintos procedimientos de obtención del factor de concentración de tensiones (K) y al área del entorno de la grieta en el que se obtengan. La consideración de comportamiento elástico lineal asociado a K puede implicar errores de importancia considerable según los casos. En este trabajo se presenta un estudio sobre la evolución que siguen los valores de K determinados por diversos procedimientos estimando el grado de error que se puede estar cometiendo. A partir de los resultados obtenidos de la simulación por elementos finitos de un problema de fractura, se determinan, de manera parametrizada, los valores de K para un rango de carga nominal amplio. Las desviaciones entre el valor obtenido y el nominal (valor esperado, determinado por la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal) permiten establecer este error.

ABSTRACT

The analysis of results in fracture mechanics and fatigue, either experimental or numerical, sometimes produces difficult to explain the divergences that may lead to false interpretations of reality. Some of these differences may be attributable to the different procedures for obtaining the stress concentration factor (K) and the area around the crack where it has been obtained. The consideration of linear elastic behavior associated with K can lead to considerable errors according to the case. This research presents a study on the changes that follow the values of K determined by various procedures estimating the degree of error that can be committed. From the results obtained from a finite element simulation of a fracture problem, the values of K are determined for a wide range of rated load. The deviations between the value obtained and the nominal value (expected value, as determined by the mechanics of the Linear Elastic Fracture) allow determinate this error.

PALABRAS CLAVE: Elementos finitos, factor de concertación de tensiones, probetas CT.

1. INTRODUCCIÓN

Cuando en mecánica de la fractura o en fatiga se tratan de comparar resultados, tanto experimentales como numéricos, en ocasiones existen divergencias de difícil explicación que pueden dar lugar a falsas interpretaciones de la realidad. Algunas de estas diferencias pueden ser achacables a los distintos procedimientos de obtención del factor de concentración de tensiones (K) y al área del entorno de la grieta en el que se obtengan.

La consideración de comportamiento elástico lineal asociado a K puede implicar errores de importancia considerable según los casos.

En este trabajo se presenta un estudio sobre la evolución que siguen los valores de K determinados por diversos procedimientos de manera que se pueda hacer una estimación del grado de error que se puede estar cometiendo.

A partir de los resultados obtenidos de la simulación por elementos finitos de un problema de fractura, se determinan, de manera parametrizada, los valores de K para un rango de carga nominal amplio (hasta K = 40 Mpa·$m^{1/2}$).

Las desviaciones entre el valor obtenido y el nominal (valor esperado, determinado por la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal) permiten establecer este error.

En este trabajo se modela el comportamiento de una probeta CT (Compact Tensión) de aluminio Al-2024-T35 (con w = 50 mm.), con comportamiento elasto-plástico, a la que se le aplica un ciclo de carga.

Alcanzado el máximo correspondiente al K nominal, se determina el valor de K por diversos procedimientos y a distintas escalas alrededor del vértice.

Se describe brevemente la metodología y los parámetros empleados y su justificación, haciendo especial hincapié en aquellos puntos que difieran de la metodología actual. A continuación se consideran los resultados obtenidos y se discuten las conclusiones más relevantes.

2. DETERMINACIÓN DEL FACTOR DE CONCENTRACIÓN DE TENSIONES.

A lo largo de este trabajo se van a comparar los resultados obtenidos para el factor de concentración de tensiones según tres métodos.

El primero de ellos es el cálculo establecido como valor teórico del factor de intensidad de tensiones asociado al modo I de solicitación de la grieta, que se estima en función de parámetros geométricos de la probeta, longitud de la grieta y carga aplicada, y que en la probeta CT objeto del estudio, viene dado por la expresión (1):

$$K_I = \frac{P}{B\sqrt{W}} \left\{ \frac{2+\frac{a}{W}}{\left(1-\frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}}} \cdot \left[\begin{array}{l} 0.886+4.64\cdot\left(\frac{a}{W}\right)-13.32\cdot\left(\frac{a}{W}\right)^2 \\ +14.72\cdot\left(\frac{a}{W}\right)^3-5.6\cdot\left(\frac{a}{W}\right)^4 \end{array} \right] \right\} \quad (1)$$

Este valor es el que denominamos nominal y es al que se hace referencia normalmente en estudios de fractura y fatiga a la hora de establecer tanto hipótesis de partida como análisis de los resultados.

El segundo método será el Kcod el cual se basa en la relación establecida por Paris y Sih [5] entre el valor del concentrador de tensiones y los desplazamientos verticales de los nodos en el entorno del vértice de grieta para materiales elásticos y lineales. Para el caso bidimensional y simétrico que se ha estudiado, la formulación final utilizada es (2):

$$K_I = \sqrt{2\pi}\frac{G}{1+\kappa}\frac{|v|}{\sqrt{r}}$$
$$\kappa = \begin{cases} = 3-4\upsilon & \textit{Tensión Plana} \\ = \dfrac{3\upsilon}{1+\upsilon} & \textit{Deformación Plana} \end{cases} \quad (2)$$

Para implementarlo se ha recurrido al algoritmo KCALC del programa de cálculo ANSYS [3] y a establecer en el postprocesado del problema un tamaño de grieta en el que evaluar estos desplazamientos, como se muestra en la siguiente figura:

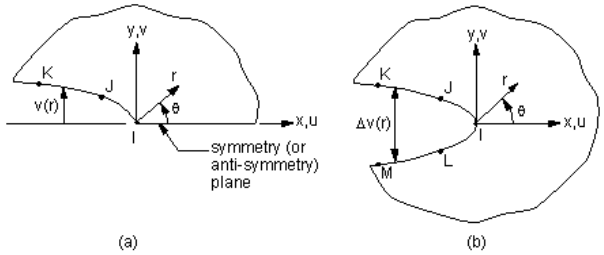


Figura 1: Esquema de Nodos utilizados por ANSYS para calcular los desplazamientos en relación al vértice

Los desplazamientos de los nodos J y K se normalizan respecto al del vértice I y se establece la relación lineal (3):

$$\frac{|v|}{\sqrt{r}} = A + B\cdot r$$
$$r \xrightarrow{\lim} 0 \Rightarrow \frac{|v|}{\sqrt{r}} = A \quad (3)$$

Con lo que la fórmula final utilizada es (4):

$$K_I = \sqrt{2\pi}\frac{G}{1+\kappa}A \quad (4)$$

El tercer método será relacionar el factor de concentración de tensiones con la integral-J elástica sobre un recorrido en el entorno del vértice de grieta. La relación existente entre ambas se define como (5):

$$K_I = \begin{cases} \sqrt{J\dfrac{E}{(1+\upsilon^2)}} & \textit{Deformación Plana} \\ \sqrt{J\cdot E} & \textit{Tensión Plana} \end{cases} \quad (5)$$

Para ello se ha adaptado un algoritmo ya programado en ANSYS a nuestro caso concreto, en el cual se evalúa la integral (6):

$$J = \int_r W dy - \int_r \left(tx\frac{\partial ux}{\partial x} + x\frac{\partial uy}{\partial y} \right) ds \quad (6)$$

Donde
W = energía de deformación por unidad de volumen.
tx = vector tracción a lo largo del eje x.
ty = vector tracción a lo largo del eje y.
u = vector desplazamiento.
s = distancia a lo largo del recorrido γ
γ = cualquier recorrido alrededor del vértice de grieta.

De nuevo, su implementación requiere establecer en el postprocesado un recorrido en el que evaluar esta integral como se muestra en la siguiente figura:

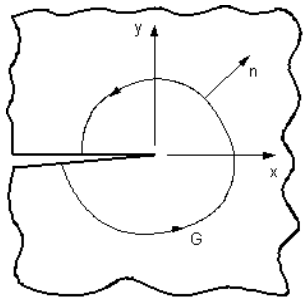


Figura 2: Recorrido en torno al vértice para evaluar la J-integral. Manual de ANSYS.

3. DESCRIPCIÓN DEL MODELO.

Se describe a continuación la metodología seguida de acuerdo a las recomendaciones y experiencia de anteriores autores [1,2]

Como se ha comentado se trabaja con una probeta CT aplicando condiciones de simetría (Fig. 3), en concreto para valores de W= 50 mm y a=20 mm.

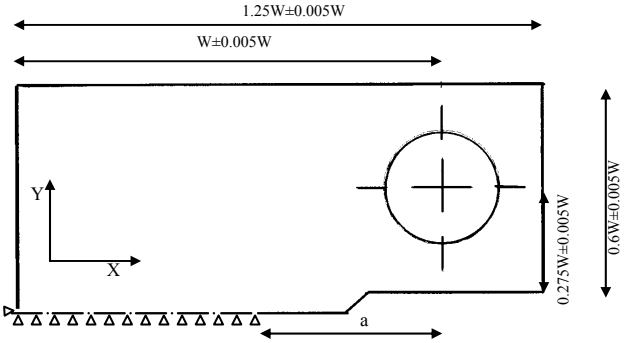


Figura 3: Probeta Compact Tensión.

Un aspecto clave y ya ampliamente recogido en la bibliografía es el tamaño de elemento en la región del vértice y la transición a lo largo de la probeta. Siguiendo las recomendaciones recogidas en ella [1] se divide esta zona en una malla regular tomando como referencia para el tamaño de elemento el radio plástico definido por Dugdale (7).

$$R_p^{TP} = \frac{\pi}{8}\cdot\left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right)^2 \qquad R_p^{DP} = \frac{R_p^{TP}}{3} \qquad (7)$$

Donde:

R_p^{TP}: radio plástico de Dugdale en tensión plana.
R_p^{DP}: radio plástico de Dugdale en deformación plana.
σ_y: Tensión de plastificación en Pa (σ_y=470·10^6 Pa)
K_I: Valor nominal de Factor de intensidad de tensiones.

Se considera la recomendación dada por McClung [4] y se establece un número de 20 divisiones del radio plástico como dimensión mínima de elemento en el entorno del vértice.

Aunque en trabajos anteriores [1,2] se indica la necesidad de incrementar la malla por encima de la recomendación anterior, al tratarse de un problema de fractura, donde no se pretende simular la estela plástica de fatiga, consideramos suficiente este valor.

Así mismo se generan una serie de áreas que garanticen la mínima distorsión de elementos y la no plastificación en la zona de aplicación de la carga. Estas Áreas se definen mediante semicircunferencias en torno al vértice de grieta a distancias variables según el valor de $K_{nominal}$ considerado pero siempre parametrizadas con referencia al radio plástico de Dugdale.

Por lo tanto se han generado distintos modelos de malla en función del valor de $K_{nominal}$ y de la consideración de tensión o deformación plana según el cálculo, variando el número total de elementos desde 2.361 (Deformación plana $K_{nominal}$= 10Mpa·m$^{1/2}$) a 1.838 (Tensión Plana $K_{nominal}$= 40Mpa·m$^{1/2}$)

En la fig. 2 se muestra el mallado resultante para uno de los casos estudiados, en concreto el correspondiente a tensión plana y un valor de $K_{nominal}$=10Mpa·m$^{1/2}$.

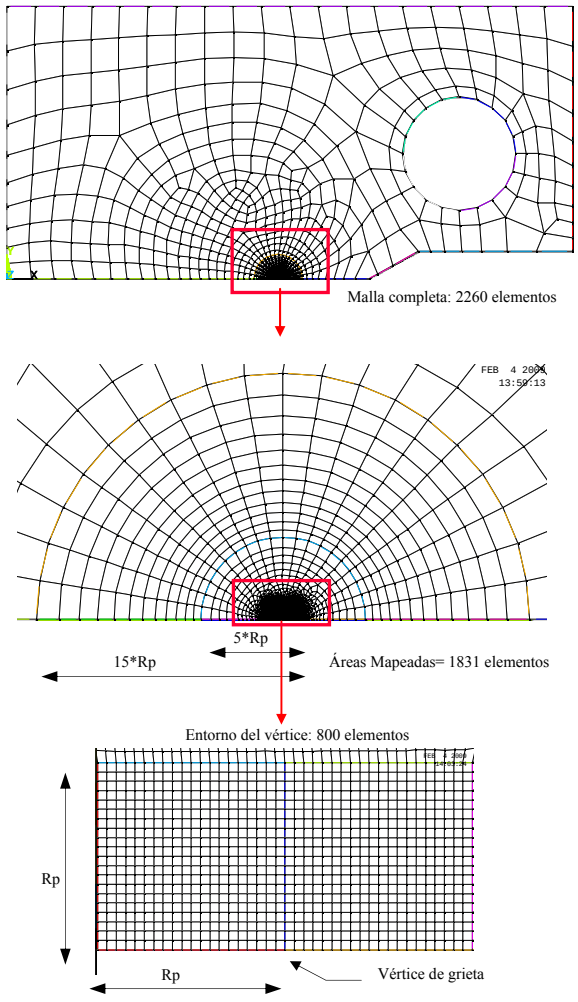


Figura 4: Mallado del modelo.

El material empleado en la probeta es una aleación de aluminio denominada Al-2024-T35 con E= 73.5 GPa, módulo de Poisson 0.35 y límite elástico 470 MPa. Se considera endurecimiento por deformación isótropo con una relación entre el módulo de Young y el módulo plástico H/E = 0,003.

La carga se ha calculado para cada caso de $K_{nominal}$ y se ha repartido en partes iguales entre cinco nodos.

4. CÁLCULOS REALIZADOS.

4.1. Metodología empleada.

Se ha seleccionado un rango del $K_{nominal}$ de 10 a 40 Mpa·$m^{1/2}$ y se han generado modelos de mallado para valores múltiplos de cinco. En cada cálculo se cargaba la probeta con el valor previsto en la formulación (1) para este tipo de probeta.

El proceso se ha repetido tanto en tensión como en deformación plana.

Una vez completados los cálculos de tensiones y deformaciones en los elementos se ha procedido al postprocesado de cada problema siguiendo los métodos descritos en el apartado 2, para distintas escalas en torno al vértice de grieta.

4.2. Escalas de cálculo de K.

Para el cálculo de K mediante la extrapolación de los desplazamientos en la grieta (Kcod) se han tomado las siguientes escalas normalizadas respecto al radio plástico de Dugdale:

1Rp – 5Rp – 10/15Rp – Toda la grieta

Para el cálculo de K referenciado a la J-integral se han tomado las siguientes áreas tipo meseta en torno a la grieta:

0.25Rp – 0.5Rp – 1Rp – 5Rp – 10/15Rp

5. RESULTADOS OBTENIDOS.

5.1. Resultados mediante Kcod.

Se presentan en este apartado los resultados obtenidos mediante el comando Kcod tanto para tensión como para deformación plana.

Se representan los valores de Kcod adimensionalizados con el $K_{nominal}$ de manera que pueda apreciarse el error que existe entre ambos para los distintos tramos de longitud de grieta considerados.

En el eje de abscisas se adimensionaliza también esta distancia respecto al radio plástico para poder así comparar los resultados de distintos valores nominales y modelos de mallado.

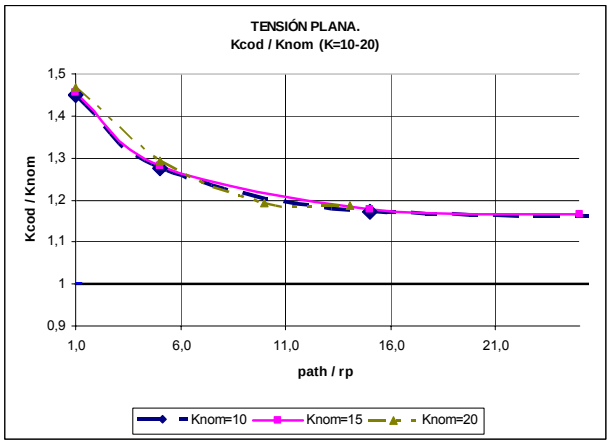


Figura 5: Resultados Kcod. Tensión Plana. Rango de Knominal 10-20 Mpa·m1/2

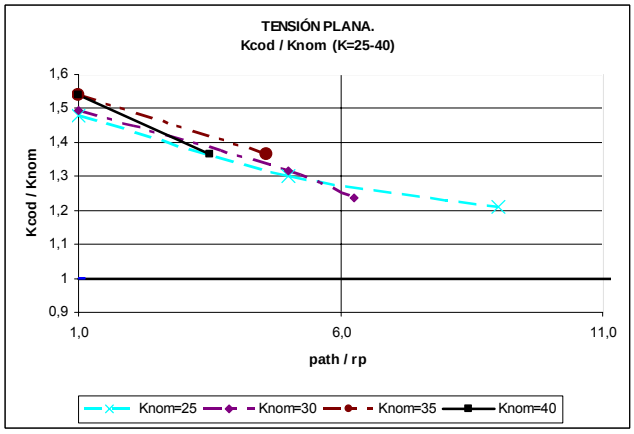


Figura 6: Resultados Kcod. Tensión Plana. Rango de Knominal 25-40 Mpa·m1/2

Se observa en las gráficas anteriores como la diferencia entre el cálculo mediante Kcod y el Knominal teórico se reduce conforme tomamos un rango de grieta mayor. Este fenómeno es coherente con el hecho de que cuanto menor es el entorno estudiado mayor es la diferencia entre el perfil de desplazamientos de la grieta real con el teórico previsto por la teoría elástica lineal.
También se detecta que hay un tamaño de estudio a partir del cual los resultados parecen tender asintóticamente a un valor similar. Este valor, sin embargo supone una variación significativa respecto al nominal, sobre el 16% de error en el mejor de los casos.

Esto nos lleva a recomendar, en el caso de utilizar este método, a considerar los desplazamientos de al menos quince veces el radio plástico de Dugdale cuando esto sea posible, ya que hay niveles de carga (como se

observa en la figura 6) en los que el tamaño de la probeta no es suficiente.

A continuación se presentan los resultados equivalentes en deformación plástica.

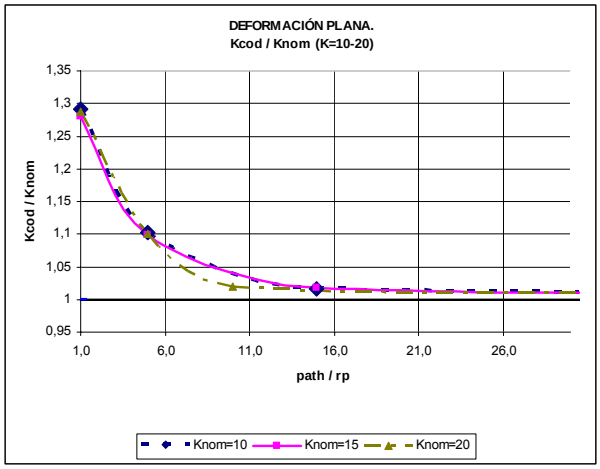


Figura 7: Resultados Kcod. Deformación Plana. Rango de Knominal 10-20 Mpa·m1/2

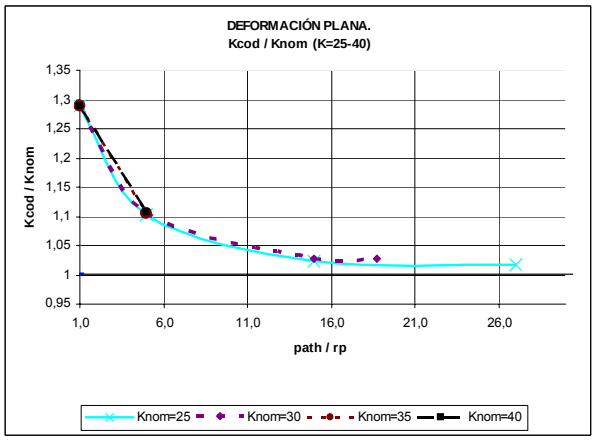


Figura 8: Resultados Kcod. Deformación Plana. Rango de Knominal 25-40 Mpa·m1/2

Se observa el mismo comportamiento asintótico y se mantiene la recomendación anterior. Destacar no obstante que los errores obtenidos en deformación plana son del orden del 2%.

5.2. Resultados mediante J-Integral.

Se presentan en este apartado los resultados obtenidos mediante la J-Integral tanto para tensión como para deformación plana, siguiendo el mismo esquema que en el apartado anterior.

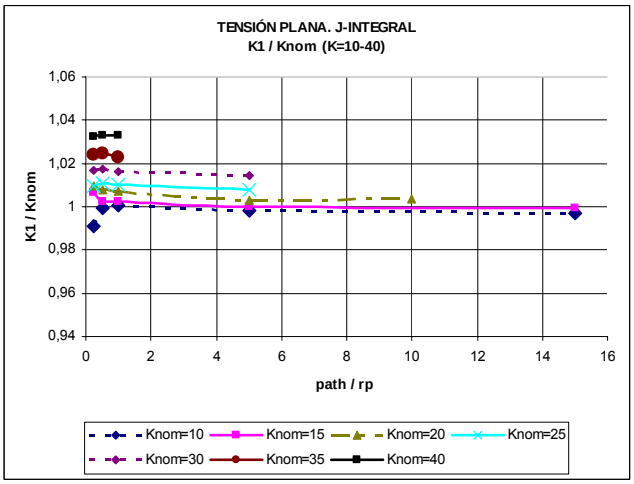


Figura 9: Resultados J-INTEGRAL. Tensión Plana. Rango de Knominal 10-40 Mpa·m1/2

Como se observa en la figura 9 la relación entre el Knominal y el K calculado mediante integral-J presenta un error mínimo comparado con el método anterior.

Tampoco se identifican variaciones importantes del mismo entre las distintas áreas de control estudiadas.

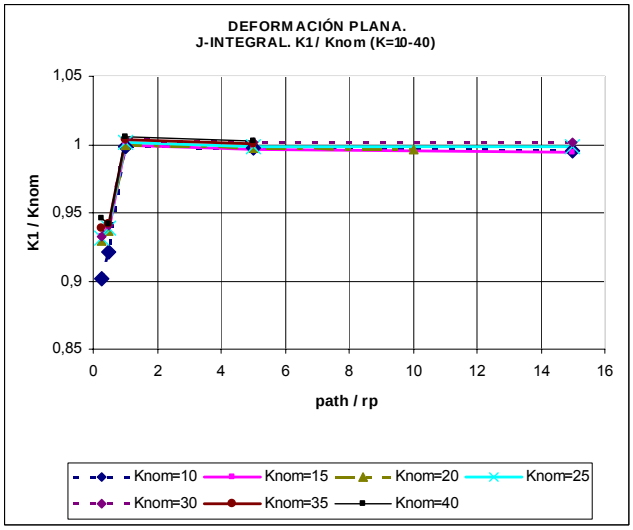


Figura 10: Resultados J-INTEGRAL. Deformación Plana. Rango de Knominal 10-40 Mpa·m1/2

En el caso de deformación plana, sin embargo, sí cabe proponer que el área de control para este método sea de al menos un radio plástico.

6. CONCLUSIONES.

Como principal conclusión a este trabajo cabe constatar como, tal y como se ha observado, existen variaciones en el valor del parámetro del concentrador de tensiones en el vértice de grieta en función del método elegido para estimarlo.

También se aprecian diferencias de comportamiento en ambos métodos según el cálculo sea en tensión o deformación plana.

Con los métodos estudiados podemos decir que el cálculo basado en la extrapolación de los desplazamientos verticales del frente de grieta (Kcod) presenta mayores variaciones respecto a la Knominal que el obtenido a partir de la J-Integral.

Estas variaciones se acentúan cuanto menor es la longitud de estudio, al diferir más del perfil de grieta previsto en la teoría elástica lineal. Se aportan en este trabajo indicaciones de los tamaños mínimos de control a considerar según el caso.

En el cálculo mediante Kcod se observa una evolución asintótica en función de la distancia a la que se evalúa. Un aspecto destacable de este valor asintótico es que, al contrario de lo que ocurre en deformación plana donde tiende al valor nominal, en tensión plana tiende a uno mayor que sería el correspondiente a una longitud de grieta mayor (a igualdad de carga).

Se observa también como el comportamiento de K en los distintos métodos estudiados, una vez adimensionalizado mediante el valor de $K_{nominal}$, es independiente del valor máximo de la solicitación.

En el cálculo mediante la J-integral se ha detectado el papel que las zonas plastificadas pueden ejercer sobre la determinación de K. En concreto se obtienen valores similares a los nominales siempre que el recorrido de integración atraviesa zonas elásticas, viéndose algo alterado cuando encuentra alguna región plastificada. Este método, por tanto, puede generar mayores errores en problemas de fatiga donde aparezca la estela plástica.

Por último, debe destacarse las implicaciones que estas observaciones tienen sobre el problema real de la grieta tridimensional [6,7]. En trabajos anteriores se ha observado que existe una evolución muy patente a lo largo del espesor (visualizada por ejemplo con la representación tridimensional del radio plástico), dicha evolución podría analizarse correlacionándose con estos parámetros de estudio.

7. REFERENCIAS

[1] Gonzalez-Herrera, A., Zapatero, J., *Influence of minimum element size to determine crack closure stress by the finite element method*, Engineering Fracture Mechanics, 2005;72:337–355.

[2] González Herrera, A., García Vallejo, D., Moreno B. y Zapatero J. *Análisis del tamaño de elemento mínimo para la determinación de la tensión de cierre en fatiga mediante elementos finitos*. XV Congreso Nacional de Ingeniería Mecánica. Cádiz. 2002.

[3] ANSYS Theory Manual, Version 9.0

[4] McClung, R.C. y Sehitoglu, H., *On the finite element analysis of fatigue crack closure, (partes 1 y 2),* Engineering Fracture of Mechanics, 33, pp. 237-272 (1989).

[5] Paris, P. C., and Sih, G. C., *Stress Analysis of Cracks*, Fracture Toughness and Testing and its Applications, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, STP 381, pp. 30-83 (1965).

[6] Gonzalez-Herrera, A., Garcia-Manrique, J., Cordero, A., Zapatero, J., *Plastic Zone Study by Means of Tri-dimensional Finite Element Models on Fatigue Crack Closure*, Key Engineering Materials, 2006;324-325 (1):555-558

[7] Gonzalez-Herrera, A., Zapatero, J., *Tri-dimensional numerical modelling of plasticity induced fatigue crack closure*, Engineering Fracture Mechanics, 2008;75:4513-28.

CÁLCULO DEL LÍMITE DE FATIGA MEDIANTE EL MÉTODO DE MÁXIMA VEROSIMILITUD

A. Martín-Meizoso[1], J.M. Martínez-Esnaola[1], J. Gil Sevillano[1]

[1] CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra)
Manuel de Lardizábal, 15, 20018 San Sebastián, España.
E-mail: ameizoso@ceit.es

RESUMEN

Se revisan los procedimientos al uso para la determinación del límite de fatiga. En particular, se detalla el procedimiento de la escalera en la que los ensayos bajan o suben de tensión, según rompan antes de alcanzar la vida prevista como límite de fatiga o no. Se propone un método de análisis y cálculo del límite de fatiga basado en el procedimiento estadístico de máxima verosimilitud y la hipótesis de normalidad en la distribución del límite de fatiga (aunque pueden hacerse otras hipótesis sobre la distribución). A diferencia del método de la escalera, este procedimiento resulta mucho más riguroso desde el punto de vista estadístico, es mucho más versátil (pudiéndose hacer ensayos a niveles intermedios de tensiones) y aprovecha toda la información disponible (incluso de niveles de tensión lejanos al límite de fatiga).

ABSTRACT

Standard procedures to determine the fatigue limit are reviewed. In particular the stair-case procedure is detailed; in this procedure the applied stress is increased or decreased in a given stress step, for the following experiment, depending on the previous experiment: if it survives or fails to a given number of cycles. An analytical procedure is proposed to compute the fatigue limit using the statistical method of maximum likelihood and assuming a normal distribution for the fatigue limit (other assumptions can be made about its distribution). This procedure is preferred from a statistical point of view, it is much more flexible (other stress levels can be introduced) and all experiments contain useful information (including those tests carried out at stress levels far from the fatigue limit).

PALABRAS CLAVE: Límite de fatiga, métodos estadísticos, máxima verosimilitud.

1. INTRODUCCIÓN

Un componente se ve sometido a fatiga cuando soporta cargas alternadas: la rueda de un ferrocarril, la biela de un motor de explosión… Pese a diseñarse estas piezas por debajo de su límite elástico (por tanto sin deformaciones permanentes apreciables), con un número suficiente de ciclos, las piezas se rompen. El 90% de las piezas que se rompen en servicio fallan debido a esta insidiosa patología. Esto lo descubre August Wöhler, hacia el año 1860 [1], y propone unos límites a las tensiones de diseño en función del número de ciclos que se requieran para una pieza. Se conocen como curvas de Wöhler o curvas *S*-*N* (tensión: *S*, frente a número de ciclos: *N*).

Aparece una microgrieta, que crece a medida que se realizan ciclos de carga hasta alcanzar un tamaño tal que la sección remanente es incapaz de soportar la carga máxima en el ciclo y finalmente el ligamento restante rompe catastróficamente de forma frágil o dúctil.

Para cada material existe una tensión umbral por debajo de la cual la vida de la pieza es infinita (caso más frecuente en los aceros) o no hay un umbral de vida infinita (caso más frecuente en las aleaciones de aluminio), pero al menos dura la especificación de ciclos necesaria en esa aplicación.

En la práctica de la ingeniería, deberemos reemplazar el uso del límite elástico (con su correspondiente coeficiente de seguridad) por el límite de fatiga en aquellas aplicaciones que vayan a estar sometidas a cargas alternadas. Su relación con la resistencia a tracción del material suele estar comprendida en rangos que van desde el 35% al 60% de ésta, para los aceros aleados y al carbono; y entre el 35% y el 50% para la aleaciones de cobre [2].

También se puede estudiar un componente concreto con un complejo estado de tensiones y directamente explorar su vida bajo diferentes valores del rango de variación de la carga alternada aplicada y determinar el

máximo valor que se puede aplicar para que el componente supere una cierta vida (número de ciclos en el ambiente de operación: medio ambiente y temperatura).

Resulta entonces capital determinar de forma sencilla cuál sea el nivel de tensión (si hablamos del material) o la carga alternada máxima (para un componente) que proporcionan una vida especificada (normalmente entre 2 y 100 millones de ciclos de vida [3]). Normalmente no se requiere toda la curva S-N (curva de Wöhler), pues de poco servirá saber que la vida será mucho más corta con un nivel de tensiones más alto. Sólo necesitaremos conocer la carga o tensión que deberemos no superar para que la pieza dure lo requerido. Entonces los ensayos se limitan a explorar esa zona del rango de vida y cargas. El método más utilizado consiste en el método de la escalera, básicamente una simplificación del método propuesto por Probit [3].

2. MÉTODO DE LA ESCALERA

El método de la escalera se utiliza comúnmente para determinar el promedio (mediana) del límite de fatiga de un componente o de material a un número de ciclos especificados. Consiste en la realización de ensayos de fatiga secuenciados con diferentes niveles de carga, con un incremento de la tensión (o de la carga, o de la deformación) predeterminado. Si el componente o la probeta falla antes de alcanzar la vida prevista, el siguiente ensayo se realiza a una carga un escalón inferior. Si ésta sobrevive a ese número de ciclos (*run-out*) en el siguiente ensayo se aumenta en un escalón. Una vez concluida la batería de ensayos (típicamente entre 15 y 30), se prepara una tabla, como la que se muestra en el ejemplo de la tabla 1, que resume los resultados experimentales que se muestran en la figura 1.

Como resulta evidente, la elección del tamaño del escalón de tensión (o carga) resultará decisiva para el éxito y la resolución requerida en los resultados.

Supongamos los datos experimentales que se recogen en la tabla 1 (propuesta por Rice [3]) en unidades de tensión americanas: ksi. Que las unidades sean ksi o MPa no modifica en nada los resultados, con lo que mantendremos las cifras, tal como las propone Rice, y las etiquetaremos como MPa.

La ecuación propuesta por Rice para determinar el límite de fatiga es:

$$\mu = S_0 + \Delta S\left(\frac{\sum i \cdot f_i}{n_f} - \frac{1}{2}\right) \quad , \; n_f < n_r \qquad (1a)$$

S_0 es la tensión al mínimo nivel de tensión considerado, que contenga al menos un fallo (nivel i = 0), y ΔS el incremento de tensión entre los escalones. La ecuación para μ es un tanto retorcida. La anterior ecuación corresponde al caso en el que el número de piezas rotas (n_f = 13) sea menor que el número de

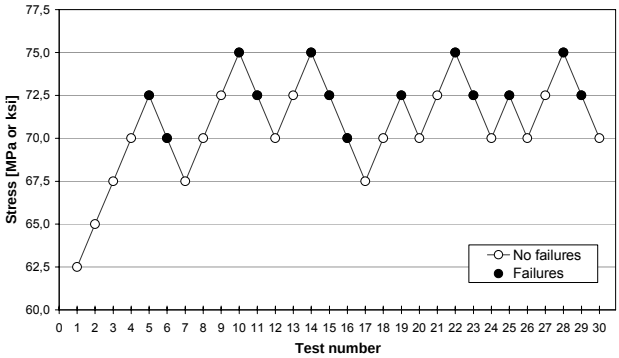


Figura 1. Secuencia de ensayos para determinar el límite de fatiga, de acuerdo con el procedimiento de la escalera (tal como lo propone Rice [3]).

supervivientes ("run-outs", n_r = 17). En caso contrario, $n_r < n_f$, Rice propone:

$$\mu = S_0 + \Delta S\left(\frac{\sum i \cdot r_i}{n_r} + \frac{1}{2}\right) \quad , \; n_f > n_r \qquad (1b)$$

Para el ejemplo, que se muestra en la figura. 1, y tabla 1, el valor medio para la resistencia a fatiga resulta[1]

$$\mu = 70.0 + 2.5\left(\frac{15}{13} - \frac{1}{2}\right) = 71.63 \text{ MPa (o ksi)} \qquad (2)$$

No hay un motivo para emplear la expresión (1) que no sea que promedia los valores de la tensión para las frecuencias absolutas de las roturas (o de los "run-outs", según cual sea el menor de los dos). No promedia las probabilidades de fallo ni estima el valor correspondiente a una probabilidad de fallo de 0.5 (como luego veremos en la estrategia de los dos puntos). Pero viene empleándose desde el año 1985, sin que nadie cuestione su fundamento. Se encuentra descrita dentro de un capítulo sobre el tratamiento estadístico de los ensayos de fatiga y cualquier lector desapercibido podría pensar que tiene un sólido fundamento estadístico. Por desgracia no es el caso. En el mejor de los casos, si los incrementos entre escalones son pequeños, el resultado será una buena estimación. También resulta un procedimiento de ensayo excesivamente rígido: sólo podemos ensayar un escalón más alto o bajo. El experimentador puede sentirse tentado a probar con medio escalón o un tercio (probablemente para evitar estar rebotando entre dos niveles y obtener alguna información de lo que ocurre

[1] En la ref. [3] el resultado es de 71.25 ksi, pero hay un pequeño error en su tabla 5 (2 × 4 = 8 y no 6). También en su ecuación (21) *i* está escrito como un subíndice y no debería serlo.

Tabla 1. Ejemplo de resultados de una campaña de ensayos de fatiga (adaptado de [3])

Nivel de tensión, *i*	Tensión, *S* [MPa (o ksi)]	Número de fallos, *f*	Número de *Run-outs*, *r*
-3	62.5	0	1
-2	65.0	0	1
-1	67.5	0	3
0	70.0	2	8
1	72.5	7	4
2	75.0	4	0
nstresses = 6	-	Total de fallos, $n_f = 13$	Total de *run-outs*, $n_r = 17$

con niveles intermedios) o los resultados experimentales obtenidos hasta el momento aconsejarían redefinir el incremento entre los escalones, pero esto no resulta admisible.

3. LA ESTRATEGIA DE LOS DOS PUNTOS

Otro procedimiento de estimar el límite de fatiga consiste en concentrar todos los experimentos en únicamente dos niveles de carga en los que se observen tanto fallos como "run-outs" [4,5].

En consecuencia se obtiene la probabilidad de fallo para dos niveles de carga (su complemento sería la probabilidad de supervivencia). Ahora se necesita introducir una hipótesis sobre la forma de la función de distribución, la más frecuente es suponer la distribución de resistencias normalmente distribuida (aunque se pueden realizar otras hipótesis). Entonces se calculan los valores de μ y de σ que encajen con los datos (las dos frecuencias estimadas). Como ventaja adicional del método, también permite estimar la dispersión del límite de fatiga.

Para el ejemplo de la tabla 1, μ = 71.77 y σ = 0.30 (ambos en MPa o ksi).

Sin embargo sólo dos niveles pueden evaluarse. Si existen 3 niveles de carga con mezclas de fallos y "run-outs" habrá que ignorar algún nivel. Obsérvese que primeramente hay que encontrar los dos niveles en los que aparezcan mezclados fallos y *run-outs*, con lo que probablemente ya tengamos datos de más de dos niveles de carga. O bien podría realizarse un ajuste a esos datos experimentales por un método de mínimos cuadrados a los 3 ó 4 niveles que presenten mezcla de fallos y "run-outs". Pero ¿qué sentido real tiene minimizar distancias al cuadrado en un mundo de frecuencias?

4. MÉTODO DE MÁXIMA VEROSIMILITUD

Supongamos que, para un número de ciclos de vida dados, la tensión de ensayo de las probetas (o componentes) supervivientes se distribuye de forma normal [6]. O al menos que así ocurre para el nivel particular del número de ciclos de vida que se quiere

estimar. Para una función de distribución normal dada (de media μ y desviación típica σ), la probabilidad de observar lo que experimentalmente se ha observado viene dada por

$$V = \prod_{i=1}^{nstresses} \left[1 - F\left(S_i, \mu, \sigma\right)\right]^{r_i} \left[F\left(S_i, \mu, \sigma\right)\right]^{f_i} \qquad (3)$$

en donde r_i representa el número de "run-outs" al nivel de carga *i*-ésimo, y f_i el número de fallos observados al mismo nivel de carga. *F* es la probabilidad acumulada de fallo, correspondiente a una función normalmente distribuida de media μ y desviación típica σ:

$$F\left(S, \mu, \sigma\right) = \int_{-\infty}^{S} \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{\mu - x}{\sigma}\right)^2\right] dx \qquad (4)$$

Si se sospecha otro tipo más apropiado de distribución (Weibull, logarítmico-normal…) puede modificarse la expresión (4) introduciendo la acumulación de la función de distribución que se considere más apropiada.

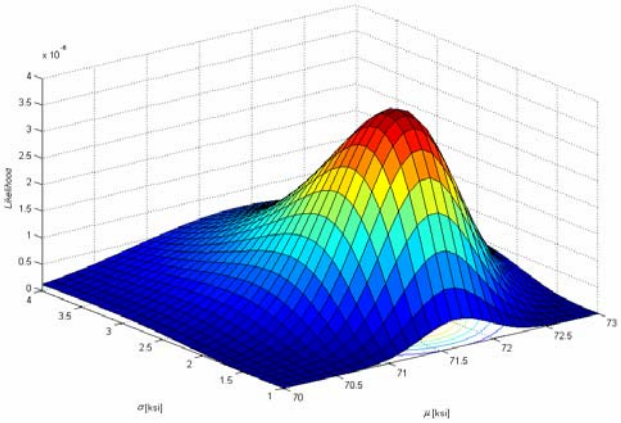


Figura 2. Verosimilitud ("Likelihood") en función de μ y σ (en MPa o ksi), para los datos contenidos en la tabla 1.

La figura 2 muestra en ordenadas la verosimilitud en función de μ y σ, para los datos contenidos en la tabla 1.

Para hacer máxima la verosimilitud, deberemos calcular los valores de μ y de σ que hacen máxima la probabilidad definida en la ecuación (3), es decir, la posición del máximo en la superficie representada en la figura 2. La estrategia más habitual consiste en hacer máximo su logaritmo neperiano, en lugar de su valor absoluto (el logaritmo es una función monótona creciente en el valor de la variable) y resulta mucho más sencillo, rápido y preciso de calcular

$$\ln V = \sum_{i=1}^{nstresses} \left[r_i \ln(1 - F_i) + f_i \ln F_i \right] \qquad (5)$$

en donde, por simplicidad, F_i representa $F(S_i, \mu, \sigma)$. Ahora deberíamos obtener las derivadas parciales de la expresión (5) con respecto a las incógnitas μ y σ. e igualarlas a cero. Entonces obtendremos un sistema de dos ecuaciones no lineales con dos incógnitas.

Su codificación en Matlab® 7.0.0 se muestra en el Apéndice. Es extraordinariamente breve y emplea la función 'fminsearch' para calcular el mínimo (cambiando el signo a la ecuación (3)) usando un método "simplex" de Nelder-Mead (algoritmo de búsqueda directa [7]). También es sumamente rápido. No hay ningún inconveniente en que utilice el código que se adjunta como mejor prefiera. Como alternativa también puede barrer los valores de μ y σ, como se muestra en la figura. 2, para localizar dónde se obtiene la máxima verosimilitud, empleando las ecuaciones (3) ó (5).

Nuestra mejor estimación es: μ = 71.69 y σ = 1.80 (ambas en MPa o ksi). En este ejemplo concreto, tanto Rice como el método de los dos puntos proporcionan buenas estimaciones de μ, no así para σ. El método de los dos puntos proporciona una estimación de σ = 2.10, bastante por arriba del valor más probable de 1.80 (como se observa en la figura 2). Otros métodos propuestos [8,9], suponiendo una distribución normal y aproximando la distribución binomial por otra normal; para el límite de fatiga, estiman σ como

$$\sigma = 1.62 \cdot \Delta S \left[\frac{n_f \sum_{i=1}^{nstresses} i^2 f_i - \left(\sum_{i=1}^{nstresses} i f_i \right)^2}{n_f^2} + 0.029 \right] \qquad (6a)$$

cuando el primer término del corchete sea mayor o igual a 0.3 y

$$\sigma = 0.53 \cdot \Delta S \qquad (6b)$$

si es menor de 0.3. En el ejemplo, esta expresión predice:

$$\sigma = 1.62 \times 2.5 \left[\frac{13 \times 23 - 15^2}{13^2} + 0.029 \right] = 1.93 \qquad (7)$$

Curiosamente, el resultado sería casi perfecto si se eliminara el término 0.029 en la expresión (6a).

5. CONCLUSIÓN

Se describe un método para analizar los resultados de los ensayos dirigidos al cálculo del límite de fatiga. El método de máxima verosimilitud tiene un fundamento estadístico mucho más sólido que otros métodos descritos en la bibliografía [8,9]. Tampoco se realizan aproximaciones como sustituir la distribución binomial por una normal.

Este procedimiento es mucho más flexible con los experimentos, permitiendo ensayar a niveles intermedios de carga o al antojo del experimentador. El método aprovecha toda la información experimental disponible, de cualquier nivel de carga; falle la probeta o no, aún proporciona información.

La resolución no es explícita, pero un mínimo programa de ordenador, que se proporciona en el Apéndice, permite resolverlo con facilidad. No hay excusa para no hacer un correcto análisis de los resultados, desde el punto de vista estadístico, sobre todo considerando el tiempo y dinero que habitualmente conlleva hacer este tipo de experimentos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida, por parte de la Unión Europea, dentro del proyecto MicroFat (Contrato número: RFSR-CT-2005-00034, en colaboración con CSM e Iveco (Italia), Ascometal (Francia) y Sidenor (España)); al Ministerio de Ciencia e Innovación por la financiación recibida dentro del proyecto (MAT2008-03735/MAT) y al Gobierno Vasco por la financiación recibida dentro del proyecto PI09-09.

REFERENCIAS

[1] Wöhler, A., "Versuche über die Festigkeit der Eisenbahn Wagenachsen Zeitschrift für Bauwesen", (1860).

[2] Forrest, P.J., "Fatigue of Metals", Addison-Wesley, Reading, Massachusetts, EEUU (1962).

[3] Rice, R.C., "Fatigue Data Analysis", en Metals Handbook, 9th edt., Vol. 8, Mechanical Testing.

American Society for Metals. Metals Park, Ohio, EEUU (1985).

[4] Conway, J.B., Sjodahl, L.H., "Analysis and Representation of Fatigue Data", ASM International, Materials Park, Ohio, EEUU (1991).

[5] Little, R.E., Jebe, E.H., "Statistical Design of Fatigue Experiments", Applied Science Publishers Ltd., Londres, Reino Unido (1975).

[6] Davoli, P., Bernasconi, A., Filippini, M., Foletti, S., Papadopoulos, I.V. "Independence of the torsional fatigue limit upon a mean shear stress", *Int. J of Fatigue* 25 (2003) 471-480.

[7] Lagarias, J.C., Reeds, J.A., Wright, M.H., Wright, P.E. "Convergence Properties of the Nelder-Mead Simplex Method in Low Dimensions," *SIAM Journal of Optimization* 9, 1 (1998) 112-147.

[8] Collins, J.A., Failure of Materials in Mechanical Design: Analysis, prediction, prevention", John Wiley & Sons. Nueva York, EEUU (1993).

[9] T. Dahlberg, A. Ekberg, "Failure Fracture Fatigue An Introduction", Tore Dahlberg, Sweden (2002), p. 215-216.

Ejemplo de entrada de daos: Rice.xls

Stress [ksi]	Number of Failures	Number of Run-outs
62,5	0	1
65	0	1
67,5	0	3
70	2	8
72,5	7	4
75	4	0

Ejemplo de resultados:

```
Name of Excel file with: Stress,
Failures and Run-outs (3 columns):
rice
optmusig =    71.6873    1.7981
```

APÉNDICE

Código de Matlab 7.0.0

```
function FatigueLimit
%FATIGUE LIMIT (Matlab 7.0.0 code: fatiguelimit.m)
%It reads an Excel table with three columns:
%Stress, Number of Failures, Number of Run-outs.
%A normal distribution for the stress limit is assumed.
%MAXIMUM LIKELIHOOD is used.
%Function at likelihood.m is required
clear all
namefile=input('Name of Excel file with: Stress, Failures and Run-outs (3 columns):'...
,'s');
data=xlsread(namefile);
S=data(:,1);            %The stresses (or loads, or strains) in the first column
f=data(:,2);            %Number of failures
r=data(:,3);            %Number of run-outs
mu=S(fix(length(S)/2)); %Initial value for the mean
sigma=S(2)-S(1);        %Initial value for the standard deviation
mu0_sig0=[mu sigma];    %Initial values for mu and sigma
[optmusig]=fminsearch(@likelihood,mu0_sig0,[],S,f,r)

function like = likelihood(vmus,S,f,r)   %Computes likelihood
mu   =vmus(1); %Mean value for the normal distribution
sigma=vmus(2); %Standard deviation
like=-1;       %Likelihood. Negative because 'fminsearch' searches minimums
for i=1:length(S);
  like=like*(1-normcdf(S(i),mu,sigma)).^r(i).*normcdf(S(i),mu,sigma).^f(i);
end
```

EFECTO DE LA CONSTRICCIÓN TRANSVERSAL EN LAS COMPONENTES DE ÁREA Y LÍNEA DE LA INTEGRAL J_{x_1}

E. Giner[1], D. Fernández Zúñiga[2], J. Fernández Sáez[3], A. Fernández Canteli[2]

[1]Centro de Investigación de Tecnología de Vehículos - CITV
Dpto. de Ingeniería Mecánica y de Materiales, E.T.S. de Ingenieros Industriales,
Universidad Politécnica de Valencia, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia, España.
E-mail: eginerm@mcm.upv.es

[2]Dpto. de Construcción e Ingeniería de Fabricación, E.P.S. de Ingeniería de Gijón,
Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón, España.
E-mail: afc@uniovi.es

[3]Dpto. de Mecánica del Medio Continuo y Análisis Estructural, Escuela Politécnica Superior,
Universidad Carlos III, Av. Universidad, 30, 28911 Leganés, Madrid, España.
E-mail: ppfer@ing.uc3m.es

RESUMEN

En este trabajo se analiza el comportamiento de la integral J_{x_1} y sus componentes, la integral de línea J_{P} y la integral de área J_{A}, en placas agrietadas de diferentes espesores. El objetivo es evaluar la idoneidad de estas integrales para caracterizar la constricción transversal debida al efecto del espesor. En primer lugar, se revisa la aplicación de la integral J_{x_1} para calcular el valor puntual local $J(s)$ y se investiga la relación existente entre J_{x_1}, J_{P} y J_{A} con las condiciones bidimensionales de tensión y deformación plana. Los análisis tridimensionales sugieren que J_{A} y, equivalentemente, J_{P} son buenas candidatas para caracterizar los efectos de constricción. Además, se concluye que, en sentido estricto, la condición de deformación plana sólo se alcanza cuando el espesor es mucho mayor que las dimensiones de la placa en el plano. En el caso de placas muy delgadas, se muestra que la condición de tensión plana 2D carece de sentido en la vecindad del frente de grieta 3D bajo la hipótesis de comportamiento elástico.

ABSTRACT

In this work, the behaviour of the J_{x_1}-integral and its components J_{P}-integral and J_{A}-integral for cracked plates of different thicknesses is analyzed. The objective is to assess the suitability of such integrals to characterize the out-of-plane constraint due to the thickness effect. The use of J_{x_1} with other existing integrals to compute the pointwise value $J(s)$ is revisited and the relationship of J_{x_1}, J_{P} and J_{A} with the 2D plane stress and 2D plane strain conditions is investigated. The three dimensional analyses suggest that J_{A} and, equivalently, J_{P} are good candidates to characterize constraint effects. In addition, it is concluded that a pure plane strain condition is only reached when the specimen thickness is very large when compared to the in-plane dimensions. For thin plates, it is shown that the 2D plane stress condition is meaningless in the neighborhood of a 3D crack front under elastic behaviour.

PALABRAS CLAVE: Constricción transversal; efecto del espesor; integral J_{x_1}; integrales de contorno y dominio.

1. INTRODUCCIÓN

Es bien conocido que la tenacidad a la fractura aparente de una placa agrietada aumenta para espesores pequeños. Este aumento es debido a la pérdida de constricción transversal en contraste a lo que sucede en una placa de gran espesor, a menudo asimilada a un estado de deformación plana. El estudio de este efecto de constricción sólo puede ser abordado considerando los campos de tensiones tridimensionales afectados por el tamaño relativo de la grieta respecto al espesor, a/B. Esta cuestión es relevante desde un punto de vista práctico, dado que la longitud de grieta a en muchos componentes estructurales puede ser del mismo orden de magnitud que el espesor de la placa B.

En trabajos anteriores [1, 2] se introdujo una descripción tensorial para caracterizar el campo singular en la vecindad del frente de grieta según el desarrollo en serie de Williams. Estos estudios concluyen que la existencia de términos de segundo orden (es decir, términos que no dependen de la distancia radial al frente de grieta) en general no puede ser despreciada. Además de la tensión T en el plano de placa, la componente transversal del denominado tensor de constricción t_{ij} juega un papel importante en los efectos de constricción debido al espesor.

Por otro lado, en problemas 3D como los que se presentan en componentes reales con grietas, la integral J tal y como se formula en 2D no es aplicable debido a que no considera los verdaderos campos de tensiones y deformaciones que aparecen en dirección transversal. Por ello, para la caracterización de este tipo de problemas es necesario realizar una evaluación puntual $J(s)$ a lo largo del frente de grieta. Se puede utilizar para ello integrales de volumen independientes del dominio o la integral de línea-área J_{x_1} [3, 4].

Este trabajo se centra en el comportamiento de la integral J_{x_1} y sus componentes (la integral de línea J_{P} y la integral de área J_{A}) para placas agrietadas de diferentes espesores. El objetivo es evaluar la idoneidad de tales integrales para caracterizar la constricción transversal debida al espesor. Cuando se estudian por separado, estas integrales no son independientes del camino y reflejan los efectos de los campos tridimensionales de diferente modo. Su comportamiento a lo largo de la distancia r en dirección normal al frente de grieta se ve influido por la presencia o ausencia de la constricción transversal. También se investiga la relación de J_{x_1}, J_{P} y J_{A} con los estados 2D de tensión y deformación plana.

En este estudio se analiza el caso de una placa de espesor constante cargada en modo I. Esta geometría es importante ya que muchas probetas empleadas para la caracterización de la tenacidad a la fractura se basan precisamente en esta configuración (p.ej. la probeta compacta CT).

2. CÁLCULO DE $J(s)$ EN 3D MEDIANTE LA INTEGRAL J_{x_1}

En problemas de fractura 3D, es habitual calcular el valor puntual de J a lo largo del frente de grieta. Este valor puntual se denota por $J(s)$, donde s es una coordenada paramétrica que define la posición a lo largo del frente (Fig. 1).

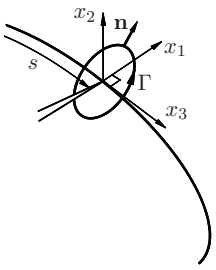


Figura 1: Sistema de coordenadas local con origen en un punto s del frente de grieta.

La integral J_{x_1} es una de las alternativas disponibles [3] para el cálculo de $J(s)$ y su deducción detallada se puede encontrar en [4]. Se define como la combinación de una integral de línea y una integral de área (ver p.ej. [4, 5]):

$$J_{x_1} = J_{\mathrm{P}} + J_{\mathrm{A}} \tag{1}$$

donde las integrales J_{P} y J_{A} son integrales de línea y área, respectivamente:

$$J_{\mathrm{P}} = \int_{\Gamma} \left(W\delta_{1i} - \sigma_{ij}\frac{\partial u_j}{\partial x_1} \right) n_i \mathrm{d}\Gamma \tag{2}$$

$$J_{\mathrm{A}} = -\int_{A(\Gamma)} \frac{\partial}{\partial x_3}\left(\sigma_{i3}\frac{\partial u_i}{\partial x_1} \right) \mathrm{d}A. \tag{3}$$

y donde $i, j = 1, 2, 3$ y $A(\Gamma)$ es el área plana encerrada por el contorno Γ mostrado en la Fig. 1. En este trabajo estamos interesados en el comportamiento de las integrales de línea y área que aparecen en (1) consideradas separadamente.

Se puede demostrar que la integral J_{x_1} es independiente del camino-área tomados [4], siempre que el camino Γ esté contenido en el plano $x_1 - x_2$, es decir, sea normal al frente de grieta y, por tanto, $n_3 = 0$. Por otro lado, es evidente que $J_{\mathrm{A}} = 0$ en las condiciones 2D de tensión y deformación plana. En el caso más general de un problema 3D, se puede demostrar que J_{x_1} es equivalente a evaluar la integral de línea (2) para un contorno infinitamente cercano al frente. Esto es debido a que J_{A} se anula cuando $\Gamma \to 0$, puesto que el área de integración $A(\Gamma)$ se reduce a 0 y el integrando en J_{A} es no singular [5].

3. EVALUACIÓN NUMÉRICA DE J_{x_1}

Los análisis realizados estudian placas con diferentes espesores B y con frente de grieta recto. Dado que sólo se considera modo I, únicamente se analiza la mitad del modelo (ver Fig. 2). Todas las placas tienen las mismas dimensiones en el plano: $W = 50\,\mathrm{mm}$ (ancho) y $H = W$ (alto). La longitud de grieta es $a = W/2$ y se han considerado siete espesores $B = \{0{,}1, 1, 5, 10, 20, 50, 200\}\,\mathrm{mm}$ con el fin de estudiar el efecto de la relación a/B.

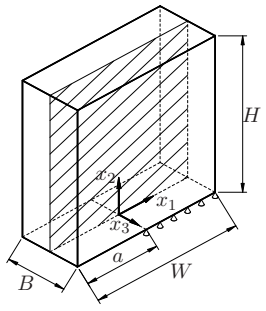


Figura 2: Modelo geométrico de una placa agrietada.

El comportamiento del material se supone elástico lineal, isótropo y homogéneo, con $E = 207\,\mathrm{GPa}$ y $\nu = 0{,}3$. En todos los casos se aplica una tensión uniforme $\sigma_{22} = 1\,\mathrm{MPa}$ en la cara superior de la placa. Con el fin de llevar a cabo integraciones en puntos de Gauss situados exactamente en el plano medio, se ha modelado la totalidad del espesor B.

La Fig. 3 muestra un detalle de deformada de la discretización de elementos finitos para el caso $B = 1\,\mathrm{mm}$. Se han usado elementos isoparamétricos de 20 nodos, con $3 \times 3 \times 3$ puntos de integración. El número total de elementos y nodos es 59400 y 252633, respectivamente. Con el fin de evaluar el comportamiento de J_{x_1}, J_{P} y J_{A} en la dirección radial, se definió una secuencia de 32 caminos Γ rodeando el frente. Estos caminos están contenidos en el plano medio $x_3 = 0$ y pasan a través de nodos de centro de lado. El primer camino incluye únicamente los dos elementos junto al frente y el resto se define añadiendo anillos de elementos sucesivamente.

Como se observa en (3), la evaluación de J_{A} implica el cálculo de las derivadas espaciales de los campos de tensiones σ_{i3} y de deformaciones del tipo $\partial u_i/\partial x_1$. Se han

ajustado polinomios locales de orden 2 (hipersuperficies) a los valores de EF disponibles en los 27 puntos de integración de cada elemento. Se ha calculado explícitamente la derivada de este polinomio de ajuste para cada magnitud y se ha evaluado en los nueve puntos de integración contenidos en el plano medio. Análogamente, se ha calculado el integrando de J_{P} en seis puntos de integración a lo largo de los lados atravesados por Γ, aprovechando para ello los valores de los polinomios ajustados a estos puntos tras promediar con los elementos vecinos.

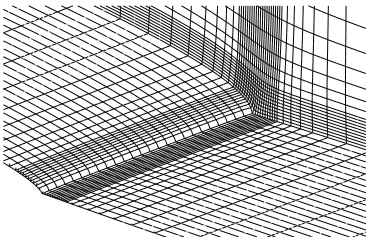


Figura 3: Detalle de la discretización de EF. $B = 1\,\mathrm{mm}$.

4. RESULTADOS NUMÉRICOS

4.1. *Cálculo de J_{x_1}*

Todos los análisis de EF han sido realizados con el código comercial Abaqus™ v. 6.7. Los cálculos para el postproceso de J_{x_1} han sido realizados independientemente a partir de la lectura del fichero de resultados de Abaqus. La Fig. 4 muestra el cálculo de J_{x_1}, J_{P} y J_{A} para los 32 caminos tomados que comienzan en diferentes x_1, para la placa de espesor 10 mm. Todos los resultados corresponden a la posición del plano medio ($x_3 = 0$). Se pueden observar las siguientes características: (a) se confirma la independencia de línea-área de J_{x_1}; (b) cuando $x_1 \to 0$, J_{P} converge a J_{x_1} y, equivalentemente, J_{A} tiende a 0; (c) J_{P} contribuye a J_{x_1} en una proporción mucho mayor que la integral de área (aproximadamente un 95 % en este ejemplo); (d) J_{P} decrece y J_{A} aumenta con la distancia x_1 en una región próxima al frente de grieta y tiende a estabilizarse a partir de una cierta distancia.

La estabilización se produce porque se alcanzan campos elásticos que aproximadamente se pueden considerar bidimensionales. Más concretamente, se alcanza una condición de tensión plana a partir de una cierta distancia. Esto significa que anillos de elementos que se incluyan en la integral de área no contribuyen a J_{A}, por lo que esta integral es constante una vez se alcanza el estado de tensión plana. Dado que J_{x_1} es invariante, esto implica que J_{P} pasa a ser independiente del camino y, de hecho, J_{P} se reduce a la clásica integral J en 2D. En otras palabras, la estabilización de J_{A} y J_{P} indica que los efectos tridimensionales son despreciables a partir de cierta distancia desde el frente.

Desde un punto de vista numérico, los primeros dos caminos dan los peores resultados para la integral de línea J_{P}, ya que se calculan con los dos primeros anillos de elementos, donde la solución de EF tiene el mayor error de discretización. Por el contrario, J_{A} proporciona resultados más consistentes, incluso para estos dos primeros anillos, ya que la integración sobre dominios es siempre más adecuada a la formulación de EF.

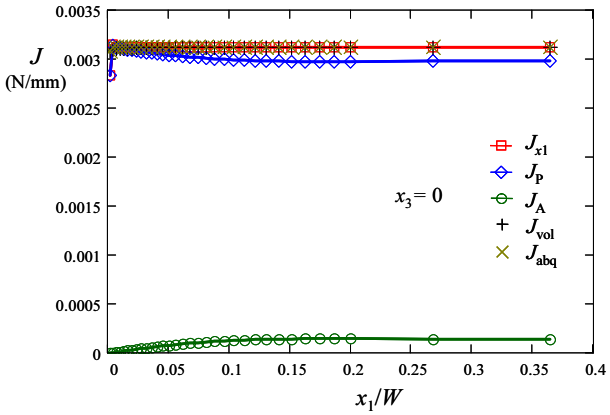


Figura 4: Cálculo de J_{x_1}, J_{P} y J_{A} para 32 caminos. Evaluación en el plano medio $x_3 = 0$, caso $B = 10\,\mathrm{mm}$.

La Fig. 4 también muestra una comparación de J_{x_1} con el valor de J_{vol} obtenido por aplicación del método de la integral de dominio equivalente EDI. En este caso, la integración se realiza sobre los mismos anillos de elementos, incluyendo los 27 puntos de integración por elemento. Además se incluyen los resultados proporcionados por Abaqus para el cálculo de $J(s)$ a partir de las rutinas incorporadas que calculan la integral de dominio equivalente, denotados como J_{abq}. Como es de esperar, se observa que J_{x_1}, J_{vol} y J_{abq} proporcionan los mismos resultados.

4.2. *J_{x_1} para varios espesores*

Como referencia, se llevaron a cabo análisis de EF 2D para una placa con las mismas dimensiones en el plano $x_1 - x_2$ bajo condiciones de tensión y deformación plana. En este trabajo, los valores de J para las condiciones de tensión y deformación plana en 2D se denotan como $J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\sigma}$ y $J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\varepsilon}$, respectivamente. En un problema 2D, es bien conocido que K_{I} es independiente de las propiedades elásticas del material E, ν, siempre que las cargas en caras de grieta sean autoequilibradas o nulas [6] y en ausencia de fuerzas por unidad de volumen. En este caso, la tasa de liberación de energía $G \equiv J$ para las situaciones de tensión y deformación plana difiere únicamente en el factor $(1 - \nu^2)$, ya que

$$K_{\mathrm{I}} = \sqrt{JE'} \tag{4}$$

con $E' = E$ para tensión plana y $E' = E/(1 - \nu^2)$ para deformación plana. Por tanto,

$$J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\varepsilon} = (1 - \nu^2) J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\sigma} \tag{5}$$

que en el caso de $\nu = 0{,}3$ supone que $J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\varepsilon} = 0{,}91 J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\sigma}$. Para las dimensiones y cargas de nuestro modelo, se obtuvo $J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\sigma} = 0{,}0030267\,\mathrm{N/mm}$ y $J_{\mathrm{2D}}^{\mathrm{p}\varepsilon} = 0{,}0027543\,\mathrm{N/mm}$, confirmando la Ec. 5.

Volviendo de nuevo a los modelos 3D, la Fig. 5 muestra los valores de J_{x_1} en el plano medio para los siete espesores analizados. Los resultados son adimensionalizados respecto a $J_{2D}^{p\sigma}$, mostrando la esperada independencia del camino en todos los casos.

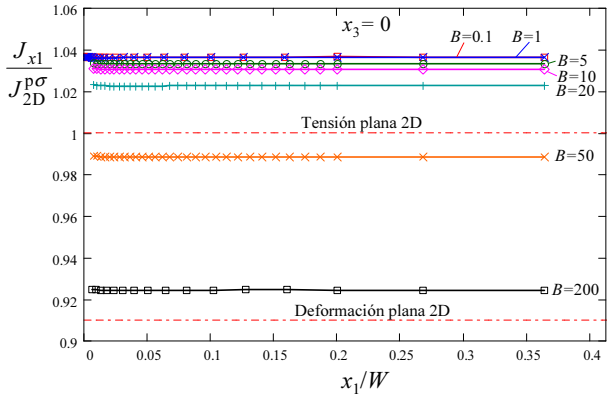


Figura 5: J_{x_1} en el plano medio para placas de siete espesores B, adimensionalizada por $J_{2D}^{p\sigma}$.

Se puede observar que el valor de J_{x_1} en el plano medio, además de ser independiente del camino, es menor cuanto mayor es el espesor. Para placas muy delgadas, J_{x_1} tiende a converger a un valor que es un 3.6 % mayor que en tensión plana $J_{2D}^{p\sigma}$. Esto indica que un análisis bidimensional en tensión plana no puede modelar el verdadero comportamiento de una placa agrietada en 3D. Esto es debido a que el estado de tensión plana 2D ignora la tensión σ_{33}, que es singular en las proximidades del frente para puntos suficientemente alejados de la superficie libre [6, 7]. Por el contrario, J_{x_1} para grandes espesores tiende a converger al valor de deformación plana $J_{2D}^{p\varepsilon}$, que es el menor de los posibles.

Para una placa muy delgada, Nakamura y Parks [7] calcularon el valor hipotético del FIT a partir del campo lejano supuesto en tensión plana como $K^{\text{far}} = \sqrt{J_{2D}^{p\sigma} E}$ y por otro lado el valor local del FIT como $K^{\text{local}} = \sqrt{J^{\text{local}} E/(1-\nu^2)}$, donde J^{local} es equivalente a $J_{x_1}|_{B\to 0}$. Obtuvieron la relación $K^{\text{local}}/K^{\text{far}} = 1{,}067$. Por tanto, suponiendo $\nu = 0{,}3$, para placas muy delgadas se puede escribir:

$$\frac{J_{x_1}|_{B\to 0}}{J_{2D}^{p\sigma}} \approx (1-\nu^2)(1{,}067)^2 = 1{,}036, \qquad (6)$$

que coincide con la relación obtenida en nuestros cálculos, mientras que para placas muy gruesas

$$\frac{J_{x_1}|_{B\to \infty}}{J_{2D}^{p\sigma}} = \frac{J_{2D}^{p\varepsilon}}{J_{2D}^{p\sigma}} = (1-\nu^2) = 0{,}91. \qquad (7)$$

Por tanto, la relación entre el valor máximo y mínimo posible de J_{x_1} es aproximadamente 14 %:

$$\frac{J_{x_1}|_{B\to 0}}{J_{x_1}|_{B\to \infty}} = \frac{J_{x_1}|_{B\to 0}}{J_{2D}^{p\varepsilon}} \approx (1{,}067)^2 = 1{,}139. \qquad (8)$$

Es importante señalar que $J_{2D}^{p\varepsilon}$ coincide con J_{x_1} para un análisis 3D de cualquiera de las placas cuando se restringe el desplazamiento transversal u_3 en las caras laterales $x_3 = -B/2$ y $x_3 = +B/2$. Sin embargo, no es posible reproducir la condición de tensión plana ni el valor de $J_{2D}^{p\sigma}$ a partir de un modelo 3D.

La razón última por la que J_{x_1} en el plano medio varía para diferentes espesores es el efecto de la proximidad relativa de los contornos de la geometría al frente de grieta. Los efectos tridimensionales dependen de las relaciones a/B, W/B y H/B, mientras que en una placa 2D, el factor geométrico C utilizado en $K_{\text{I}} = C_{2D}\,\sigma\sqrt{\pi a}$ tan sólo depende de las dimensiones en el plano de la placa, $C_{2D}(\frac{a}{W}, \frac{a}{H})$. En otras palabras, sería más apropiado definir un factor geométrico tridimensional para la ecuación $K_{\text{I}} = C_{3D}\,\sigma\sqrt{\pi a}$ de forma que recogiera las siguientes dependencias $C_{3D}(\frac{a}{W}, \frac{a}{H}, \frac{a}{B}, x_3, \nu)$. La no consideración de dicho factor C_{3D} es lo que conduce a la variación de J_{x_1} en nuestros análisis (y correspondientemente de K_{I}), ya que B es el único parámetro que varía, manteniéndose la carga constante. La relación 1,139 en (8) es una consecuencia de este efecto para la geometría particular analizada en el caso $\nu = 0{,}3$.

4.3. J_{P} *para varios espesores*

La Fig. 6 muestra los valores de J_{P} en el plano medio para los siete espesores. Obsérvese que, para cada B, J_{P} es adimensionalizada por su correspondiente J_{x_1} dada en la Fig. 5. De este modo, si se representaran todos los valores de J_{x_1} serían 1, y por tanto todas las curvas de J_{P} convergen a 1 cuando el radio del camino Γ tiende a 0.

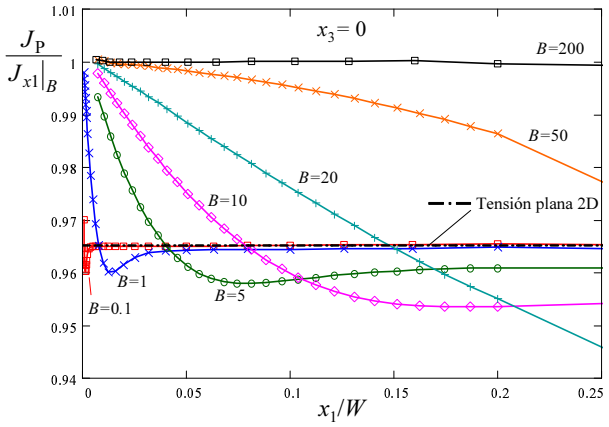


Figura 6: J_{P} en el plano medio para los siete espesores B, adimensionalizada por su correspondiente J_{x_1} de cada B.

Para valores de B muy pequeños, se observa que J_{P} decrece muy rápidamente con x_1 hasta un mínimo y posteriormente tiende a estabilizarse hacia un valor constante. Para espesores mayores, el mínimo se alcanza a mayor distancia del frente de grieta. Para B elevados, el mínimo no llega a alcanzarse dentro del ancho de la placa W o, de otro modo, la placa no es suficientemente ancha como para observar este comportamiento. En el límite, cuando $B \to \infty$, el mínimo ocurre cuando $x_1 \to \infty$. En este caso, J_{P} no llega a decrecer con x_1 y por tanto se cumple

que $J_{\mathrm{P}} = J_{x_1}$ y $J_{\mathrm{A}} = 0$. Esta última situación se corresponde con un verdadero estado de deformación plana.

En este estudio, el valor estabilizado de J_{P} se designa como J^*_{P}. Como se comenta en la Sección 4.1, esta estabilización indica que se ha alcanzado un estado de tensiones bidimensional y que los efectos de constricción son entonces despreciables. Se define el radio de constricción r_c como la distancia a la que ocurre el mínimo de J_{P}. Por tanto, $J_{\mathrm{P}} = J^*_{\mathrm{P}}$ para $x_1 \gtrsim r_c$. Es interesante señalar que, para placas muy delgadas, J^*_{P} se aproxima al valor de tensión plana $J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$ (en la Fig. 6 $J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$ se ha adimensionalizado por el mismo valor que $J_{x_1}|_B$ para el espesor B más pequeño). Por tanto,

$$J^*_{\mathrm{P}}|_{B\to 0} = J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}} \tag{9}$$

Esto confirma que para distancias suficientemente alejadas del frente de grieta (esto es, para $x_1 \gtrsim r_c$), el efecto de la constricción debida al espesor desaparece. Para placas muy delgadas (o más exactamente, para placas con una relación a/B elevada) la región de constricción es muy pequeña, pero su efecto en el frente de grieta no puede ser despreciado, dado que $J_{x_1} \neq J^*_{\mathrm{P}} = J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$.

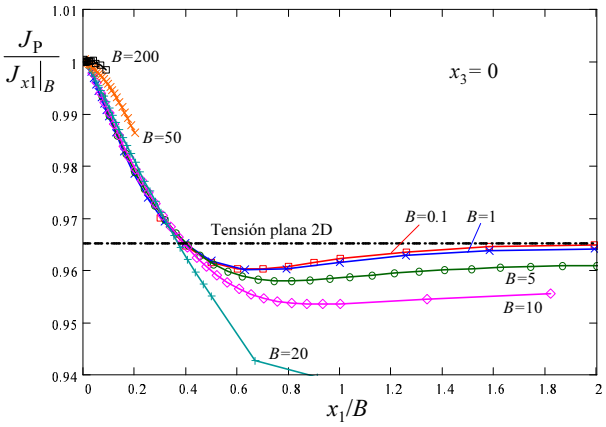


Figura 7: Mismos valores de $J_{\mathrm{P}}/J_{x_1}|_B$ mostrados en la Fig. 6. La dirección x_1 se ha adimensionalizado por B.

La Fig. 7 representa los valores de $J_{\mathrm{P}}/J_{x_1}|_B$ frente a la coordenada x_1 adimensionalizada ahora para cada espesor B. Esto permite observar que las distancias de transición r_c/B ocurren para valores x_1/B entre 0.6 y 1.0.

4.4. *Variación de J_{x_1} a través del espesor y relación con J^*_{P}*

Se ha calculado también el valor puntual $J_{x_1}(s)$ a lo largo del frente de grieta. Se han tomado 51 posiciones de cálculo, correspondientes a los nodos del frente de grieta (incluyendo los nodos de centro de lado). J_{x_1} se calculó a través de la integral de dominio equivalente J_{vol}. Los resultados se obtuvieron para un volumen delimitado por un contorno $x_1/W \approx 0{,}1$ y se muestran en la Fig. 8. En la práctica, otros dominios proporcionan los mismos valores debido a la independencia del dominio utilizado.

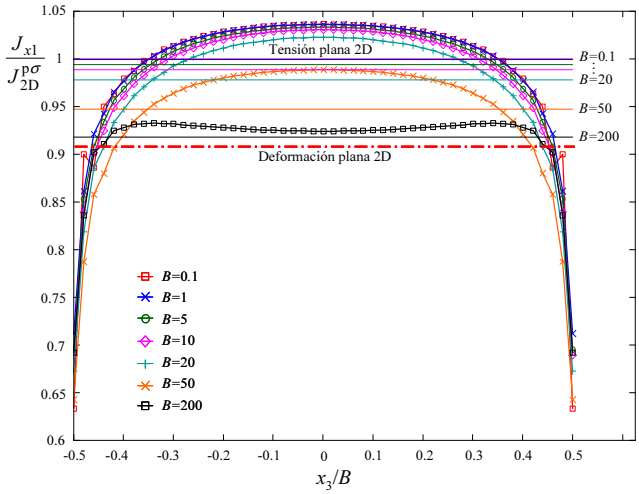


Figura 8: Variación de J_{x_1} a través del espesor (adimensionalizada por $J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$). Las líneas horizontales corresponden al promedio de J_{x_1} a través del espesor para cada B.

Como es bien conocido, $J_{x_1}(s)$ varía a través del espesor para todos los B. Los valores en $x_3/B = 0$ (plano medio) coinciden con los mostrados en la Fig. 5. Se indican también los valores $J^{\mathrm{p}\varepsilon}_{\mathrm{2D}}$ y $J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$ y todos los valores se adimensionalizan respecto a $J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$. Obsérvese que J_{x_1} alcanza el valor máximo en el plano medio $x_3 = 0$, excepto para el caso $B = 200\,\mathrm{mm}$.

Se observa que las curvas muestran muy poca variación siempre que el espesor no sea grande comparado con el resto de dimensiones. Cuando $B \to 0$, las curvas convergen a una única curva, que exhibe el valor máximo de J_{x_1}. Cuando $B \to \infty$, el valor máximo de J_{x_1} decrece y tiende a converger al valor $J^{\mathrm{p}\varepsilon}_{\mathrm{2D}}$. Cerca de las superficies libres, J_{x_1} varía de forma similar para todo B.

Utilizando la regla de integración compuesta de Simpson, se ha integrado el área por debajo de las curvas, obteniendo el valor de J_{x_1} promediado en el espesor, designado $\overline{J}_{x_1}$. Obsérvese que para $B \to \infty$ y suficientemente lejos de las superficies libres, J_{x_1} se aproxima tanto a su promedio como al valor de deformación plana $J^{\mathrm{p}\varepsilon}_{\mathrm{2D}}$ gracias al cambio en la forma en que se distribuye a lo largo del frente. Para placas delgadas, resulta muy interesante observar que el valor promedio coincide en la práctica con $J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$. Esta puntualización ya fue realizada por Nakamura y Parks [7], quienes sólo analizaron una placa muy delgada. Dado que $J^*_{\mathrm{P}}|_{B\to 0} = J^{\mathrm{p}\sigma}_{\mathrm{2D}}$, como ya se ha comentado, ver (9), se puede concluir que $J^*_{\mathrm{P}}|_{B\to 0} = \overline{J}_{x_1}|_{B\to 0}$.

Como consecuencia, parece razonable suponer que, para cualquier B, J^*_{P} corresponde al valor promedio de la distribución de J_{x_1} asociada. Esto queda verificado en la Fig. 9 y proporciona un sentido físico al valor estabilizado J^*_{P} para todos los espesores. La gráfica de la izquierda en la Fig. 9 es un detalle de la Fig. 8, en el que los casos $B = 50\,\mathrm{mm}$ y $B = 200\,\mathrm{mm}$ no se han representado. La gráfica de la derecha da el valor J_{P} para el plano medio. Se observa que para todos los B, J^*_{P} tiende asintóti-

camente a $\overline{J}_{x_1}$ para puntos suficientemente alejados del frente, y que J_{P} converge a su correspondiente J_{x_1} cuando $x_1 \to 0$, como era de esperar.

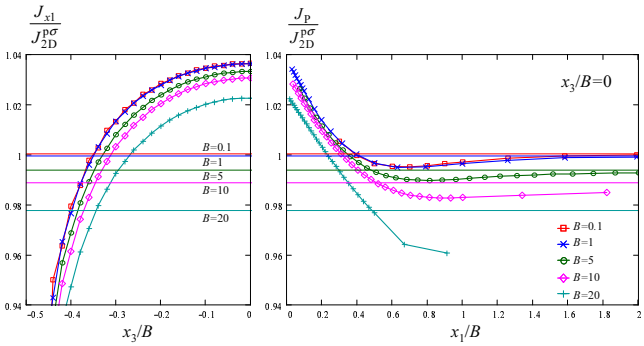


Figura 9: Variación de J_{x_1} a través del espesor (izda.) y valores de J_{P} frente a la distancia x_1 (dcha.), adimensionalizados por $J_{2\mathrm{D}}^{p\sigma}$. Las líneas horizontales corresponden al promedio de $\overline{J}_{x_1}$ en el espesor para cada B.

5. CONCLUSIONES

1. Se ha verificado numéricamente que la integral $J_{x_1} = J_{\mathrm{P}} + J_{\mathrm{A}}$ es independiente del camino-área para placas de diferentes espesores. Sin embargo, sus componentes J_{P} y J_{A} varían en la región donde existe constricción transversal, esto es, donde los campos de tensiones son 3D y no coinciden con los campos de tensión plana ni de deformación plana 2D. Sólo si la relación entre el ancho y el espesor es elevada, se alcanza un estado de tensiones 2D de tensión plana para puntos suficientemente alejados de la zona de constricción. Esto queda indicado por la estabilización de J_{P} y J_{A} con la distancia radial.

2. Las componentes J_{P} y J_{A} ayudan a caracterizar los resultados de los análisis 3D. La integral de línea J_{P} está fundamentalmente relacionada con los campos elásticos en el plano. La integral de área J_{A} esencialmente refleja la contribución de los campos elásticos transversales.

3. En una placa de espesor finito, la zona de constricción coincide con la región donde J_{P} y J_{A} varían. Dado que J_{A} está relacionada con el grado de constricción, presumiblemente se podría establecer un criterio de fallo basado en J_{x_1}, J_{P} y J_{A}.

4. Se ha verificado numéricamente que J_{P}^{*} (valor estabilizado de J_{P}) coincide con $\overline{J}_{x_1}$ (promedio de $J_{x_1}(s)$ a través del espesor). En particular, para placas muy delgadas, $J_{\mathrm{P}}^{*} \equiv \overline{J}_{x_1}$ y ambas coinciden con el valor de tensión plana $J_{2\mathrm{D}}^{p\sigma}$, cuyo sentido físico queda cuestionado.

5. Para una posición del frente de grieta, J_{x_1} varía con B manteniendo la misma carga aplicada. En particular, en el plano medio, el valor máximo de J_{x_1} se alcanza para placas muy delgadas ($J_{x_1}|_{B\to 0}$) y el mínimo corresponde a un caso de espesor infinito ($J_{x_1}|_{B\to\infty} = J_{2\mathrm{D}}^{p\varepsilon}$). Las diferencias son debidas a la proximidad relativa de los contornos de la geometría al frente. Ello indica que el espesor B junto con ν deberían ser considerados en un hipotético factor geométrico para problemas 3D de la forma $C_{3\mathrm{D}}(\frac{a}{W}, \frac{a}{H}, \frac{a}{B}, x_3, \nu)$ para calcular el FIT como $K_{\mathrm{I}} = C_{3\mathrm{D}}\sigma\sqrt{\pi a}$ en frente de grieta recto.

6. La consideración de un módulo de Young efectivo E' que, en principio, permite relacionar de forma simple el valor de $J(s)$ y K_{I} para distintos grados de constricción, no es conceptualmente correcta para evaluar la constricción junto al frente. En su lugar, J_{x_1}, J_{P} y J_{A} suministran la información necesaria para describir tanto la extensión como la magnitud de dicha constricción transversal.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación por la financiación recibida a través de los proyectos DPI2007-66995-C03-02 y DPI2007-66903-C02-01, así como a la FICYT, proyecto IB08-171.

REFERENCIAS

[1] Fernández-Canteli, A., Castillo, E., Fernández-Zúñiga, D. Lateral constraint index to assess the influence of specimen thickness. 16th ECF. Alexandropoulis, Grecia, 2006.

[2] Fernández-Zúñiga, D., Fernández-Sáez, J., Fernández-Canteli, A. Sobre la tensión T y su relación con el análisis de pérdida de constricción. Anales de Mecánica de la Fractura **25**(2):522–529, 2008.

[3] Omer, N., Yosibash, Z. On the path independency of the point-wise J integral in three-dimensions. *Int J Fracture* **136**:1–36, 2005.

[4] Rigby, R.H., Aliabadi, M.H. Decomposition of the mixed-mode J-integral–Revisited. *Int J Solids Struct* **35**(17):2073–2099, 1998.

[5] Dodds, R.H. Jr., Read, D.T. Experimental and numerical studies of the J-integral for a surface flaw. *Int J Fracture* **43**:47–67, 1990.

[6] Sih, G.C. A review of the three-dimensional stress problem for a cracked plate. *Int J Fracture Mech* **7**(1):39–61, 1971.

[7] Nakamura, T., Parks, D.M. Three-dimensional stress field near the crack front of a thin elastic plate. *J Applied Mech* **55**:805–813, 1988.

[8] Nakamura, T., Parks, D.M. Determination of elastic T-stress along three-dimensional crack fronts using an interaction integral. *Int J Solids Struct* **13**:1597–1611, 1992.

ECUACIONES DE FLUJO PLÁSTICO PARA EL MÉTODO DE LAS DEFORMACIONES LOCALES CON CARGA MULTIAXIAL

A. Navarro y C. Madrigal

Dpto. Ing. Mecánica y de los Materiales. Escuela Superior de Ingenieros. Universidad de Sevilla.
Avda. Camino de los Descubrimientos, s/n. 41092. Sevilla.
E-mails: navarro@us.es, cmadrigal@us.es

RESUMEN

Un intento de extender al caso multiaxial conceptos como el de Curva de Comportamiento Cíclico, ecuación de Ramberg-Osgood, regla de Neuber y efecto de memoria, usados habitualmente en los cálculos de vida a fatiga a bajo número de ciclos mediante los métodos de Deformaciones Locales, ha conducido a una reformulación de muchos de los conceptos de la teoría clásica de plasticidad. Se presenta aquí la obtención de las ecuaciones de flujo plástico partiendo de la idea de distancia en el espacio de tensiones. Se dota a este espacio de una forma cuadrática cuya estructura debe quedar reflejada en el criterio de plastificación. Se muestra cómo consideraciones sobre la isotropía inicial del material y sobre el hecho de que las tensiones hidrostáticas no influyen en la plastificación determinan la forma más sencilla posible de la métrica del espacio, obteniéndose, de hecho, el criterio de plastificación de von Mises. El uso de la hipótesis de endurecimiento por deformación lleva de forma natural a la regla normal de flujo y a la obtención de una relación lineal entre el incremento de deformación plástica y el incremento de tensión.

ABSTRACT

In an effort to write down the equations of plasticity in a form that lends itself easily the generalization to the multiaxial case the intuitive methods based on hysteresis loops, Ramberg-Osgood equations, Neuber rule, etc., used in low cycle fatigue calculations, we have been forced to re-cast the concepts of classical plasticity in a new light. This paper derives the equations of classical plasticity theory from the idea of distance between stress points. We propose that the stress space is endowed with a quadratic metric whose structure is embedded in the yield criterion. Considerations of initial isotropy of the material and of the null influence of hydrostatic stress upon yielding leads to the obtention of the simplest metric which is associated with the von Mises yield criterion. The use of the strain-hardening hypothesis leads in natural way to a normal flow rule and this establishes a linear relationship between the plastic strain increment and the stress increment.

PALABRAS CLAVE: Plasticidad cíclica, Distancia en el espacio de tensiones, Endurecimiento fuera de fase, Fatiga multiaxial

1 INTRODUCCIÓN

El Método de las Deformaciones Locales [1] se usa de forma rutinaria hoy en día para calcular vidas a fatiga en el régimen de bajo número de ciclos. Se ha incorporado a paquetes comerciales de software [2, 3] y se describe en los libros de texto de fatiga [4, 5]. El uso de la curva ε-N para obtener la vida y de la Curva de Comportamiento Cíclico, los ciclos de histéresis, la regla de Neuber y el efecto de memoria para la simulación del comportamiento local tensión-deformación en la entalla cuando la carga es monoaxial se explica en los cursos de fatiga que se imparten en nuestras Escuelas de Ingenieros. La teoría de plasticidad que presentamos aquí pretende generalizar algunas de esas ideas al caso multiaxial. Para ello es necesario, desde nuestro punto de vista, adaptar, por así decirlo, las ecuaciones clásicas de plasticidad, de forma que también en el caso multiaxial se pueda trabajar con algo equivalente a ciclos de histéresis y efecto de memoria. Nuestro intento de hacer esto nos ha conducido, sin embargo, a una reformulación de muchos de los conceptos clásicos. Podríamos decir que se ha desarrollado una presentación no estandard de la teoría de plasticidad que ha llevado a la introducción de una nueva regla de endurecimiento cinemático, totalmente diferente de las usadas actualmente (aunque esta regla cinemática no se describe en el presente trabajo por falta de espacio). La teoría que presentamos no usa superficies de fluencia que se mueven en el espacio de tensiones, ingrediente habitual en las teorías de plasticidad cíclica actuales, como la de las superficies anidadas de Mroz [6]. Se basa en un concepto de distancia definida en el espacio de tensiones equipado con una métrica que es directamente medible a partir del criterio de plastificación.

2 TEORÍA

Como es bien sabido, para definir un modelo constitutivo que describa el comportamiento elasto-plástico de un sólido son necesarios un criterio de fluencia, una condición de endurecimiento y una regla de flujo. En el método de las Deformaciones Locales se utiliza, además, el efecto de memoria para cerrar los ciclos de histéresis y retomar los caminos de deformación previos al calcular la respuesta del componente ante cargas cíclicas con variación irregular.

2.1 Criterio de Plastificación

El concepto de criterio de plastificación sirve para generalizar al caso multiaxial la idea de límite elástico. La superficie de fluencia es el lugar geométrico de los puntos (en el espacio de tensiones) en que se considera que el material empezaría a plastificar si se llegara a ellos en el proceso de carga. El criterio de fluencia determina la forma de la superficie de fluencia. Los dos más usados son el de von Mises y el de Tresca. En general se escribirá

$$f(\boldsymbol{\sigma}) = k \tag{1}$$

donde k es un valor característico del material cuyo valor puede evolucionar en función del endurecimiento acumulado en el proceso de deformación plástica.Y donde $f(\boldsymbol{\sigma})$ sería el invariante cuadrático del tensor desviador de tensiones, en el caso de von Mises, o la tensión tangencial máxima en el caso de Tresca.

Es posible demostrar [7] que ambos criterios equivalen a establecer que la norma del vector cuyas componentes son las tensiones tangenciales principales debe alcanzar un cierto valor característico para que se produzca la plastificación. Se obtiene el criterio de von Mises cuando se utiliza la norma euclidiana de dicho vector ($\|\boldsymbol{t}\|_2 = \sqrt{\left(\sum_{j=1}^{n} |t_j|^2\right)}$), mientras que el criterio de Tresca aparece cuando se utiliza la norma del máximo ($\|\boldsymbol{t}\|_\infty = \max_j |t_j|$). Esto sugiere pensar en términos de distancia en el espacio de tensiones y surge simplemente la idea de que se produce la plastificación cuando el módulo del vector tensión (en el espacio de nueve dimensiones, tantas como componentes tiene el tensor) alcanza un cierto valor característico. Se trata, pues, de utilizar una idea generalizada de distancia en el espacio de tensiones y se introduce, por tanto, una métrica, de modo que el módulo del vector tensión $\boldsymbol{\sigma}$ viene dado por

$$Q^2 = |\boldsymbol{\sigma}|^2 = g_{ij}\sigma^i\sigma^j \tag{2}$$

donde se usa el convenio de suma de Einstein, g_{ij} son las componentes del tensor métrico del espacio y σ^i las componentes (contravariantes) del vector tension $\boldsymbol{\sigma}$. Nótese que al no ser, en general, g_{ij} el tensor identidad hay que distinguir entre componentes contravariantes y covariantes [8]. El vector tensión $\boldsymbol{\sigma}$ es simplemente el tensor de tensiones pero escrito en forma de columna, utilizando, por ejemplo, el siguiente convenio de ordenación de componentes

$$\begin{array}{ll} 1-\sigma_{11} & 2-\sigma_{22} \quad 3-\sigma_{33} \\ 4-\tau_{12} & 5-\tau_{21} \\ 6-\tau_{13} & 7-\tau_{31} \\ 8-\tau_{23} & 9-\tau_{32} \end{array} \tag{3}$$

De acuerdo con lo anterior, el criterio de plastificación se escribiría

$$Q = |\boldsymbol{\sigma}| = \sqrt{g_{ij}\sigma^i\sigma^j} = k \tag{4}$$

de modo que los coeficientes de la métrica podrían en principio determinarse a partir de experimentos que permitieran obtener la forma de la superficie de fluencia. De todas formas, en los casos más simples de comportamiento, la estructura de la métrica puede obtenerse mediante consideraciones físicas muy simples. Por ejemplo, si se supone que el material es inicialmente isótropo, sabemos que el Teorema de Representación de funciones tensoriales lineales isótropas [9] establece que de las 81 constantes g_{ij} sólo hay dos distintas de cero y además el tensor tiene la siguiente estructura

$$[g_{ij}] = \begin{bmatrix} 2\mu{+}\kappa & \kappa & \kappa & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ \kappa & 2\mu{+}\kappa & \kappa & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ \kappa & \kappa & 2\mu{+}\kappa & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2\mu & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu \end{bmatrix} \tag{5}$$

Por otra parte, puesto que las tensiones hidrostáticas no contribuyen a la plastificación, en el presente contexto cualquier segmento en la dirección hidróstatica debe tener longitud cero, o, lo que es lo mismo, dos tensores tensión que sólo difieren en la parte hidróstatica deben "medir" lo mismo. Esto implica la siguiente relación entre las dos constantes κ y μ

$$\kappa = -\frac{2}{3}\,\mu \tag{6}$$

Se puede demostrar que esa relación implica que el tensor g_{ij} es singular. Lo que implica que siempre se pueden calcular las componentes covariantes a partir de las contravariantes, por el proceso usual de "bajar un índice" [8]

$$\sigma_i = g_{ij}\sigma^j \tag{7}$$

pero el camino inverso, obtener las componentes contravariantes a partir de las covariantes, no se puede realizar

de forma automática, pues la ecuación anterior no se puede invertir al ser g_{ij} singular. El sentido físico de esto se verá un poco más abajo.

Puede comprobarse que si se toma el valor de $\mu = \frac{1}{2}$ se verifica lo siguiente

- El criterio de plastificación dado por la ecuación (4) es exactamente el criterio de von Mises
- Las componentes covariantes del tensor de tensiones son las componentes del tensor desviador
- El módulo de un vector del espacio expresado en términos de sus coordenadas covariantes coincide con la expresión de la norma euclidiana usual

2.2 Regla de Endurecimiento

La regla de endurecimiento describe en general cómo se modifica la superficie de fluencia conforme aumenta la deformación plástica. La forma más sencilla en la que la superficie de plastificación puede variar es simplemente aumentar su tamaño, sin cambiar de forma. En este caso se habla de endurecimiento isótropo y en la ecuación (1) la variable k sería función de algún parámetro que mida la deformación plástica acumulada. Normalmente se utiliza como medida de la deformación plástica acumulada la longitud de la trayectoria de deformación plástica [10]. Al ver la regla de flujo un poco más adelante se establecerá que las componentes de la deformación plástica con las que se trabaja usualmente corresponden, en el contexto descrito aquí, a componentes de tipo covariante. Es fácil ver que esto es necesario para que el trabajo plástico, obtenido multiplicando por las tensiones, que son componentes contravariantes, sea un invariante. Pero, en cualquier caso, veremos que esto sale directamente de la regla de flujo. Puesto que hemos dicho más arriba que cuando se utilizan componentes covariantes el módulo de un vector se calcula utilizando la expresión de la norma euclidiana, la longitud de la trayectoria de deformación plástica, llamada en la literatura deformación plástica total equivalente [10] se calcularía aquí (nótese, de nuevo, el uso del convenio de la suma) de la siguiente forma

$$\lambda = \int \sqrt{d\varepsilon^p_{ij} d\varepsilon^p_{ij}} \tag{8}$$

donde la integral se toma a lo largo de la trayectoria de deformación. Entonces la regla de endurecimiento se escribe

$$f(\boldsymbol{\sigma}) = k(\lambda) \tag{9}$$

Nosotros utilizamos estas ecuaciones para obtener el módulo del vector incremento de deformación plástica y para introducir lo que llamamos función de endurecimiento, de la siguiente manera. Diferenciando la ecuación (8) se obtiene

$$d\lambda = d\varepsilon^p_{ij} d\varepsilon^p_{ij} = |d\boldsymbol{\varepsilon}^p| \tag{10}$$

Por otra parte, el equivalente en nuestra teoría a la ecuación (9), de acuerdo con lo expuesto en el epígrafe precedente sería

$$Q = |\boldsymbol{\sigma}| = k(\lambda) \tag{11}$$

Puesto que lo anterior define normalmente $Q = |\boldsymbol{\sigma}|$ como una función creciente de λ, existirá la inversa de esa función, que definirá la longitud de la trayectoria plástica como una función del módulo del vector tensión

$$\lambda = k^{-1}(|\boldsymbol{\sigma}|) = k^{-1}(Q) \tag{12}$$

De acuerdo con lo anterior se tendrá

$$d\lambda = |d\boldsymbol{\varepsilon}^p| = \frac{d\lambda}{dQ}\, dQ \tag{13}$$

Llamamos a la función $\lambda(Q)$ *función de endurecimiento* y a su derivada *módulo de endurecimiento* y la representaremos mediante el símbolo $\Phi(Q)$ de manera que el módulo del incremento de deformación plástica vendrá expresado por

$$|d\boldsymbol{\varepsilon}^p| = \Phi(Q)\, dQ \tag{14}$$

Las funciones $\lambda(Q)$ y $\Phi(Q)$ se obtienen muy fácilmente a partir de la curva del ensayo de tracción. Por ejemplo, para un material del tipo Ramberg-Osgood y con el criterio de von Mises la expresión de $\Phi(Q)$ es

$$\Phi(Q) = \frac{1}{n} \left(\sqrt{\frac{3}{2}}\right)^{\frac{1}{n}+1} \left(\frac{Q}{K}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{1}{Q} \tag{15}$$

2.3 Regla de Flujo

La ecuación (14) indica claramente que sólo se producirá un incremento de deformación plástica si se produce un cambio en el módulo del vector tensión. De hecho, puesto que la norma euclidiana con la que se calcula el módulo de $d\boldsymbol{\varepsilon}^p$ es siempre mayor o igual que cero, esta ecuación indica que sólo aquellos procesos de carga que produzcan un aumento del módulo del vector tensión $dQ > 0$ producirán deformación plástica. Por tanto, la deformación plástica que se produce al moverse desde un punto del espacio de tensiones a otro depende exclusivamente de la distancia entre ambos, medida con la métrica introducida más arriba. Es fácil ver que invocar la regla de la normal para identificar la dirección del flujo plástico es la hipótesis más natural, diríamos que prácticamente obligada, aquí también. En efecto, consideremos una hiperesfera centrada en el origen correspondiente a todos los puntos situados a la misma distancia del origen. De acuerdo con todo lo anterior, esa esfera es el lugar geométrico de todos los puntos en que se alcanzaría el mismo estado de endurecimiento. Consideremos un incremento de tensiones $\boldsymbol{d\sigma}$ desde un punto de la citada hiperesfera, y dirigido hacia el exterior a la misma. Es claro que solamente la componente de $\boldsymbol{d\sigma}$ en la dirección $\boldsymbol{n}$ normal a la

esfera provoca incremento de distancia. Resulta natural, por tanto, suponer que la deformación plástica provocada en ese proceso debe ir en la dirección de la normal

$$d\boldsymbol{\varepsilon}^p = |d\boldsymbol{\varepsilon}^p|\boldsymbol{n} \tag{16}$$

y, puesto que el módulo del incremento de deformación plástica viene dado por la ecuación (14), se puede escribir

$$d\boldsymbol{\varepsilon}^p = \Phi(Q)\, dQ\, \boldsymbol{n} \tag{17}$$

donde el vector $\boldsymbol{n}$ se calcula lógicamente mediante el gradiente de la función distancia

$$\boldsymbol{n} = \frac{\boldsymbol{\nabla} Q}{|\boldsymbol{\nabla} Q|} \tag{18}$$

El gradiente de Q es un vector covariante cuyas componentes son las derivadas parciales de Q con respecto a las componentes σ^i.

$$n_i = \frac{\partial Q}{\partial \sigma^i} = \frac{1}{Q}\, g_{ij}\sigma^j = \frac{\sigma_i}{Q} \tag{19}$$

Puede comprobarse fácilmente que $|\boldsymbol{\nabla} Q| = 1$ y, por tanto,

$$dQ = \boldsymbol{\nabla} Q \cdot d\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{n} \cdot d\boldsymbol{\sigma} \tag{20}$$

con lo cual la regla de flujo de la normal se puede escribir de una manera más directa en función de $d\boldsymbol{\sigma}$:

$$d\boldsymbol{\varepsilon}^p = \Phi(Q)\, (\boldsymbol{n} \cdot d\boldsymbol{\sigma})\, \boldsymbol{n} \tag{21}$$

Haciendo uso de la definición del producto tensorial ($\otimes$) del vector $\boldsymbol{n}$ por sí mismo (ver, por ejemplo, [9, p. 4]) la regla de flujo se puede poner de una forma mucho más reveladora

$$d\boldsymbol{\varepsilon}^p = \Phi(Q)(\boldsymbol{n} \otimes \boldsymbol{n})\, d\boldsymbol{\sigma} \tag{22}$$

que indica que la relación entre los vectores (de dimensión 9) $d\boldsymbol{\varepsilon}^p$ y $d\boldsymbol{\sigma}$ es una relación *lineal* cuyo coeficiente depende del módulo del vector tensión $\boldsymbol{\sigma}$ en cada instante. Remarquemos que $d\boldsymbol{\varepsilon}^p$ es un vector covariante, que $d\boldsymbol{\sigma}$ es un vector contravariante y que el tensor plástico $\boldsymbol{n} \otimes \boldsymbol{n}$ es, por tanto, un tensor doblemente covariante.

3 PARTICULARIZACIÓN AL CASO AXIAL-TORSIONAL

La mayoría de los resultados experimentales sobre fatiga multiaxial (a bajo número de ciclos) se obtienen sometiendo especímenes tubulares huecos a deformaciones combinadas de tracción y torsión. Por ello, es interesante particularizar las ecuaciones anteriores a ese caso concreto. Como se ha dicho, normalmente los experimentos se realizan bajo control de deformaciones, de modo que las variaciones con el tiempo de las deformaciones axial $\varepsilon(t)$ y cortante $\gamma(t)$ son conocidas y se pretende calcular la evolución de la tensión normal axial σ y la tensión cortante τ. Con la notación referida en los epígrafes precedentes, el vector tensión $\boldsymbol{\sigma}$ tiene los siguientes componentes (contravariantes) $\boldsymbol{\sigma} = (\sigma, 0, 0, \tau, \tau, 0, 0, 0, 0)$ y la expresión de Q se reduce a

$$Q = |\sigma| = \sqrt{\frac{2}{3}\sigma^2 + 2\tau^2} \tag{23}$$

cuyo diferencial es

$$dQ = \frac{2}{3}\frac{\sigma}{Q} d\sigma + \frac{2\tau}{Q} d\tau. \tag{24}$$

Las componentes (covariantes) del vector normal y del diferencial de deformación plástica se obtienen particularizando las ecuaciones (19) y (21) o (22):

$$\boldsymbol{n} = 1/Q\, (2/3\sigma, -\sigma/3, -\sigma/3, \tau, \tau, 0, 0, 0, 0)$$

$$\begin{bmatrix} d\varepsilon_1^{\mathrm{p}} \\ d\varepsilon_4^{\mathrm{p}} \\ d\varepsilon_5^{\mathrm{p}} \end{bmatrix} = \frac{\Phi(Q)}{Q^2} \begin{bmatrix} \frac{4}{9}\sigma^2 & \frac{2}{3}\sigma\tau & \frac{2}{3}\sigma\tau \\ \frac{2}{3}\sigma\tau & \tau^2 & \tau^2 \\ \frac{2}{3}\sigma\tau & \tau^2 & \tau^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} d\sigma \\ d\tau \\ d\tau \end{bmatrix}$$

Añadiendo la deformación elástica, mediante la ley de Hook y llamando $d\varepsilon = d\varepsilon_1$ y $\gamma = 2d\varepsilon_4$, se llega a un sistema de ecuaciones fácilmente invertible de donde se obtienen los diferenciales de tensión

$$d\sigma = \frac{\left(\frac{1}{G} + 4\tau^2 \frac{\Phi(Q)}{Q^2}\right) d\varepsilon - \frac{4}{3}\sigma\tau \frac{\Phi(Q)}{Q^2} d\gamma}{\frac{1}{EG} + \frac{4\Phi(Q)}{Q^2}\left(\frac{\tau^2}{E} + \frac{\sigma^2}{9G}\right)} \tag{25}$$

$$d\tau = \frac{-\frac{4}{3}\sigma\tau \frac{\Phi(Q)}{Q^2} d\varepsilon + \left(\frac{1}{E} + \frac{4}{9}\sigma^2 \frac{\Phi(Q)}{Q^2}\right) d\gamma}{\frac{1}{EG} + \frac{4\Phi(Q)}{Q^2}\left(\frac{\tau^2}{E} + \frac{\sigma^2}{9G}\right)} \tag{26}$$

4 INTEGRACIÓN IMPLÍCITA DEL MODELO

La aplicación del modelo en la simulación de cualquier historia de carga precisa la integración de las ecuaciones constitutivas (25) y (26). Para ello y con fines comparativos, se han planteado dos formulaciones: el método implícito de retorno de Euler y el método explícito directo de Euler. Ambos procedimientos proporcionan resultados similares, sin embargo, en el esquema implícito, al imponerse las condiciones de plastificación al final del incremento, se evita una posible excesiva divergencia en que se podría incurrir por el esquema explícito [15]. Por tanto, la integración implícita normalmente permite mayores incrementos que conducen a soluciones más rápidas. Por este motivo, es la empleada en las simulaciones presentadas a continuación.

En cada incremento de tiempo, las tensiones son expresadas en función de una predicción, $\boldsymbol{\sigma}_{\mathrm{tr}}$, que considera que la deformación es puramente elástica y posteriormente son modificadas por un corrector plástico, $\boldsymbol{C}\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}}$, que las devuelve sobre la superficie de fluencia:

$$\boldsymbol{\sigma}_{(\mathrm{t+1})} = \boldsymbol{C}\left(\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{e}}_{(\mathrm{t})} + \Delta\boldsymbol{\varepsilon}\right) - \boldsymbol{C}\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}} = \boldsymbol{\sigma}^{\mathrm{tr}} - \boldsymbol{C}\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}}$$

En lo sucesivo $\boldsymbol{\sigma}_{(t+1)} = \boldsymbol{\sigma}$. El cálculo del corrector plástico se ha llevado a cabo mediante un algoritmo de Newton, en el que los parámetros de control ($d\varepsilon$,$d\gamma$), se mantienen fijos en cada iteración [16]. El algoritmo se basa en la serie truncada de Taylor del sistema algebraico de ecuaciones

$$\boldsymbol{r} = \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma}^{\mathrm{tr}} + \boldsymbol{C}\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}} = 0$$

siendo las tensiones actualizadas en cada paso como

$$\boldsymbol{\sigma}^{(k+1)} = \boldsymbol{\sigma}^{(k)} - \left(\frac{\partial \boldsymbol{r}}{\partial \boldsymbol{\sigma}}\right)^{-1} \boldsymbol{r}^{(k)} \tag{27}$$

hasta que se alcance la tolerancia deseada, $|\boldsymbol{r}| \leq 10^{-12}$.

5 ENDURECIMIENTO NO-PROPORCIONAL

Una de las pruebas más exigentes para unas ecuaciones de plasticidad es la aplicación a cargas que varían de forma fuertemente no proporcional, debido al endurecimiento "anómalo" observado experimentalmente con historias de cargas no proporcionales, anómalo en el sentido de ser mayor al observado con cargas proporcionales. En efecto, algunos materiales con baja densidad de dislocaciones y energía de fallo de apilamiento muestran un endurecimiento adicional bajo este tipo de cargas. En estados proporcionales, el deslizamiento se concentra en el plano de máxima tensión tangencial, conduciendo sistemas de deslizamiento plano. Sin embargo, en casos no proporcionales, el plano de máxima tensión tangencial rota a lo largo del ciclo, activando otros sistemas de deslizamiento y la interacción entre dislocaciones, que consecuentemente producen un endurecimiento adicional [14].

Los estudios experimentales de Kanazawa *et al.* [11] ponen de manifiesto que el mayor endurecimiento se muestra bajo cargas periódicas de tensión-torsión desfasadas 90º (*90º-out-of-phase*). Para este tipo de historias y siempre que no se detecte una disminución en el módulo del vector tensión (ya se mencionó al principio del artículo que los casos de "descargas" no se tratarían aquí), las ecuaciones (25) y (26) permiten obtener el estado tensional del material. En estas expresiones, el módulo de endurecimiento, $\Phi(Q)$, aumenta con el módulo del vector tensión, Q. En concreto (ver ecuación (15)), es inversamente proporcional a la pendiente de la curva cíclica uniaxial. En el tramo final de la curva, el orden de magnitud de $\Phi(Q)$ será varias veces superior al de los términos $1/E$, $1/G$ y $1/EG$. Por tanto, estos términos pueden ser despreciados, reduciendo las ecuaciones a

$$d\sigma = \frac{\tau}{\frac{\tau^2}{E} + \frac{\sigma^2}{9G}}\left(\tau d\varepsilon - \frac{\sigma}{3}\right) \tag{28}$$

$$d\tau = \frac{\frac{-\sigma}{3}}{\frac{\tau^2}{E} + \frac{\sigma^2}{9G}}\left(\tau d\varepsilon - \frac{\sigma}{3}\right) \tag{29}$$

De donde se deduce que

$$\frac{d\sigma}{\tau} = \frac{d\tau}{-\sigma/3} \rightarrow \frac{\sigma d\sigma}{3} + \tau d\tau = 0. \tag{30}$$

Comparando con la Ecuación (24),

$$\frac{QdQ}{2} = 0 \rightarrow dQ = 0 \tag{31}$$

Estas igualdades indican la existencia de órbitas estables en la soluciones de las ecuaciones diferenciales de comportamiento . A la vista de la Ecuación (30), que podría reescribirse como $\sigma d\sigma + (\sqrt{3}\tau)d(\sqrt{3}\tau) = 0$, se deduce que el vector tensión no cambia de magnitud pero se encuentra rotando como consecuencia del desfase entre las deformaciones. Este resultado concuerda con los modelos teóricos y las observaciones experimentales [14].

6 SIMULACIÓN ENSAYO FUERA DE FASE

Para mostrar cómo el modelo propuesto es capaz de recoger el endurecimiento no-proporcional y la validez de la predicción de existencia de órbitas estables, se han llevado a cabo una serie de simulaciones a partir de la formulación implícita descrita en la Sección 4, cuyos resultados se muestran a continuación.

Se han tomado los datos del material utilizado por Kanazawa *et al.* [11, 12] y Brown *et al.* [13]. Estos autores llevaron a cabo estudios experimentales en tubos de acero $1\,\%$Cr-Mo-V. El valor del módulo de endurecimiento, $\Phi(Q)$, se ha estimado a partir de la curva cíclica estabilizada obtenida por los mismos para ensayos biaxiales proporcionales. Las señales de entrada han sido definidas como

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_a \sin(\omega t) \tag{32}$$

$$\gamma(t) = \Gamma\varepsilon_a \sin(\omega t - \phi) \tag{33}$$

donde se ha tomado un desfase de $\phi = 90^{\mathrm{o}}$ para distintos valores de amplitudes ε_a y razones Γ. Dichas señales están representadas en la Figura 1.

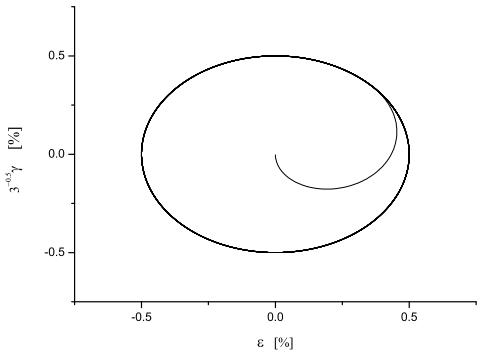


Figura 1. Simulación ensayo fuera de fase a 90º. Señales de entrada en deformación.

En todas las simulaciones se ha observado un endurecimiento adicional debido al desfase entre las deformaciones. Las tensiones $\sigma - \tau$ describen un movimiento espiral que se estabiliza una vez transcurrido un cierto período de tiempo. Dichas trayectorias están recogidas en la Figura 2, para una amplitud $\varepsilon_a = 0{,}5\,\%$ y $\Gamma = \sqrt{3}$.

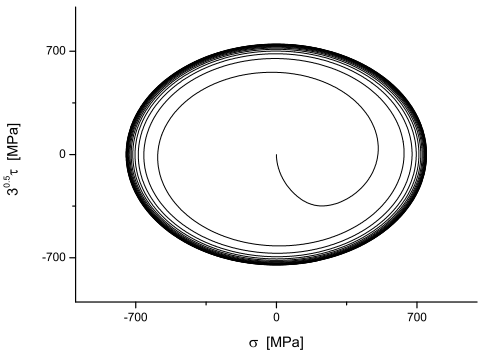


Figura 2. Simulación ensayo fuera de fase a 90º. Respuesta en tensiones.

Manteniendo Γ y ϕ constantes y variando la amplitud ε_a, se puede hallar la curva cíclica completa para cargas no proporcionales. Esta curva se representa en la Figura 3, junto con la correspondiente al comportamiento cíclico proporcional. El endurecimiento no-proporcional predicho es notorio.

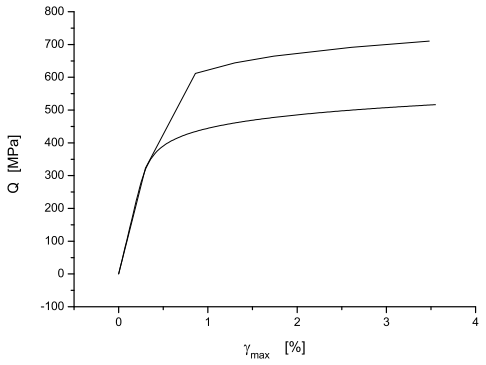


Figura 3. Curvas de comportamiento cíclico proporcional (abajo) y no-proporcional (arriba).

7 COMPARACIÓN CON RESULTADOS EXPERIMENTALES

El los trabajos experimentales citados, las curvas cíclicas son expresadas mediante una ley potencial que relaciona tensiones con deformaciones tangenciales efectivas. Para un material cuyo endurecimiento sigue una ley de Ramberg-Osgood, dicha ley se define como

$$\tau^* = K' \left(\frac{\gamma^*}{2} \right)^{n'} \tag{34}$$

donde K' y n' son el coeficiente de resistencia y el exponente de endurecimiento cíclicos respectivamente y γ^* representa la componente plástica de la deformación efectiva definida según un criterio de plastificación [17], siendo el de Tresca el usado para para cargas multiaxiales en [12, 13], por lo que τ^* y γ^* corresponden con la tensión y deformación tangencial plástica máxima. Kanazawa *et al.* [12] proponen una modificación del coeficiente de resistencia, K', para incluir el efecto de las cargas no-proporcionales de forma que

$$\tau_{\max} = K'(1 + lF) \left(\frac{\gamma_{\text{pmax}}}{2} \right)^{n'} \tag{35}$$

donde l es una constante del material y F es el factor de rotación, definido como

$$F = \frac{\begin{array}{c}\text{Incremento de deformación tangencial} \\ \text{a 45º plano de máx. deformación tangencial}\end{array}}{\text{Inc. deformación tangencial máxima}}$$

Conociendo la constante del material l y calculando F para un determinado Γ y ϕ, la Ecuación (35) puede ser empleada en la predicción del endurecimiento no proporcional. De este modo se ha calculado la curva de la Figura 4, que se presenta junto con los datos obtenidos en las simulaciones descritas en la Sección 6. Puede observarse que los resultados de la integración del modelo propuesto se ajustan en buena medida a los resultados experimentales de Kanazawa *et al.*

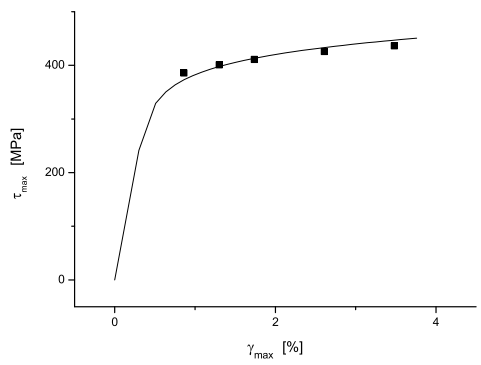


Figura 4. Comparación con resultados experimentales.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Educación y Ciencia de España a través del proyecto DPI2005-04077, y a la Junta de Andalucía mediante los proyectos TEP-1752 y TEP-03045.

REFERENCIAS

[1] *Fatigue Under Complex Loading: Analyses and Experiments*, R. M. Wetzel, ed., 'Advances in Engineering', Vol. 6, Society of Automotive Engineers, 1977.

[2] FE-Fatigue, nCode International, 2001.

[3] FATIMAS, nCode Internatinal, 2000.

[4] Dowling, N.E. "Mechanical Behaviour of Materials. Engineering Methods for Deformation, Fracture and Fatigue", Prentice Hall, Inc., 1993.

[5] Bannantine, J.A., Comer, J.J., Handrock, J. L. "Fundamentals of Metals Fatigue Analysis", Prentice Hall, Inc., 1990

[6] Mróz, Z. "On the Description of Anisotropic Workhardening", J. Mech. Phys. Solids, Vol. 15, pp. 163-175, 1967.

[7] Navarro, A., Brown, M.W. "A Constitutive Model for Elastic-Plastic Deformation under Multiaxial Straining", Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. Vol. 20, No. 5, pp. 747-758, 1997.

[8] Spain, B. "Tensor Calculus. A Concise Course". Dover Publications, Inc., New York, 2003.

[9] Gurtin, M. E. "An Introduction to Continuum Mechanics", Academic Press, Inc., San Diego, 1981.

[10] Chakrabarty J. "Theory of Plasticity" 3rd Edition, Elsevier Butterworth-Heinemann, Oxford, 2006.

[11] Kanazawa, K., Miller, K.J. and Brown, M. W. (1979), Low-Cycle Fatigue Under Out-of-Phase Loading Conditions. *Trans. Am. Soc. mech. Engrs., J, Enfnf. Mat. Tech.*, 99, 222-228.

[12] Kanazawa, K., Miller, K.J. and Brown, M. W. (1979), Cyclic Deformation of 1% Cr-Mo-V Steel Under Out-of-phase Loads. *Fatigue Engng. Mater. Struct.*, Vol. 2, 227-222.

[13] Brown, M. W. and Miller, K.J. (1979), Biaxial Cyclic Deformation Behaviour of Steels. *Fatigue Engng. Mater. Struct.*, Vol. 1, 93-106.

[14] Socie, D.F., Marquis, G.B., (2000), Multiaxial Fatigue, SAE International.

[15] Dunne, F., Petrinic, N., (2005), Introduction to Computational Plasticity, Oxford University Press.

[16] Crisfield, M.A., (1991), Non-linear Finite Element Analysis of Solids and Structures, Vol 1, Wiley.

[17] Fernando, U.S., Brown, M. W. and Miller, K.J. (1991), Cyclic Deformation and Fatigue Endurance of En15R Steel under Multiaxial Out-of-Phase Loading. *Mechanical Engineering Publications*, London, 337-356.

RETORNO A BCS

A. Navarro, C. Vallellano

Dpto. Ing. Mecánica y de los Materiales. Escuela Superior de Ingenieros. Universidad de Sevilla.
Avda. Camino de los Descubrimientos, s/n. 41092. Sevilla.
E-mails: navarro@us.es, carpofor@us.es

RESUMEN

El clásico modelo de Bilby, Cottrell y Swinden de la zona plástica en el vértice de una grieta ha sido una rica fuente de ideas para muchas investigaciones en fractura y fatiga. En concreto, las técnicas de Mecánica de Fractura Microestructural aplicadas al estudio de las condiciones umbrales para el crecimiento por fatiga de grietas pequeñas están inspiradas en el modelo BCS. Estos modelos describen la propagación de grietas cuyo tamaño es del orden de la propia microestructura del material y cuyas zonas plásticas se bloquean de forma sucesiva en barreras al deslizamiento plástico tales como los bordes de grano. En el artículo original, se justifica la selección del límite elástico (inferior) como la tensión que en el modelo se opone al movimiento de las dislocaiones (tensión de fricción) "...al menos en el caso en el que unas largas y delgadas zonas plásticas que se extiendan a través de muchos granos". Este trabajo pretende analizar cuidadosamente esta frase en el contexto de un modelo de dislocaciones en el que las zonas plásticas cubren de forma explícita un gran número de granos. Se supone que el material tiene un comportamiento elasto-plástico perfecto y se estudia las consecuencias de ello en la modelización tipo Hall-Petch del límite de fluencia. El endurecimiento obtenido simplemente mediante este procedimiento para la tensión de fricción se introduce en un modelo BCS multizona de la grieta y las zonas plásticas y se demuestra que cuando el número de granos se hace muy grande se obtiene de este modelo la clásica formula del coseno para calcular el tamaño de la zona plástica obtenida primero por Dugdale y luego por Bilby, Cottrell y Swinden.

ABSTRACT

The classical BCS analysis has been a fruitful source of inspiration for many theoretical researches in the field of fracture and fatigue. In particular, Microstructural Fracture Mechanics Techniques as applied to the study of fatigue growth threshold conditions for small cracks is based entirely on it. These techniques model the propagation of very small cracks (size of the order of the microstructure) in terms of the successive blocking of dislocations by barriers to plastic slip such as grain boundaries. In the original BCS paper, there is a sentence which explains the selection of the (lower) yield stress as the "friction" stress in the plastic zone: "...at least in the case where long thin plastic zones extend across many grains...". We would like in this paper to analyse further this statement within the context of a BCS-like model where the plastic does indeed cross a sufficiently large number of grains. We assume that the material displays an elastic-plastic behaviour and explore first the implications of this in the Hall-Petch modeling of the yield limit. The variation thus obtained for the friction stress is then introduced in the multizone BCS model and then we show that, as the number of grains covered by the plastic zones gets bigger, the classical Dugdale-BCS cosine formula for the plastic zone is reproduced.

PALABRAS CLAVE: BCS, Límite elástico, Tensión de fricción, Dislocaciones distribuidas

1 INTRODUCCIÓN

En el famoso artículo de Bilby, Cottrell y Swinden (BCS) [1] se modela una grieta en un medio infinito y sus dos zonas plásticas mediante una distribución de dislocaciones infinitesimales. Las dislocaciones experimentan fuerzas debidas a las tensiones aplicadas sobre el sólido (Peach-Koehler), a las interacciones entre ellas mismas y también se utiliza una tensión de fricción que representa la resistencia que el material opone al movimiento de las dislocaciones en la zona plástica aneja a cada vértice. En el artículo citado esta tensión de fricción se toma igual al límite elástico del material considerado éste como elastoplástico perfecto. Siendo el límite elástico una propiedad macroscópica, resulta cuando menos sorprendente que se emplee (y que esto funcione) de forma tan "localizada" como la tensión de fricción que dificulta el movimiento de las dislocaciones que forman la zona plástica. Recordemos que el equivalente en el también famoso modelo de Dugdale [2] es que la tensión que cierra los extremos de la grieta ficticia en la zona plástica, provocando que el Factor de Intensidad de Tensiones se anule, y se elimine, por tanto, la singularidad, es también el límite elástico.

En este trabajo se demuestra cómo si se analiza la situación desde el punto de vista de los modelos de bloqueos sucesivos de dislocaciones se obtiene la famosa fórmula de Dugdale y Bilby, Cottrell y Swinden, i.e,

$$n = \frac{a}{a+\Delta} = \cos\left(\frac{\pi}{2}\frac{\sigma}{\sigma_p}\right) \tag{1}$$

pero en la que el límite elástico σ_p que aparece en el numerador debe interpretarse como el límite superior al que tenderá de manera asintótica, en el proceso de endurecimiento por deformación, la tensión de fricción que se opone al movimiento de dislocaciones dentro de los granos en un material elasto-plástico perfecto. En este contexto, el límite elástico como tal aparece como la tensión que es necesario aplicar al componente sin grieta para que se produzca la generación masiva de dislocaciones detrás del borde de grano, de acuerdo con la interpretación microestructural usual recogida en la conocida relación de Hall-Petch.

2 MODELO

El modelo del Bilby, Cottrell y Swinden consideraba una grieta en un medio continuo y homogéneo, y el plano de deslizamiento de las dislocaciones se consideraba análogo a las líneas definidas en la teoría macroscópica de la plasticidad. Por el contrario, aquí estamos interesados en reflejar la influencia de la microestructura, por lo que se va a considerar explícitamente la existencia de granos del material a través de los cuales se extenderá la zona plástica en los planos cristalográficos con la mejor orientación (Figura 1). Consideremos lo que ocurre cuando empezamos a cargar la grieta: la fuerte concentración de tensiones en el vértice (infinita teóricamente) provoca inmediatamente la emisión de dislocaciones y la formación de una banda de deslizamiento.

Para mantener el desarrollo dentro de la necesaria simplicidad, se consideran materiales en los que las dislocaciones tienden a permanecer en sus planos de deslizamiento originales, por ejemplo, materiales con baja energía de fallo de apilamiento (stacking-fault energy), dando lugar a bandas de deslizamiento rectilíneas que se extienden a través de granos completos. El tema de que se cubren granos completos es importante.

Cada una de las dislocaciones perteneciente a la banda de deslizamiento experimenta fuerzas debidas a las tensiones aplicadas, a la interacción con el resto de las dislocaciones en la banda y a la interacción con las dislocaciones situadas en los planos paralelos, con precipitados, partículas de segunda fase, etc. (tensión de fricción). Las dos primeras fuerzas tienden a alejar del vértice las dislocaciones, mientras que la tensión de fricción se opone a ello.

En las primeras etapas del crecimiento de la banda, el valor de la tensión de fricción es pequeño comparado con el de las tensiones normalmente aplicadas (entre 5 y 20 veces más pequeño). En estas condiciones las dislocaciones tenderían a alejarse hacia infinito, y sólo la presencia de barreras de deslizamiento, como son los bordes de grano, impiden ese alejamiento, bloqueando la primera dislocación del conjunto y produciéndose un apilamiento de dislocaciones en el borde de grano. La propagación del deslizamiento plástico más allá de los bordes de grano requiere la creación de nuevas bandas de deslizamiento en los sucesivos granos (transferencia de deformación plástica). Este proceso está controlado por la activación de fuentes de dislocaciones en el nuevo grano, situadas en las proximidades del borde, o por la inyección de dislocaciones a través del propio borde, de acuerdo con la conocida interpretación de Hall-Petch [3,4] de las tensiones de límite elástico, flujo y fractura de materiales policristalinos. Resulta claro que conforme se va extendiendo la deformación, el consecuente aumento en la densidad de dislocaciones, tanto en la propia banda como en los sistemas de dislocaciones vecinos, necesarios para mantener la compatibilidad de deformaciones entre los granos de alrededor, debe producir un aumento en la tensión de fricción.

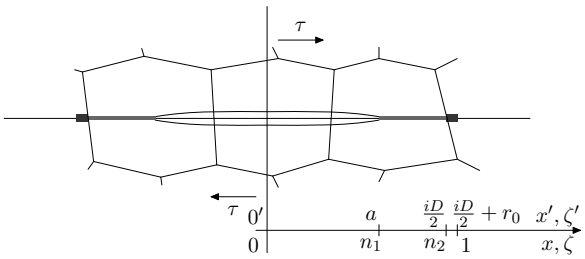


Figura 1. Grieta, zona plástica y barrera en un medio infinito.

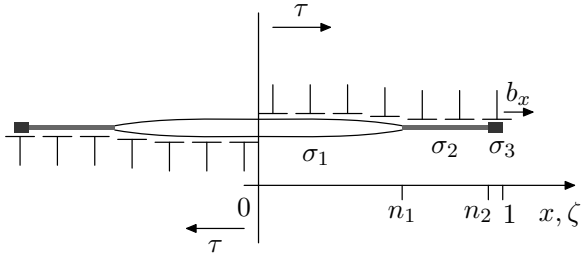


Figura 2. Modelado mediante dislocaciones.

Para estudiar la transferencia de deslizamiento plástico entre los granos se utiliza una representación conjunta de la grieta y las zonas plásticas asociadas con la misma mediante la teoría de distribución de dislocaciones [5–7]. En las Figuras 1 y 2 se muestra una representación esquemática del modelo. Se considera un sólido infinito de un metal, con un tamaño medio de grano D, sometido a

tensión uniforme τ y con una grieta de longitud $2a$ en su interior. La zona plástica de cada lado ha ido creciendo al ir aumentando la carga. El proceso de crecimiento y bloqueo en la barrera se va produciendo grano a grano, de modo que la zona plástica avanza a saltos, de acuerdo con lo dicho más arriba en relación al valor de la tensión de fricción. La posición del límite de grano sera $iD/2$, con $i = 1, 3, 5, ...$ que representa el numero de medios granos atravesados por la zona plástica de cada uno de los lados. Las tensiones $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ son las tensiones de fricción y representan la resistencia al movimiento de dislocaciones en la grieta, zona plástica y barrera respectivamente. Normalmente, σ_1 se toma igual cero indicando que no se consideran interacciones entre las dos caras de la grieta. La barrera microestructural se modela mediante una pequeña zona de longitud r_0 ($r_0 \ll D$), que representa el tamaño típico de la interfase entre granos o la distancia típica a la que se encuentran las fuentes de dislocaciones activables en el grano siguiente.

La ecuación que determina el equilibrio de dislocaciones es una ecuación integral tipo Cauchy. Especificando que la solución en tensiones derivada de esta ecuación debe ser acotada en todo el campo se puede obtener una relación que permite calcular en cualquier instante la tensión en la barrera σ_3:

$$(\sigma_2-\sigma_1)\sin^{-1} n_1+(\sigma_3-\sigma_2)\sin^{-1} n_2+\frac{\pi}{2}(\tau-\sigma_3)=0 \tag{2}$$

Si se despeja σ_3, considerando que no hay interferencia entre las caras de la grieta ($\sigma_1 = 0$), e introduciendo la aproximación $\sin^{-1} n_2 \approx \frac{1}{2}\pi$ se obtiene

$$\sigma_3 = \frac{1}{\cos^{-1} n_2}\left[\sigma_2 \sin^{-1} n_1 \; + \; \frac{\pi}{2}(\tau-\sigma_2)\right] \tag{3}$$

A medida que la tensión aplicada τ va creciendo la tensión en la barrera σ_3 necesaria para mantener el equilibrio va también aumentando.

La generación de deslizamiento plástico en el siguiente grano se producirá cuando la tensión σ_3 alcanze un valor crítico tal que posibilite la activación de fuentes de dislocaciones. Si esta tensión se pudiera medir o calcular para una fuente de dislocaciones típica del material, la condición crítica de activación se podría escribir como

$$\frac{\sigma_3^i}{m_i^*} = \tau_c^i \tag{4}$$

donde m_i^* es un factor de orientación cristalográfica que proyecta la tensión σ_3 en el plano y dirección de deslizamiento de una fuente de dislocaciones en el grano adyacente y τ_c^i es la tensión crítica necesaria para activar la fuente. Las ecuaciones anteriores se podrían entonces utilizar para calcular el tamaño de la zona plástica en función de la tensión aplicada y del grado de endurecimiento por deformación dentro de la misma, representado por el valor en cada instante de la tensión de friccion σ_2^i. Así, se tendría, utilizando de la aproximación $\cos^{-1} n_2 = (2(1-n_2))^{\frac{1}{2}} \approx 2(r_0^i/iD)^{\frac{1}{2}}$ y reordenando términos

$$\frac{a}{i\frac{D}{2}} \approx n_1^i = \cos\left(\left[\frac{\pi}{2}\tau - 2\tau_c^i m_i^* \left(\frac{r_0}{D}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{\sqrt{i}}\right]\frac{1}{\sigma_2^i}\right) \tag{5}$$

ecuación de la que, en principio, podría obtenerse i. Pero, lógicamente, para que esta ecuación pueda ser usada en la práctica haría falta poder expresar los parámetros microscópicos (en particular las tensiones τ_c^i y σ_2^i, cuya determinación experimental sería muy difícil) en términos de variables macroscópicas más fácilmente accesibles. Una primera aproximación para hacer esto es considerar lo que ocurre en el modelo descrito cuando no hay grieta, i.e., cuando sólo se consideran los apilamientos de dislocaciones contra los bordes de grano, porque esto nos lleva directamente al estudio del límite elástico y las tensiones de flujo y aquí las relaciones experimentales de Hall-Petch podrían ser de gran utilidad. Supóngase, así, una banda de deslizamiento generada al aplicar sobre el especimen una carga externa τ (estática) y cuyas dislocaciones se encuentran bloqueadas por un borde de grano genérico i. La condición de equilibrio de dicha configuración se obtiene a partir de la expresión dada en la ecuación (2) más arriba, sin más que imponer $n_1^i = 0$ (no existe grieta),

$$\frac{\pi}{2}\tau = \sigma_2^i \sin^{-1} n_2^i + \sigma_3^i \cos^{-1} n_2^i \tag{6}$$

El mínimo valor de la tensión aplicada para extender la zona plástica más allá de la i-ésima barrera se obtendrá sustituyendo (4) en (6), la cual, imponiendo que $r_0 \ll D$ ($n_2^i \approx 1$), se expresa como [5, 8]

$$\tau_{yi} = \sigma_2^i + \frac{4}{\pi} m_i^* \tau_c \left(\frac{r_0}{D}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{\sqrt{i}} \tag{7}$$

Particularizando la expresión anterior para el primer grano $i = 1$, se obtiene,

$$\tau_{y1} = \sigma_2^1 + \frac{4}{\pi} m_1^* \tau_c \left(\frac{r_0}{D}\right)^{\frac{1}{2}} \tag{8}$$

τ_{y1} es, por tanto, la mínima tensión para hacer que las dislocaciones de la banda de deslizamiento, hasta ahora confinadas dentro en los granos del material, se extiendan más allá de las primeras barreras. El especimen comenzará entonces a mostrar los primeros indicios de comportamiento plástico a nivel macroscópico. El valor de la tensión aplicada (τ_{y1}) en este estadío crítico representa el límite elástico del material. Debe quedar claro que el límite elástico, en este contexto de los modelos de dislocaciones, NO es una tensión de fricción: es la tensión aplicada que hace que se extienda el deslizamiento plástico más allá de la primera barrera, trabajando en contra de la propia tensión de fricción interna y de la resistencia de las barreras.

Nótese que la ecuación (8) establece una relación funcional del tipo de Hall-Petch entre el límite elástico y el tamaño medio de grano del material.

Una vez superado τ_{y1}, si la carga aplicada continúa aumentando, el núcleo plástico se extenderá hasta bloquearse en las siguientes barreras del material, repitiéndose el proceso anterior. Debido al incremento en la densidad de dislocaciones, la oposición al movimiento de las dislocaciones σ_2^i se incrementará gradualmente en los sucesivos granos, es decir, $\sigma_2^1 < \sigma_2^2 < \sigma_2^3 < \ldots$. Paralelamente, a medida que la región plástica aumenta, el término correspondiente a la resistencia local de la barrera (segundo sumando en la expresión (7)) también variará debido al creciente número de granos involucrados en la extensión del núcleo plástico. Éste término aumenta, por un lado, al variar m_i^*, el cual se incrementa relativamente rápido hasta alcanzar un valor estable, y, por otro lado, disminuye a medida que i aumenta como consecuencia de la dependencia inversa con $\sqrt{i}$. Dependiendo de la variación relativa de ambos sumandos, será posible encontrar diferentes comportamientos macroscópicos [8]:

- $\frac{d\tau_{yi}}{di} > 0$, es decir, un aumento en la tensión de fricción σ_2^i más rápido que la disminución en la resistencia local de las barreras. Esta evolución se corresponderá con un progresivo endurecimiento por deformación en la curva de comportamiento del material, una vez superado el límite elástico.
- $\frac{d\tau_{yi}}{di} < 0$, esto es, una disminución de la resistencia local de las barreras más rápida que el aumento en σ_2^i. En este caso, una vez superado el límite elástico, la curva de comportamineto presentaría una evolución decreciente (i.e. un ablandamiento).
- Por último, el caso particular en el que se cumpliera $\frac{d\tau_{yi}}{di} = 0$ representaría el comportamiento ideal de un material elasto-plástico perfecto.

Este último caso permite avanzar sin demasiadas complicaciones en el desarrollo teórico y por tanto se supondrá en lo siguiente que el material es elasto-plástico perfecto ($\tau_{y1} = \tau_{y2} = \tau_{y3} = \ldots = \tau_y$). Esta hipótesis permite obtener el ritmo de endurecimiento de σ_2^i directamente de (7) y (8), el cual se expresa como

$$\sigma_2^i = \tau_y \left(1 - \frac{1}{\sqrt{i}} \frac{m_i^*}{m_1^*}\right) + \frac{\sigma_2^1}{\sqrt{i}} \frac{m_i^*}{m_1^*} \tag{9}$$

Se trata ahora de expresar los parámetros microestructurales que aparecen en la ecuación (5) en términos del límite elástico. Por supuesto que en el caso de que exista la grieta, estos valores no tienen por que ser exactamente los mismos. En particular, el ritmo al que cambia el factor de orientación m_i^* (ver [9,10]) será sin duda diferente, porque éste factor, en cierta forma, recoge parcialmente el efecto de tridimensionalidad del problema y cuando se considera una grieta, la zona cubierta es lógicamente mayor, aún cuando el número de granos que han sufrido deslizamiento plástico sea el mismo que en el caso sin grieta. En cualquier caso, veremos que la influencia de esto desaparece cuando el número de granos involucrados se hace suficientemente grande. Igualmente, las tensiones aplicadas son mayores en el problema sin grieta (de hecho la tensión aplicada en este caso es el propio límite elástico) que el caso con grieta. Podría argumentarse entonces que el grado de endurecimiento debería ser mayor en ese caso. Sin embargo, también que darse cuenta que debido a la concentración de tensiones que representa la propia grieta, el número de dislocaciones que se pueden apilar en las bandas de deslizamiento (en las propiasmente consideradas en el problema y en los sistemas paralelos vecinos) es mayor, por lo que, en realidad, el endurecimiento en ambos casos puede no ser tan distinto. Por tanto, si, por simplicidad, τ_c^i y r_o^i se considerarán constantes del material τ_c y r_o y suponemos que los factores de orientación m_i^* y las tensiones de fricción tienen una evolución similar en los dos casos, se puede utilizar la ecuación (8) para escribir

$$\tau_c \left(\frac{r_0}{D}\right)^{\frac{1}{2}} = (\tau_y - \sigma_2^1) \frac{\pi}{4} \frac{1}{m_1^*} \tag{10}$$

Sustituyendo esta expresión y la de la tensión de fricción dada por la ecuación (9) en la ecuación (5) se obtiene fácilmente

$$n_1^i = \cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{\tau - (\tau_y - \sigma_2^1) \frac{m_i^*}{m_1^*} \frac{1}{\sqrt{i}}}{\tau_y - (\tau_y - \sigma_2^1) \frac{m_i^*}{m_1^*} \frac{1}{\sqrt{i}}}\right) \tag{11}$$

En principio, el término $\tau_y - \sigma_2^1$ podría obtenerse a partir de la relación de Hall-Petch experimental del material y una progresión característica del cociente $\frac{m_i^*}{m_1^*}$ puede obtenerse a partir del diagrama de Kitagawa-Takahashi como fue señalado por de los Rios [11] o mediante las expresiones aproximadas propuestas por Vallellano [8–10]. Pero lo relevante aquí es que puede apreciarse que si el número de granos abarcados por la zona plástica es suficientemente grande, entonces la ecuación anterior tiende a la obtenida por Bilby, Cottrell y Swinden para Modo III

$$n_1^i = \cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{\tau}{\tau_y}\right) \tag{12}$$

Esta ecuación es análoga a la obtenida previamente y por Dugdale si se considera Modo I

3 CONCLUSION

Finalmente, podemos concluir que lo la conocida ecuación (12) indica es que, incluso si en las etapas iniciales la tensión de fricción es muy pequeña, su valor se irá acercando por efecto del endurecimiento asociado a la

deformación plástica, esto es a la producción y almacenamiento de dislocaciones, al valor característico de la tensión de flujo del material, de modo que cuando las zonas plásticas seas suficientemente grandes (sean "unas largas y delgadas zonas plásticas que se extiendan a través de muchos granos", en las palabras exactas de Bilby, Cottrell y Swinden) su valor será prácticamente indistinguible del del límite elástico (considerando el material como elastoplástico perfecto).

Finalicemos, por tanto, remarcando que el límite elástico no es una tensión de fricción; pero que la verdadera tensión de fricción en el modelo BCS se acerca asintóticamente a él cuando la zona plástica es suficientemente grande. Quizás una distinción insignificante para muchos, pero una que los autores creen que vale la pena señalar.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida para este trabajo a través de los proyectos DPI2005-04077 y DPI2006-06921 del Plan Nacional de I+D del Ministerio de Educación y TEP-1752 y TEP-03045 de la Junta de Andalucía.

REFERENCIAS

[1] Bilby B.A., Cottrell A.H. and Swinden K.H. (1963), The Spread of Plastic Yield from a Notch, Proc. R. Soc. A 272, pp. 304-314

[2] Dugdale, D.S. (1960), Yielding of Steel Sheets Containing Slits, Journal of the Mechanics and Physics Solids 8, pp. 100-108.

[3] Hall, E.O. (1951) The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results, Proc. Phys. Soc. London B64, 747-753.

[4] Petch, N.J. (1953) The Cleavage Strength of Polycrystals, J. Iron Steel Inst., 174, 25-28.

[5] Navarro, A. y de los Rios E.R. (1988), An Alternative Model of the Blocking of Dislocations at Grain Boundaries, Phil. Mag. 57(1), 37-42.

[6] Navarro, A. y de los Rios, E.R. (1988) Short and Long Fatigue Crack Growth: a Unified Model, *Phil. Mag.*, Vol. 57(1), pp 15-36.

[7] Navarro, A. y de los Rios, E.R. (1992) Fatigue Crack Growth Modelling by Successive Blocking of Dislocations, *Proc. R. Soc. Lond. A*, Vol. 437, 375-390 (1992).

[8] Vallellano, C., 1998, Tesis Doctoral: *Crecimiento de grietas pequeñas por fatiga en componentes con concentradores de tensión*, Universidad de Sevilla.

[9] Vallellano, C., Navarro, A. y Domínguez, J. (2000) Fatigue Crack Growth Threshold Conditions at Notches. Part I: Theory, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Vol. 23, 113-121.

[10] Vallellano, C., Navarro, A. y Domínguez, J. (2000) Fatigue Crack Growth Threshold Conditions at Notches. Part II: Generalization and Application to Experimental Results, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Vol. 23, 123-128.

[11] de los Rios, E.R. and Navarro, A. (1990), Consideration of Grain Orientation and Work Hardening on Short-fatigue-crack Modelling, Phil. Mag., Vol. 61, No. 3, pp. 435-449

MEJORA DEL CONTACTO DE CARAS DE GRIETA EN X-FEM MEDIANTE UN PLANTEAMIENTO TIPO MORTAR

E. Giner, **M. Tur**, **J.E. Tarancón**, **F.J. Fuenmayor**

Centro de Investigación de Tecnología de Vehículos - CITV
Depto. de Ingeniería Mecánica y de Materiales, E.T.S. de Ingenieros Industriales,
Universidad Politécnica de Valencia, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia, España.
E-mail: eginerm@mcm.upv.es
Tfno: 96 3877007 Ext. 76218. Fax: 96 3877629

RESUMEN

En este estudio se propone una formulación de contacto segmento-segmento (tipo integral o mortar) para establecer las restricciones con multiplicadores de Lagrange en caras de grieta cuando se utiliza el método de los elementos finitos extendido (X-FEM). Se demuestra que el contacto entre caras de grieta cuando se utiliza la técnica de X-FEM mediante restricciones puntuales introduce, en general, inexactitudes debidas al carácter no lineal de la interpolación en X-FEM, lo que da lugar a interpenetración de caras de grieta. Sin embargo, el planteamiento tipo mortar o segmento-segmento optimiza el cumplimiento de las condiciones de contacto a lo largo del segmento de caras de grieta, verificándose de forma prácticamente exacta el contacto entre caras de grieta. Se ha realizado un estudio de la convergencia en norma energética para una secuencia de mallas, demostrando las ventajas de la formulación propuesta frente a la simple restricción punto-punto.

ABSTRACT

In this study, we propose a contact formulation based on a segment-to-segment approach (also called mortar or integral formulation) that use Lagrange's multipliers to establish the contact between crack faces when using the extended finite element method (X-FEM). When formulating the contact following a point-to-point approach, it is shown that, in general, inaccuracies arise due to the non-linear character of the X-FEM interpolation within an element. This leads to crack face interpenetration. However, the segment-to-segment approach optimizes the fulfilment of the contact constraints along the whole crack segment, and in practice the contact is modelled exactly. Convergence studies have been performed for a mesh sequence, showing the advantages of the proposed methodology when compared to the simpler point-to-point formulation.

PALABRAS CLAVE: Contacto caras de grieta; X-FEM; método mortar.

1. INTRODUCCIÓN

En ciertos problemas de fatiga se pueden presentar situaciones de contacto entre caras de grieta a lo largo del ciclo de carga (p.ej. en fretting fatiga, contacto con rodadura y otros problemas sometidos a estados de carga complejos). En estas condiciones de carga, las grietas experimentan procesos de cierre con contacto entre sus caras, pudiendo encontrarse en estado de adhesión o deslizamiento con fricción [1, 2] y originando estados de carga de modo II que pueden ser importantes. El estudio de la propagación de grieta bajo cargas de compresión es también de interés en geomecánica. Es por ello que el modelado numérico del contacto entre caras de grieta con rozamiento es importante para simular el comportamiento mecánico en estas situaciones.

El modelado del contacto de caras de grieta en X-FEM se ha venido realizando mediante la aplicación de restricciones puntuales entre los extremos de los lados de elemento intersecados por la grieta [3] u otros procedimientos basados en estrategias iterativas [1, 4]. Sin embargo, cuando se utilizan elementos cuyas funciones de interpolación incluyen términos no lineales (p.ej. cuadriláteros de 4 nodos), el uso de restricciones puntuales no define correctamente el contacto en el interior de los mismos, donde las funciones de interpolación no lineales implican, en general, interpenetración entre caras de grieta. De igual modo, en elementos de extremo de grieta, las funciones no lineales de enriquecimiento ocasionan la penetración entre caras si se utilizan restricciones puntuales.

La propuesta de este trabajo consiste en utilizar una formulación integral para establecer el contacto entre los segmentos de caras de grieta dentro de cada elemento. Esta formulación segmento-segmento, basada en el método mortar, exige el cumplimiento de las condiciones de restricción de forma débil, considerando el cumplimiento de las condiciones de contacto a lo largo del segmento de caras de grieta. En [5], se puede encontrar una aplicación del método mortar en el contexto de X-FEM para el estudio de contacto de superficies en general.

2. FORMULACIÓN DEL CONTACTO

La figura 1 muestra esquemáticamente las dos caras de una grieta, $\Gamma_c^{(1)}$ y $\Gamma_c^{(2)}$, en las que se puede producir inter-

acción de contacto. Bajo la hipótesis de pequeños desplazamientos un punto $\mathbf{x}^{(1)}$ de una cara siempre interacciona con el mismo punto $\mathbf{x}^{(2)}$ de la otra cara, y se puede definir la distancia entre las caras de la grieta ("gap" normal) como

$$g_{\mathrm{N}} = (\mathbf{u}^{(2)} - \mathbf{u}^{(1)}) \cdot \mathbf{n}^{(1)} \tag{1}$$

donde $\mathbf{u}^{(i)}$ es el desplazamiento del punto en la cara (i) y $\mathbf{n}^{(1)}$ es el vector normal a la superficie.

El planteamiento del problema de contacto (sin rozamiento) se basa en encontrar el campo de desplazamientos que minimiza la energía potencial total y que cumple las condiciones de Kuhn-Tucker [6, 7]:

$$g_{\mathrm{N}} \geq 0 \qquad p_{\mathrm{N}} \geq 0 \qquad g_{\mathrm{N}}\, p_{\mathrm{N}} = 0 \tag{2}$$

donde p_{N} es la presión en la zona de contacto.

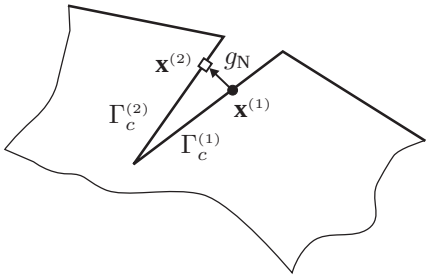


Figura 1: Contacto en las caras de la grieta.

Un planteamiento muy utilizado para resolver el problema de minimización con restricciones de contacto es el método de los multiplicadores de Lagrange, en el cual se añade una incógnita adicional al problema, el campo de los multiplicadores de Lagrange λ_{N}, que físicamente es la presión necesaria para garantizar que la distancia g_{N} es nula si se produce contacto. Desarrollando este planteamiento [6, 7] se obtienen dos ecuaciones: en la primera ecuación, se debe cumplir que el trabajo virtual de las fuerzas internas y externas (incluyendo la presión de contacto) sea nulo, es decir

$$\delta W^{int}(\delta\mathbf{u}, \mathbf{u}) - \delta W^{ext}(\delta\mathbf{u}) - \delta W^{c}(\delta\mathbf{u}) = 0 \tag{3}$$

donde el último sumando es el trabajo virtual de la presión de contacto, que se calcula como

$$\delta W^{c}(\delta\mathbf{u}) = \int_{\Gamma_c^{(1)}} \delta g_{\mathrm{N}}\ \lambda_{\mathrm{N}}\, \mathrm{d}\Gamma \tag{4}$$

La segunda ecuación es la condición de impenetrabilidad en el contacto, que se expresa de forma integral como

$$\int_{\Gamma_c^{(1)}} g_{\mathrm{N}}\ \delta\lambda_{\mathrm{N}}\, \mathrm{d}\Gamma = 0 \qquad \forall \delta\lambda_{\mathrm{N}} \tag{5}$$

Además de las ecuaciones (3) y (5) se debe cumplir que la presión de contacto sea de compresión, es decir, $\lambda_{\mathrm{N}} \geq 0$.

En el caso de que exista rozamiento entre las caras de grieta, el planteamiento mediante multiplicadores de Lagrange divide la superficie de contacto $\Gamma_c^{(1)}$, en dos partes: zona de adhesión $\Gamma_{st}^{(1)}$ y zona de deslizamiento $\Gamma_{sl}^{(1)}$. En la zona de adhesión se introduce una variable adicional, el multiplicador de Lagrange en dirección tangencial λ_{T}, que es la tensión tangencial de contacto necesaria para imponer las condiciones de adhesión. En la zona de deslizamiento la tensión tangencial de contacto es conocida (en función del deslizamiento relativo y la presión de contacto).

3. FORMULACIÓN DEL MÉTODO MORTAR MEDIANTE X-FEM

3.1. El método X-FEM

En los últimos años el método X-FEM [8] se ha consolidado como una herramienta muy eficiente para el modelado numérico de grietas de la MFEL, presentando grandes ventajas. La principal es que no necesita la generación de una malla que tenga en cuenta la discontinuidad geométrica ocasionada por la presencia de las caras de grieta. Por consiguiente, una única malla generada inicialmente es utilizada para cualquier longitud y orientación de grieta. En X-FEM, la discontinuidad generada por la presencia de las caras de grieta se formula implícitamente mediante nuevos grados de libertad adicionales en ciertos nodos (nodos enriquecidos). La solución aproximada de X-FEM para un punto de coordenadas $\mathbf{x}$ viene dada por [8]:

$$\mathbf{u}_{\mathrm{xfem}}(\mathbf{x}) = \sum_{i\in\mathcal{I}} N_i(\mathbf{x})\mathbf{u}_i + \sum_{i\in\mathcal{J}} N_i(\mathbf{x})\left[H(\mathbf{x}) - H(\mathbf{x}_i)\right]\mathbf{a}_i + \sum_{i\in\mathcal{K}}\left[N_i(\mathbf{x})\sum_{\alpha=1}^{4}\left[F_\alpha(\mathbf{x}) - F_\alpha(\mathbf{x}_i)\right]\mathbf{b}_{i\alpha}\right], \tag{6}$$

donde $\mathcal{I}$ es el conjunto de todos los nodos de la malla, $N_i(\mathbf{x})$ son las funciones de forma y $\mathbf{u}_i$ son los grados de libertad (GDL) standard del nodo i. Los subconjuntos $\mathcal{J}$ y $\mathcal{K}$ contienen los nodos enriquecidos con la función de Heaviside $H(\mathbf{x})$ o con las funciones de extremo de grieta $F_\alpha(\mathbf{x})$, respectivamente, y $\mathbf{a}_i$, $\mathbf{b}_{i\alpha}$ son los correspondientes GDL asociados al enriquecimiento. La Ec. (6) corresponde a la llamada formulación "shifted". Con esta formulación, los términos de enriquecimiento se anulan en los nodos, de coordenadas $\mathbf{x}_i$. De esta forma los GDL standard $\mathbf{u}_i$ en los nodos contienen los desplazamientos físicos tras resolver el problema. Los nodos junto al extremo de grieta se enriquecen en las dos direcciones coordenadas con cuatro funciones de extremo de grieta $F_\alpha(\mathbf{x})$ [8]:

$$F_\alpha(r,\theta) = \sqrt{r}\left[\sin\frac{\theta}{2},\ \cos\frac{\theta}{2},\ \sin\frac{\theta}{2}\sin\theta,\ \cos\frac{\theta}{2}\sin\theta\right], \tag{7}$$

con $\alpha = 1$–4 y donde r, θ son coordenadas polares definidas con origen en el extremo de grieta.

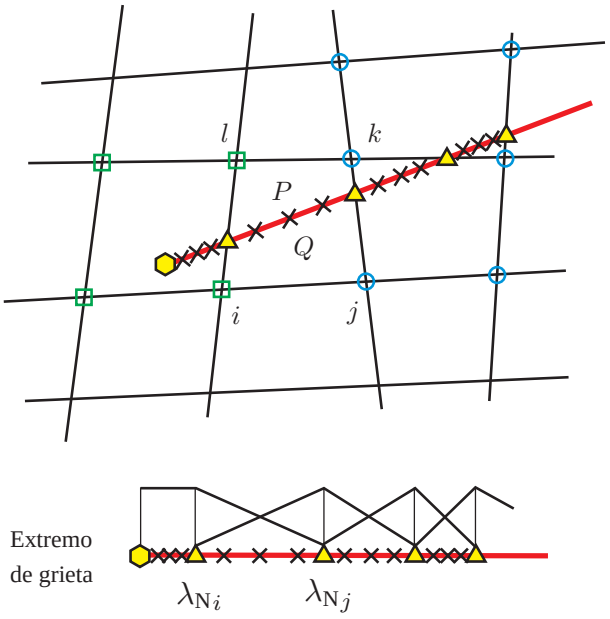


Figura 2: Intersección de la malla con la grieta e interpolación de los multiplicadores.

3.2. *Planteamiento del método mortar en X-FEM*

Con la interpolación del campo de desplazamientos (6), en función de los valores nodales y de los grados de libertad adicionales para definir el campo singular en el frente de grieta, se pueden evaluar los términos correspondientes al trabajo virtual de las fuerzas externas e internas, que se expresan en forma matricial del siguiente modo

$$\delta W^{int}(\delta\mathbf{u},\mathbf{u}) - \delta W^{ext}(\delta\mathbf{u}) = \delta\mathbf{u}^{\mathrm{T}}\,\mathbf{K}\,\mathbf{u} - \delta\mathbf{u}^{\mathrm{T}}\,\mathbf{F} \quad (8)$$

donde **u** debe ser interpretado como el vector que contiene tanto los grados de libertad standard como los de enriquecimiento (**u**, **a** y **b**). El trabajo virtual de las fuerzas de contacto y las ecuaciones de restricción dependen de la interpolación de los multiplicadores de Lagrange λ_{N} y λ_{T}. En esta figura, los triángulos señalan los puntos de corte de la grieta con los lados de elementos y el hexágono indica el extremo de la grieta. La interpolación del campo de multiplicadores de Lagrange (en dirección normal y tangencial) se define únicamente en función de los valores en los puntos de corte de la grieta con los lados de los elementos (los triángulos en el dibujo). Esta interpolación se puede expresar, en general, del siguiente modo

$$\lambda_{\mathrm{N}}^{h} = \sum_{m\in\mathcal{T}} M_m(\mathbf{x})\,\lambda_{\mathrm{N}m} \quad (9)$$

donde el conjunto $\mathcal{T}$ es el conjunto de puntos de intersección (triángulos) de la Fig. 2 y $M_m(\mathbf{x})$ corresponde a la función de interpolación del multiplicador $\lambda_{\mathrm{N}m}$ ambos asociados con un punto de intersección genérico m. La función de interpolación $M_m(\mathbf{x})$ es lineal en todos los segmentos de la grieta, excepto en el segmento que une el último punto intersección con el extremo de grieta. En este último segmento, $M_m(\mathbf{x})$ se debe tomar constante para que la interpolación pueda reproducir estados de presión de contacto uniforme. La distribución de las funciones $M_m(\mathbf{x})$ se muestra esquemáticamente en la Fig. 2. Las variaciones de los multiplicadores $\delta\lambda_{\mathrm{N}}, \delta\lambda_{\mathrm{T}}$ también se interpolan del mismo modo.

Con la definición del campo de desplazamientos y multiplicadores se pueden evaluar los términos correspondientes al trabajo virtual de la fuerzas de contacto, Ec. (4), y la ecuación de restricción de contacto (5). Las integrales que aparecen en estas ecuaciones deben ser evaluadas a lo largo de los segmentos de grieta. Tras la discretización del campo de desplazamientos mediante X-FEM (6) y del campo de multiplicadores de Lagrange mediante (9), los términos de la Ec. (4) se pueden expresar matricialmente como:

$$\delta W^{c}(\delta\mathbf{u}) = \delta\mathbf{u}^{\mathrm{T}}\,\mathbf{C}_{\mathrm{N}}{}^{\mathrm{T}}\,\lambda_{\mathrm{N}} \quad (10)$$

y para la ecuación de restricción (5):

$$\int_{\Gamma_c^{(1)}} g_{\mathrm{N}}\,\delta\lambda_{\mathrm{N}}\,\mathrm{d}\Gamma = \delta\lambda_{\mathrm{N}}^{\mathrm{T}}\,\mathbf{C}_{\mathrm{N}}\,\mathbf{u} \quad (11)$$

La matriz $\mathbf{C}_{\mathrm{N}}$ (y su análoga $\mathbf{C}_{\mathrm{T}}$ para la restricción tangencial en adhesión) provienen de realizar las integrales en (11) a nivel de elemento (y su posterior ensamblado) y, como se detallará en la Sección 3.3, contienen integrales de productos de las funciones de forma $N_i(\mathbf{x})$, funciones de enriquecimiento $H(\mathbf{x})$ o $F_\alpha(\mathbf{x})$ y funciones de interpolación del multiplicador $M_m(\mathbf{x})$. Si se suponen condiciones de contacto de adhesión en las caras de la grieta, la parte del sistema de ecuaciones global que se obtiene tras el ensamblado es la siguiente:

$$\begin{bmatrix} \mathbf{K} & \mathbf{C}_{\mathrm{N}}{}^{\mathrm{T}} & \mathbf{C}_{\mathrm{T}}{}^{\mathrm{T}} \\ \mathbf{C}_{\mathrm{N}} & 0 & 0 \\ \mathbf{C}_{\mathrm{T}} & 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \mathbf{u} \\ \lambda_{\mathrm{N}} \\ \lambda_{\mathrm{T}} \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} \mathbf{F} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad (12)$$

En (12), la ecuación de la última fila corresponde a condiciones de adhesión. En el caso de puntos en condiciones de deslizamiento, lo único que cambia es esta última fila, que se sustituye por:

$$\lambda_{\mathrm{T}k} = -\mathrm{signo}(g_{\mathrm{T}k})\,\mu\,|\lambda_{\mathrm{N}k}| \quad (13)$$

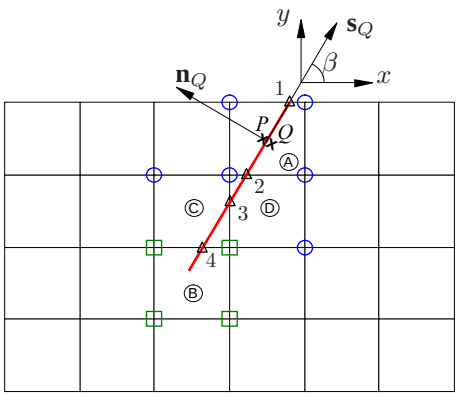


Figura 3: Malla con distintos tipos de elementos enriquecidos para el planteamiento de las restricciones.

3.3. *Ecuaciones de restricción para contacto con X-FEM*

La Fig. 3 muestra una de las mallas utilizadas en los ejemplos numéricos de la Sección 4. Supuesto el contacto en condiciones de adhesión, es necesario desarrollar la integral (5) con el fin de obtener los términos que, a nivel de elemento, contribuyen a la matriz $\mathbf{C}_{\mathrm{N}}$ (y análogamente para $\mathbf{C}_{\mathrm{T}}$). De acuerdo con la Fig. 3, la restricción de contacto normal en condiciones de adhesión implica que el "gap" normal entre dos puntos homólogos P y Q situados en las caras de grieta sea cero. De (5):

$$\int_{\Gamma_c^{(1)}} (\mathbf{u}_P - \mathbf{u}_Q) \cdot \mathbf{n}_Q \; \delta\lambda_{\mathrm{N}} \, \mathrm{d}\Gamma = 0 \qquad \forall \delta\lambda_{\mathrm{N}} \tag{14}$$

donde $\mathbf{u}_P$ y $\mathbf{u}_Q$ están expresados en componentes cartesianas $\{u_x \;\; u_y\}^{\mathrm{T}}$ y las componentes del vector unitario normal en Q son $\mathbf{n}_Q = \{-\sin\beta \;\; \cos\beta\}^{\mathrm{T}}$. La restricción análoga en dirección tangencial en condiciones de adhesión será:

$$\int_{\Gamma_{st}^{(1)}} (\mathbf{u}_P - \mathbf{u}_Q) \cdot \mathbf{s}_Q \; \delta\lambda_{\mathrm{T}} \, \mathrm{d}\Gamma = 0 \qquad \forall \delta\lambda_{\mathrm{T}} \tag{15}$$

siendo $\mathbf{s}_Q = \{\cos\beta \;\; \sin\beta\}^{\mathrm{T}}$.

3.3.1. Elementos con cuatro nodos Heaviside

El elemento A de la Fig. 3 es intersecado por la grieta y sus cuatro nodos son enriquecidos con GDL Heaviside. Se observa que hay dos puntos de intersección con los lados (puntos 1 y 2). El segmento de grieta contenido en el elemento se denotará Γ^e. Tras sustituir en (14) la variación virtual del multiplicador por la correspondiente variación interpolada según (9) a partir de los valores en las intersecciones 1 y 2 resulta:

$$\int_{\Gamma^e} (\mathbf{u}_P - \mathbf{u}_Q) \cdot \mathbf{n}_Q \, (M_1(\mathbf{x})\delta\lambda_{\mathrm{N}1} + M_2(\mathbf{x})\delta\lambda_{\mathrm{N}2}) \, \mathrm{d}\Gamma = 0, \tag{16}$$

es decir, en cada elemento de este tipo aparecen contribuciones a dos ecuaciones de restricción, una para cada multiplicador $\lambda_{\mathrm{N}1}$ y $\lambda_{\mathrm{N}2}$, ya que estos son incógnitas independientes:

$$\left[\int_{\Gamma^e} (\mathbf{u}_P - \mathbf{u}_Q) \cdot \mathbf{n}_Q \; M_1(\mathbf{x}) \mathrm{d}\Gamma\right] \delta\lambda_{\mathrm{N}1} = 0 \tag{17a}$$

$$\left[\int_{\Gamma^e} (\mathbf{u}_P - \mathbf{u}_Q) \cdot \mathbf{n}_Q \; M_2(\mathbf{x}) \mathrm{d}\Gamma\right] \delta\lambda_{\mathrm{N}2} = 0 \tag{17b}$$

En condiciones de adhesión, se plantean de forma análoga contribuciones a otras dos ecuaciones de restricción en dirección tangencial a partir de (15). Dado que las Ecs. (17) se tienen que cumplir para cualquier variación virtual de los multiplicadores $\lambda_{\mathrm{N}i}$ asociados a los puntos de intersección, las ecuaciones de restricción las constituirán las integrales entre corchetes en (17) igualadas a cero. Tras sustituir los desplazamientos por su interpolación de X-FEM (6) (la aproximación para el elemento tipo A de la Fig. 3 sólo contiene GDL standard y Heaviside), el término $(\mathbf{u}_P - \mathbf{u}_Q) \cdot \mathbf{n}_Q$ queda desarrollado como sigue:

$$(u_{yP} - u_{yQ}) \cos\beta - (u_{xP} - u_{xQ}) \sin\beta = \tag{18}$$
$$\left[-2 \sum_{i=1}^{4} N_i(\mathbf{x}_P) a_{y,i}\right] \cos\beta + \left[2 \sum_{i=1}^{4} N_i(\mathbf{x}_P) a_{x,i}\right] \sin\beta$$

donde al evaluar las diferencias $(\mathbf{u}_P - \mathbf{u}_Q)$ los términos continuos de la aproximación (6) quedan cancelados y donde se han definido los GDL Heaviside como $\mathbf{a}_i = \{a_{x,i} \;\; a_{y,i}\}^{\mathrm{T}}$. Se ha definido el signo de la función Heaviside de tal forma que $H(\mathbf{x}_P) = -1$ y $H(\mathbf{x}_Q) = +1$. Nótese que para evaluar las funciones de forma se tiene $\mathbf{x}_P \equiv \mathbf{x}_Q$, ya que son continuas. El desarrollo (18) se sustituye en las dos ecuaciones de restricción (17) y, análogamente, otras dos ecuaciones quedan planteadas en dirección tangencial a partir de (15). En total, se deben plantear cuatro ecuaciones de restricción asociadas a los multiplicadores $\lambda_{\mathrm{N}1}$, $\lambda_{\mathrm{N}2}$, $\lambda_{\mathrm{T}1}$ y $\lambda_{\mathrm{T}2}$.

El planteamiento para el elemento de extremo de grieta (elemento B en la Fig. 3) y elementos que contienen a la vez enriquecimiento Heaviside y de extremo de grieta (elementos C y D) se realiza de forma análoga.

4. EJEMPLOS NUMÉRICOS

4.1. *Contacto en elementos Heaviside*

La Fig. 4 muestra el primer problema analizado para verificar el comportamiento con elementos Heaviside. Se trata de un problema de contacto perfecto a través de una intercara inclinada $\beta = 50^{\mathrm{o}}$ respecto a la horizontal. El punto de inicio de la intercara en el lado superior es $(1{,}9, 2)$ con origen de referencia en el nodo inferior izquierdo. La placa cargada a compresión con una tensión uniforme $\sigma = 10000$ [u.d. presión] con propiedades del material $E = 10^5$ [u.d. presión], $\nu = 0{,}3$. Se ha estudiado una secuencia de 5 mallas con refinamiento h-uniforme. La Fig. 4 muestra la primera de estas mallas con 6 elementos y un tamaño de elemento $h = 1$.

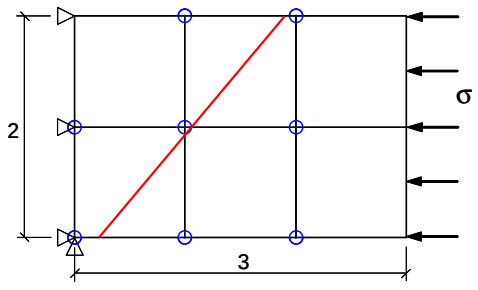


Figura 4: Problema de una intercara con contacto perfecto en adhesión. Malla 1.

Al suponer un contacto perfecto en adhesión, la solución exacta para este problema es un estado de compresión uniforme. La Fig. 5 muestra la solución obtenida utili-

zando restricciones puntuales en los puntos de intersección de la intercara con los lados de los elementos. Se observa que la deformada no se corresponde con el estado de compresión uniforme esperado debido a que las restricciones puntuales no son suficientes para impedir la interpenetración de las caras en contacto en compresión. En la Fig. 5, la línea roja a trazos representa la deformada de la cara derecha y la línea azul a trazos y puntos la cara izquierda.

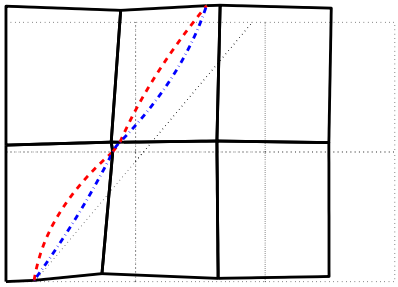


Figura 5: Deformada con restricciones puntuales (línea roja a trazos: cara derecha; línea azul a trazos y puntos: cara izquierda).

El estado de compresión uniforme exacto bajo condiciones de adhesión en la intercara implica que los desplazamientos en puntos correspondientes de las caras son idénticos. Ello supone que los GDL tipo Heaviside $\mathbf{a}_i$ introducidos en la aproximación de X-FEM deben ser idénticamente nulos para poder representar este estado en el que no existe discontinuidad. Esta solución se alcanza de forma exacta al resolver el problema de contacto mediante la formulación mortar, como se muestra en la Fig. 6.

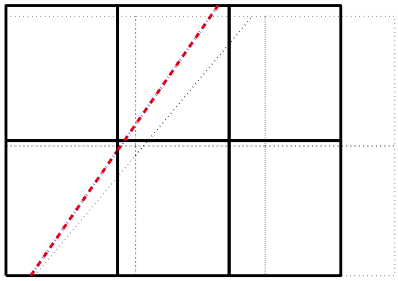


Figura 6: Deformada con restricciones tipo mortar.

Es importante señalar que la formulación mortar da lugar a la solución exacta en este problema. La integración de las restricciones a lo largo de los segmentos de grieta Γ^e se realiza con tres puntos de Gauss, que es suficiente para integrar de forma exacta los productos de funciones de forma N_i y M_m que aparecen al sustituir (18) en (17). Para este problema, la energía elástica de deformación es exactamente $U_{\text{ex}} = 3000{,}00$ [u.d.energía]. La Fig. 7 muestra el error relativo exacto η_U (en %) para la secuencia de mallas con refinamiento h-uniforme frente al tamaño de elemento. Se observa que el error en la primera malla (mostrada en la Fig. 5) es superior al 20 % cuando se utilizan restricciones puntuales. La solución obtenida con el método mortar es exacta para todas las mallas, lo que impide su representación en escalas logarítmicas como suele ser habitual.

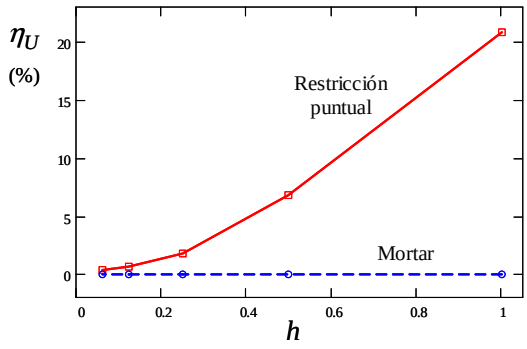


Figura 7: Error relativo en energía de deformación U frente al tamaño de elemento h.

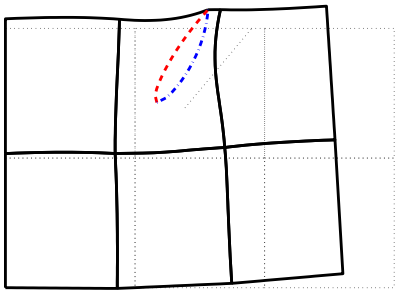


Figura 8: Deformada con restricciones puntuales (línea roja a trazos: cara derecha; línea azul a trazos y puntos: cara izquierda).

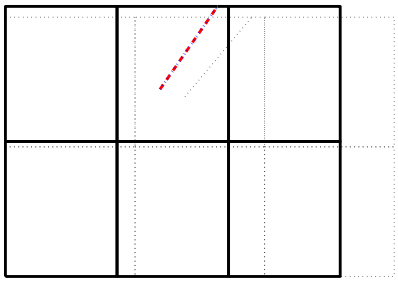


Figura 9: Deformada con restricciones tipo mortar.

4.2. Contacto en elemento de extremo de grieta

La Fig. 8 muestra la deformada del problema analizado para verificar el contacto en elementos de extremo de grieta. La grieta está inclinada $\beta = 50^{\text{o}}$ respecto a la horizontal, el punto de inicio en el lado superior es $(1{,}9, 2)$ y su longitud es $l = 0{,}8$ [u.d. longitud], de forma que no es necesario incluir enriquecimiento Heaviside para la malla de 6 elementos mostrada en la Fig. 8. Las propiedades y cargas son las mismas que en el problema anterior. Se supone también restricciones de contacto en adhesión.

En el caso de utilizar restricciones puntuales impuestas en el punto de intersección grieta-elemento, aparece in-

terpenetración de caras de grieta, Fig. 8. El origen de la no linealidad en la interpolación a lo largo de las caras de grieta es ahora doble: por un lado, las funciones de forma incluyen el término parásito xy en este problema si la grieta está inclinada respecto a los lados. Por otro, las funciones F_α dadas en (7) son no lineales, como se muestra también en la interpolación de la deformada en los lados que incluyen un nodo enriquecido con estas funciones.

Cuando se utiliza el planteamiento mortar para establecer el contacto en caras de grieta (Fig. 9), la deformada y el contacto en caras de grieta son los esperados, obteniéndose el estado de compresión uniforme correspondiente a la solución exacta.

4.3. Contacto con rozamiento

Se ha resuelto el problema de contacto bajo condiciones de deslizamiento con fricción. La Fig. 10 muestra la solución del problema para el elemento de extremo de grieta mediante restricciones puntuales, habiendo tomado $\mu = 0{,}1$. De nuevo, se observa interpenetración de caras de grieta, cumpliéndose que el punto de intersección grieta-elemento donde se aplica la restricción no atraviesa la otra cara en dirección normal y admitiéndose el deslizamiento con fricción en dirección tangencial. Con el planteamiento mortar (Fig. 11), el contacto entre caras de grieta se modela correctamente, desapareciendo la interpenetración.

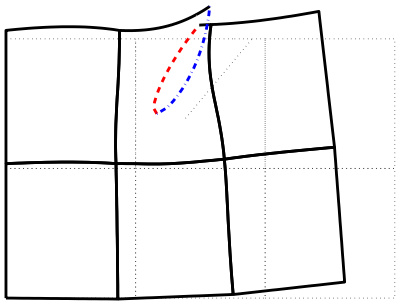


Figura 10: Contacto con rozamiento. Deformada con restricciones puntuales (línea roja a trazos: cara derecha; línea azul a trazos y puntos: cara izquierda).

5. CONCLUSIONES

Se ha propuesto una formulación mortar (o segmento-segmento) para establecer las restricciones de contacto entre caras de grieta cuando estas se modelan mediante X-FEM. Se han definido las ecuaciones de restricción necesarias para que el campo de desplazamientos de X-FEM (que incluye GDL de enriquecimiento Heaviside y de extremo de grieta) satisfaga las condiciones de no interpenetración normal entre caras y las condiciones de adhesión o deslizamiento con fricción en dirección tangencial a las caras de grieta. Mediante ejemplos numéricos se ha validado el planteamiento propuesto, tanto para el estudio de intercaras con elementos Heaviside como para elementos enriquecidos con funciones de extremo de grieta, en adhesión o en deslizamiento con fricción. Los ejemplos numéricos muestran que el método mortar permite describir las condiciones de contacto de forma correcta, evitando las interpenetraciones que aparecen cuando se utilizan restricciones puntuales.

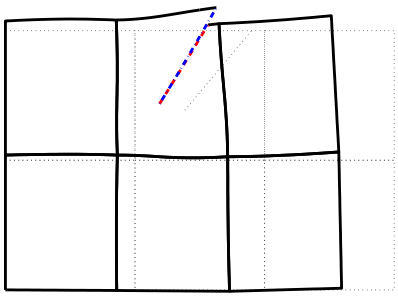


Figura 11: Contacto con rozamiento. Deformada con restricciones tipo mortar.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación por la financiación recibida a través de los proyectos DPI2007-66995-C03-02.

REFERENCIAS

[1] Ribeaucourt, R., Baietto-Dubourg, M.C., Gravouil, A. A new fatigue frictional contact crack propagation model with the coupled X-FEM/LATIN method, *Comp Methods Appl Mech Engng* **196**(33-34), 3230-3247, 2007.

[2] Hills, D.A., Nowell, D. Mechanics of Fretting Fatigue, Solid mechanics and its applications, Vol. 30, Kluwer Academic Press, 1994.

[3] Dolbow, J. An extended finite element method with discontinuous enrichment for applied mechanics. Tesis Doctoral. Northwestern University, USA, 1999.

[4] Dolbow, J., Moës, N., Belytschko, T. An extended finite element method for modeling crack growth with frictional contact. *Comp Methods Appl Mech Engng* **190**, 6825-6846, 2001.

[5] Kim, T.Y., Dolbow, J., Laursen, T. A mortared finite element method for frictional contact on arbitrary interfaces. *Comput Mech* **39**, 223-235, 2007.

[6] Wriggers, P. Computational Contact Mechanics. John Wiley & Sons, Ltd., 2002.

[7] Laursen T.A. Computational Contact and Impact Mechanics. Springer, 2002.

[8] Moës, N., Dolbow, J., Belytschko, T. A finite element method for crack growth without remeshing. *Int J Numer Methods Engng* **46**(1):131–150, 1999.

FORMULATION AND IMPLEMENTATION OF COHESIVE FRACTURE MODELS IN THE SYMMETRIC GALERKIN BOUNDARY ELEMENT METHOD. STUDY OF MODE I CRACK GROWTH

L. Távara[1], V. Mantič[1], L. Gray[2], F. París[1], A. Salvadori[2,3]

[1] Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales
Escuela Técnica Superior de Ingenieros, Universidad de Sevilla
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España. Telf: 954487300
E-mail: ltavara@esi.us.es, mantic@esi.us.es, paris@esi.us.es

[2] Computer Science and Mathematics Division
Oak Ridge National Laboratory
Oak Ridge, TN 37831-6367, USA
e-mail: graylj1@ornl.gov

[3] Department of Civil Engineering, University of Brescia,
Via Branze 38, 25123 Brescia, Italy
e-mail: alberto@ing.unibs.it

RESUMEN

Se desarrolla e implementa, en un código computacional, una formulación simétrica de ecuaciones integrales de contorno para la solución de problemas con presencia de grietas, cuya propagación está controlada por un modelo cohesivo de fractura. Se considera un material homogéneo isótropo y elástico-lineal. El código desarrollado se aplica al ensayo "wedge split", comparando los resultados numéricos obtenidos con los datos experimentales disponibles en la bibliografía. Es importante mencionar que el uso del método de los elementos de contorno es bastante atractivo para esta clase de problemas debido a que todas las no linealidades se encuentran localizadas en el contorno de un dominio elástico-lineal. Además el uso del enfoque de Galerkin para la discretización de la formulación simétrica de ecuaciones integrales de contorno asegura la eficiencia, estabilidad y convergencia rápida de la solución numérica.

ABSTRACT

A symmetric boundary integral formulation is developed and implemented in a computational code for the solution of problems with cracks whose growth is governed by a cohesive fracture model. A homogeneous isotropic and linear-elastic material is considered. The computational code has been applied to the wedge split test, and the numerical results with the experimental data presented in the literature. It is important to mention that Boundary Element Methods (BEMs) are very attractive for this class of problems because all the non-linearities are located on the boundary of a linear elastic domain. The symmetric-Galerkin formulation of Boundary Integral Equations (BIEs) ensures efficiency, stability and good convergence properties of the numerical solution.

KEYWORDS: Cohesive Zone Model, boundary integral equation, SGBEM.

1. INTRODUCTION

The methods employed to simulate crack propagation have been traditionally based on Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) and have assumed the presence of a crack. This fact made difficult to study crack initiation. Recently, other models have been intensively developed, e.g. the Cohesive Zone Models (CZMs), which assume hypotheses different from those adopted in LEFM, and avoid the presence of a stress singularity at the crack tip. These models are suitable to study both crack initiation and propagation, and also to estimate the fracture energy and the maximum allowable load of a structure.

In the present work, the Ortiz – Pandolfi [1] CZM is implemented in a 2D Symmetric Galerkin BEM (SGBEM) code. The original version of this code [2] solved plane elastic problems including several homogenous isotropic linear-elastic materials with traction-free cracks inside a homogenous material. The materials were considered to be perfectly bonded along their interfaces.

Constitutive equations of a CZM include a representation of a softening branch, which makes a problem with cohesive cracks strongly non-linear. Thus, the development and implementation of a suitable solution algorithm capable of following the evolution of the cohesive zone (modeling the crack growth) becomes an important issue. An arc-length control combined with a Newton-Raphson algorithm for iterative solution of nonlinear equations is used in the present work.

The SGBEM has several advantages in comparison with the traditional collocation BEM, e.g., a consistent treatment of subdomain corners or discontinuities of boundary conditions (changing abruptly their value or kind) where traction discontinuities can take place. SGBEM provides the required number of equations without the necessity of additional equations as in the case of the collocational BEM. The SGBEM uses both the strongly singular displacement BIE and the hypersingular traction BIE in such a way that the discretizations of these BIEs leads to a symmetric linear system of algebraic equations, with positive or negative definite diagonal blocks associated to unknown tractions or displacements.

2. SGBEM

A short review of the SGBEM is provided in this section. The implementation details of the algorithm employed herein are discussed in Sutradhar et al. [3] and Gray [4], works by Bonnet and co-workers [5, 6] can be recommended as well.

2.1 Boundary Integral Equations

The primary boundary integral equation for elasticity is the Somigliana displacement identity:

$$\mathcal{U}(P) = \frac{1}{2}u_k(P) + \int_\Gamma [T_{kj}(P,Q)u_j(Q) - U_{kj}(P,Q)t_j(Q)]dQ = 0\,, \quad (1)$$

where Γ is the boundary of the domain Ω, P is a point on a smooth part of Γ, and $\boldsymbol{u}$ and $\boldsymbol{\tau}$ denote the displacement and traction vectors, respectively. The integral kernel $\boldsymbol{U}(P,Q)$ is generally taken as the Kelvin fundamental solution for the displacement at Q given a point load at P in an infinite medium.

For the SGBEM in general and for a fracture analysis in particular, the Somigliana traction identity is essential. Formally differentiating Eq. (1) with respect to P, applying the Hooke constitutive law, and multiplying by the unit normal vector to Γ at the point P yields:

$$\mathcal{T}(P) = \frac{1}{2}t_k(P) + \int_\Gamma [S_{kj}(P,Q)u_j(Q) - T^*_{kj}(P,Q)t_j(Q)]dQ = 0\,, \quad (2)$$

A rigorous derivation of Eq. (2) can be found in the cited references on SGBEM. Notice that, due to the singularity in the kernel functions at $r=|P-Q|=0$, moving the derivative with respect to P under the integral is, in general, not justified.

2.2 Galerkin discretization scheme

In a Galerkin formulation, the displacement and traction integral equations are enforced 'on average', in the form:

$$\int_{\partial B} \psi_l(P)\mathcal{U}(P)dP = 0,$$
$$\int_{\partial B} \psi_l(P)\mathcal{T}(P)dP = 0, \quad (3)$$

where the weight function $\psi_l(P)$ is comprised of all shape functions that are equal to one at the node P_l and zero at other nodes. In this way a sufficient number of equations to solve for the boundary unknowns can be obtained. The shape functions themselves are determined by the choice of how the boundary displacements and tractions are interpolated.

Note that in the Galerkin discretization of the above BIEs the source and field points P and Q are treated equally, and the weakly singular kernel $\boldsymbol{U}$ and the hypersingular kernel $\boldsymbol{S}$ fulfill the following reciprocity equations:

$$U_{kj}(P,Q) = U_{jk}(Q,P), \quad S_{kj}(P,Q) = S_{jk}(Q,P). \quad (4)$$

Thus, if displacements are specified everywhere on the boundary, the displacement equation in (3) leads to a symmetric system of equations for the unknown tractions. Similarly the traction equation in (3) yields a symmetric matrix if tractions are prescribed along the whole boundary. In general, if the displacement equation is employed on the part of the boundary where displacements are specified, while the traction equation is employed on the part of the boundary where tractions are known, then the resulting linear system is symmetric. This follows from the fact that $\boldsymbol{T}$ and $\boldsymbol{T}^*$ are adjoint kernels.

For standard fracture analysis problems, wherein the boundary conditions on the crack are specified tractions, the symmetry is remarkably simple: the above prescription (writing the traction equation on the crack surface) retains the symmetry, with the proviso that the unknowns on the fracture surface are now the jumps in displacements, and the complementary variables are the sum of the known tractions, see e.g. [4].

At first glance, it might appear that the symmetry would be out of the question for a cohesive fracture model. However, and as shown in [7] for interface cracks and in the present work for cracks in homogenous materials, it is possible (and desirable) to obtain a symmetric formulation.

3. COHESIVE ZONE MODELS

Cohesive zone models combine the Strength of Materials formulation for crack initiation with the Fracture Mechanics for crack propagation. Cohesive zone formulations relate displacement discontinuities across the crack, δ_i, to the traction vector, t_i, in a zone located ahead of the crack tip [8, 9].

A constitutive law relating the cohesive tractions to the relative displacements is required for modelling the behaviour of the material in the process zone. The constitutive law may be formally written as $t_i = k.\delta_i$, where k is generally a function of δ_i. A fundamental aspect in the formulation of the constitutive model is the requirement that the energy dissipated at crack propagation must be equal to the fracture toughness, i.e., the following relation must be satisfied:

$$\int_0^{\delta_{if}} t_i d\delta_i = G_c \,, \tag{5}$$

where δ_{if} is the maximum value of a relative displacement

3.1 Ortiz- Pandolfi model

The relation between tractions and relative displacements in the cohesive zone proposed in [1], requires the concept of *effective opening displacement* δ:

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \beta\delta_2^2} \,, \tag{6}$$

Different weights are assigned to the normal opening displacement (δ_1) and sliding (δ_2) through the parameter β.

Following [1] the existence of a free energy density per unit undeformed area is postulated. In isothermal conditions, under the assumption of isotropic material, it has the form:

$$\phi = \phi(\delta, \boldsymbol{q}) \,, \tag{7}$$

where $\boldsymbol{q}$ is a suitable collection of internal variables which describe the elastic processes attendant to decohesion. From the first and second laws of thermodynamics, it is possible to show that the cohesive law takes the form:

$$\boldsymbol{t} = grad_{\delta}[\phi] \,. \tag{8}$$

Finally, the evolution of internal variables is governed by a set of kinetics relations of the general form

$$\dot{\boldsymbol{q}} = f(\delta, \boldsymbol{q})$$

It is assumed that the free energy ϕ depends on δ only through the effective opening displacement. This implies that in (7):

$$\boldsymbol{t} = grad_{\delta}[\phi] = \left(\frac{\partial\phi}{\partial\delta} \frac{\partial\delta}{\partial\delta_i} \right)_{i=1,2} = \frac{\partial\phi}{\partial\delta} \frac{\delta_1 \boldsymbol{n_1} + \beta^2 \delta_2 \boldsymbol{n_2}}{\delta} \tag{10}$$

where $\boldsymbol{n_i}$ is the component of the unit vector in the i-direction. If no unloading is considered, ($\partial\phi/\partial\delta$) may be taken to be independent of $\boldsymbol{q}$. In such a case a simple expression for the potential ϕ is furnished by Smith and Ferrante´s universal binding law [1]:

$$\phi(\delta) = e\sigma_c\delta_c \left[1 - \left(1 + \frac{\delta}{\delta_c} \right) e^{-\frac{\delta}{\delta_c}} \right], \tag{11}$$

where $e \approx 2.71828$ is the base of the natural logarithm, σ_c is the maximum cohesive normal traction and δ_c is a characteristic opening displacement. From (11) it is easy to obtain:

$$\frac{\partial\phi}{\partial\delta}(\delta) = t = e\sigma_c \frac{\delta}{\delta_c} e^{-\frac{\delta}{\delta_c}} \tag{12}$$

It is interesting to specify (10) for pure mode I. The normal tractions are shown in Figure 1 and it reads as follows:

$$\frac{\partial\phi}{\partial\delta}(\delta) = t = e\sigma_c \frac{\delta_1}{\delta_c} e^{-\frac{\delta_1}{\delta_c}} \tag{13}$$

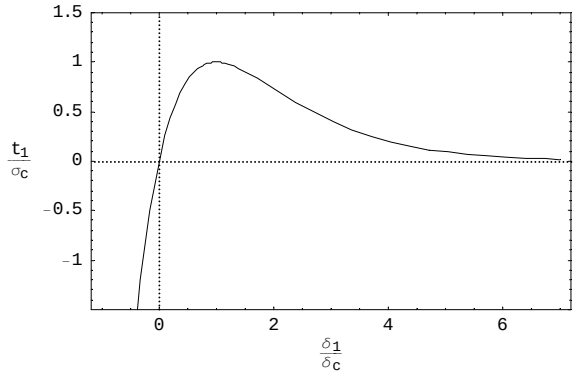


Figure 1. Normal tractions across the cohesive surface as a function of δ_1 with δ_2=0.

4. CZM AND SGBEM

Consider a body of an arbitrary shape B which contains a crack (cohesive or not). The boundary Γ of the body B is composed of the non-crack boundary Γ_b and the crack surface Γ_c. The crack surface Γ_c consists of two coincident surfaces Γ_c^+ and Γ_c^- which represent the upper and lower crack surfaces respectively. As explained in [2] it suffices to discretize the upper crack surface Γ_c^+ as the crack surfaces are usually symmetrically loaded, i.e $\boldsymbol{t}_c^- = -\boldsymbol{t}_c^+$. Thus the Somigliana displacement (u-BIE) and traction (t-BIE) identities written for an interior point P take the following form:

$$u_k(P) = \int_{\Gamma_b} [U_{kj}(P,Q) t_j(Q) - T_{kj}(P,Q) u_j(Q)] dQ - \int_{\Gamma_c^+} T_{kj}(P,Q) \Delta u_j(Q)] dQ \,, \tag{14}$$

$$t_k(P) = \int_{\Gamma_b} [T^*_{kj}(P,Q)t_j(Q) - S_{kj}(P,Q)u_j(Q)]dQ - \int_{\Gamma_c^+} S_{kj}(P,Q)\Delta u_j(Q)dQ \,. \quad (15)$$

In the Galerkin approximation for the non-crack boundary Γ_b, the limit of (14) and (15) is taken as $\Omega \ni P \to \Gamma_u$ and Γ_t, respectively; where Γ_u is the portion of the boundary with prescribed displacements u_u and Γ_t is the portion of the boundary with prescribed tractions t_t. As tractions are prescribed on the crack surface Γ_c^+, only Equation (15) is written for source points on Γ_c^+.

Discretizing the limit forms of Equations (14) and (15) the following system is obtained in block matrix form:

$$\begin{bmatrix} H_{bb} H_{bc} \\ H_{cb} H_{cc} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} u_b \\ \Delta u_c \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} G_{bb} & 0 \\ G_{cb} G_{cc} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} t_b \\ -t_c^+ \end{Bmatrix}, \quad (16)$$

where the subscripts *b* and *c* denote the contribution of the non-crack boundary and (upper) crack surface respectively. The vector t_b includes known tractions t_t and unknown tractions t_u. Similarly, u_b includes the known displacements u_u and unknown displacements u_t. Equation (16) can be written in terms of the known and unknown boundary displacement and traction values as:

$$\begin{bmatrix} H_{uu} H_{ut} H_{uc} \\ H_{tu} H_{tt} H_{tc} \\ H_{cu} H_{ct} H_{cc} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} u_u \\ u_t \\ \Delta u_c \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} G_{uu} G_{ut} & 0 \\ G_{tu} G_{tt} & 0 \\ G_{cu} G_{ct} G_{cc} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} t_u \\ t_t \\ -t_c^+ \end{Bmatrix}, \quad (17)$$

where, the subscripts u, t and c represent the terms corresponding to the non-crack boundary with prescribed displacements Γ_u, non-crack boundary with prescribed tractions Γ_t and the crack surface Γ_c^+, respectively. To rearrange Equation (16) into the form $[A]\{\dot{x}\} = \{\dot{b}\}$, multiply the t-BIEs by -1, and make use of the relation $\dot{t}_i = k\dot{\delta}_i$ in the crack cohesive zone (which relates the traction along the crack cohesive surface ($\boldsymbol{t}_c^+ = t_i$) with the crack opening displacement ($\Delta \boldsymbol{u_c} = \delta_i$) in a specific period of time). In this way we finally arrive at the system written in terms of rates of elastic variables:

$$\begin{bmatrix} -G_{uu} & H_{ut} & H_{uc} \\ G_{tu} & -H_{tt} & -H_{tc} \\ G_{cu} & -H_{ct} & -H_{cc} - kG_{cc} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \dot{t}_u \\ \dot{u}_t \\ \Delta \dot{u}_c \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} -H_{uu}\dot{u}_u + G_{ut}\dot{t}_t \\ H_{tu}\dot{u}_u - G_{tt}\dot{t}_t \\ H_{cu}\dot{u}_u + G_{ct}\dot{t}_t \end{Bmatrix} \quad (18)$$

The final coefficient matrix of this system is symmetric due to the reciprocity relations of the integral kernel tensors as shown in [10] where a similar matrix is obtained for the case of traction free cracks. The only difference is the {3,3} block of the linear system matrix ($-H_{cc} - kG_{cc}$).

At first sight the ($-H_{cc} - kG_{cc}$) block appears non-symmetric but as the G_{cc} matrix is a mass matrix this block keeps the desired symmetry.

5. NONLINEAR SOLUTION ALGORITHM

The non-linear nature of problems found in structural analysis, as the case of modelling cohesive fracture, often requires the use of sophisticated analysis techniques. The arc-length method is a powerful solution method, allowing for the evolution of the equilibrium states of a problem at various load levels [11]. All these equilibrium states trace the load-displacement response of the structure in which the applied load varies proportionally as a function of a unique load parameter called herein λ. In such a case, for a system with *n* degrees-of-freedom (DOF), the *n+1* unknowns u = (x, λ) completely define the problem.

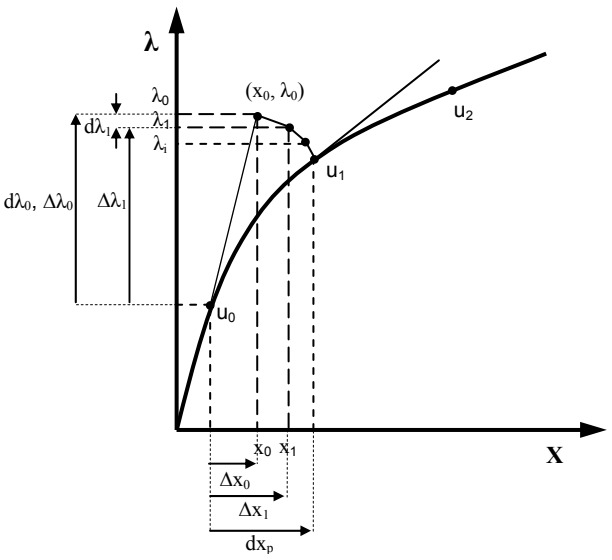


Figure 2. Arc-length method with the Newton-Raphson method as iterative scheme.

In Figure 2 the variables used in the arc-length method are shown, where the vectors u_p (p = number of step), in the case of SGBEM, is formed by the unknown displacements and tractions in a converged equilibrium point, while x_i (i = number of iteration) is the vector of unknowns in the Newton-Raphson iterations between two converged equilibrium points, before equilibrium is reached.

The arc-length scheme has several forms in its discrete formulation; the one used in the present work is the normal-flow algorithm [12], where successive Newton-Raphson iterations converge to the equilibrium solution along a path which is normal (in an asymptotic sense) to the so-called Davidenko flow. The Davidenko flow can

be described by considering a small perturbation to the nonlinear system of equations.

The flow chart of the normal flow algorithm is shown in Figure 3, where the following variables are used:

$Sign[\ ]$ is the Sign function (19a)
$d_I = [K_t]^{-1}\{r\}$ (19b)
$d_{II} = [K_t]^{-1}\{f_{ext}\}$ (19c)

where K_t is the tangential stiffness matrix of the considered structure, $\{r\}$ is the residual vector and $\{f_{ext}\}$ is the external load and constraints vector.

One very important issue of the procedure is the scaling of the known and unknown variables involved in the solution of a nonlinear system of equations. The elements in the final systems should have similar orders of magnitude, so as to aid the performance of the non-linear numerical solvers.

Loop on steps (p = 1, p_{max})

(Predictor phase)
$d\lambda_0$ (is assigned only in the first step)
$sig = Sign\ [dx_p^T . d_{II}]$
$d\lambda_0 = sig\ .\ d\lambda_0$
$dx_0 = d\lambda_0\ .\ d_{II}$
$x_0 = u_0 + dx_0$

Loop on iterations (i = 1, i_{max})

(Corrector phase)

$$d\lambda_i = \frac{[d_{II}\,|_{x_i}]^T.[d_I\,|_{x_i}]}{[d_{II}\,|_{x_i}]^T.[d_{II}\,|_{x_i}]}$$

$dx_i = d\lambda_i\ .\ d_{II} + d_I$
$x_i = x_i + dx_i$

convergence test

end loop

Figure 3. Flow chart of the normal flow arc-length method.

6. NUMERICAL RESULTS

In order to verify the capability of the numerical model to reproduce experimental results, the wedge split test for a concrete mix, studied in [13], was modelled by the SGBEM code.

The material characteristics are Young´s modulus E = 25200 MPa, Poisson's ratio ν = 0.22, specific fracture energy G_{Ic} = 101 J/m^2, and the values for the Ortiz model are maximum cohesive stress σ_c = 2.3 MPa and critical opening displacement $\delta_c = 1.61547 \times 10^{-5}$ m. It is important to mention that in this case the parameter β is not used, due to the Mode I character of the problem.

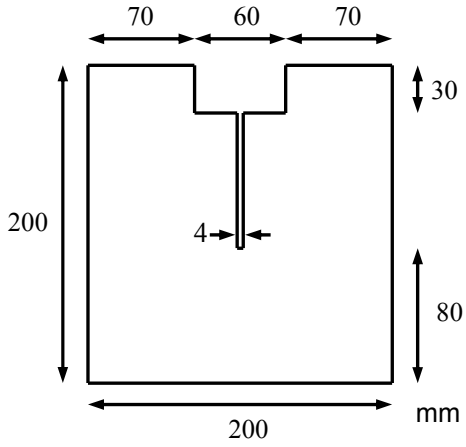


Figure 4. Specimen dimensions of the wedge split test.

The specimen dimensions are shown in Figure 4. The numerical results obtained with the SGBEM code are represented by the load – displacement global response curve shown in Figure 5.

The solution algorithm was implemented using the full Newton-Raphson method. The prediction phase includes the determination of the arc-length step size at each increment.

The first step includes the selection of an appropriate value for the arc length $d\lambda_0$. The arc-length is adjusted from one step to the next using the following simple formula:

$$d\lambda_{p+1} = d\lambda_n\ .\ m / n \qquad (20)$$

where m is the number of iterations that were required at the previous step and n is the (user specified) desired number of iterations at each step. This procedure allows larger steps to be taken when the solution is converging easily, and forces the solver to take smaller steps when convergence is more difficult. For the present work, n was selected between 3 and 4 so as to achieve the most favourable results in terms of computational time.

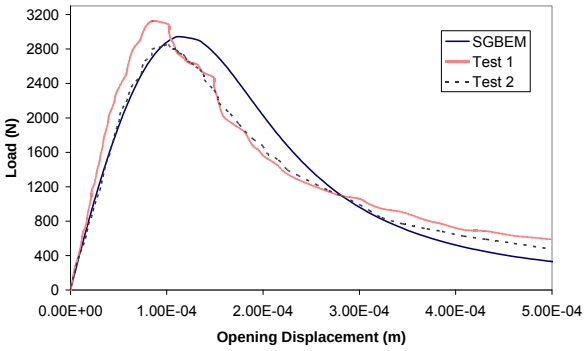


Figure 5.Load Displacement prediction and experimental results [13].

7. CONCLUSIONS

In the present work a symmetric boundary integral formulation of single-domain problems with cohesive cracks has been proposed. This approach is likely to be suitable for engineering applications involving isotropic materials.

The implementation of the formulation in a 2D SGBEM code has been carried out. The introduction of the cohesive zone requires an iterative solution procedure to solve the equations resulting from the boundary integral formulation; the arc-length with the normal flow method has been implemented.

The existence and uniqueness of the solution of the equations basically depend on the adopted cohesive law. Non-linear constitutive equations typically present a softening branch and this peculiarity can cause a multiplicity of solutions to the rate problem.

As shown by the numerical results presented, the cohesive zone formulation correctly modelled the crack growth behaviour. By adjusting the parameters of the discrete model (σ_c and δ_c in the case of the Ortiz-Pandolfi model for Mode I), predicting the real behavior of structures should be possible.

The present work is a starting point to study the possibilities of different cohesive models presented in literature, as well as different arc-length solver schemes applied in a SGBEM setting.

ACKNOWLEDGEMENTS

The work was supported by the Junta de Andalucía (Projects of Excellence TEP-1207, TEP 02045 and P08-TEP 04051) and the Spanish Ministry of Education and Science through Projects TRA2005-06764 and TRA2006-08077. The authors thank Dr. A.-V. Phan (University of South Alabama) for the BEM code employed in this work.

REFERENCES

[1] Ortiz M. and Pandolfi A., Finite-Deformation irreversible cohesive elements for three dimensional crack propagation analysis, International Journal for Numerical Methods in Engineering. 44, 1267-1283, 1999.

[2] Phan A. V., Napier J. A. L., Gray L. J., and Kaplan T. Symmetric-Galerkin BEM simulation of fracture with frictional contact. International Journal for Numerical Methods in Engineering, 57(6):835–851, 2003.

[3] Sutradhar, G. Paulino, Gray L., Symmetric Galerkin Boundary Element Method, Springer, 2008.

[4] Gray L. J., Evaluation of singular and hypersingular Galerkin boundary integrals: direct limits and symbolic computation. In V. Sladek and J. Sladek, editors, Singular Integrals in the Boundary Element Method, Advances in Boundary Elements, chapter 2, pages 33–84. Computational Mechanics Publishers, 1998.

[5] Bonnet M., Boundary Integral Equation Methods for Solids and Fluids. Wiley and Sons, England, 1995.

[6] Bonnet M., G. Maier, and C. Polizzotto, Symmetric Galerkin boundary element method. ASME Appl. Mech. Rev., 51(11):669–704, 1998.

[7] Salvadori, A., A symmetric boundary integral formulation for cohesive interface problems, Computational Mechanics, 32, 381-391, 2003.

[8] Dugdale D.S., Yielding of steels sheets containing slits, Journal of Mechanics and Physics of Solids, 8, 100-104, 1960.

[9] Hilleborg A. Modeer M. and Petersson P.E., Analysis of a crack formation and crack growth in concrete by fracture mechanics and finite elements, Cement and Concrete Research, 6, 773-782,1976.

[10] Gray L. J. and Paulino G. H., Symmetric Galerkin boundary integral fracture analysis for plane orthotropic elasticity. Computational Mechanics, 20:26–33, 1997.

[11] Fafard M. and Massicotte B., Geometrical Interpretation of the arc-length method, Computers & Structures, 46, 603-615, 1993.

[12] Ragon S.A., Gürdal Z. and Watson L.T., A comparison of three algorithms for tracing nonlinear equilibrium paths of structural systems, International Journal Solid & Structures, 39, 689-698, 2002.

[13] Denarié E. Saouma V.E. Iocco A. Varelas D., Concrete fracture process zone characterization with fiber optics, Journal of Engineering Mechanics, 127:5, 494-502, 2001.

VALIDACIÓN DE MODELOS NUMÉRICOS CON TÉCNICAS EXPERIMENTALES DE CORRELACIÓN DE IMAGEN EN MECÁNICA DE LA FRACTURA

P. López-Crespo[1], D. Camas-Peña[2a], A. González-Herrera[2b] , J. R. Yates[3], J. Zapatero[2c]

[1] School of Materials, University of Manchester, Grosvenor Street,
Manchester M1 7HS, Reino Unido.
E-mail: pablo.lopezcrespo@manchester.ac.uk

[2]Departamento de Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación, E.T.S. de Ingenieros Industriales, Universidad de Málaga, Plaza del Ejido s/n, 29071, Málaga, España.
E-mail: [2a]danicamas@gmail.com; [2b]agh@uma.es; [2c]jzapatero@uma.es

[3]Mechanical Engineering Department, University of Sheffield, Mappin Street, Sheffield S1 3JD, Reino Unido.
E-mail: j.yates@sheffield.ac.uk

RESUMEN

La vida de materiales sometidos a fatiga está afectada en gran medida por fenómenos de cierre de grieta originados por la plasticidad desarrollada en la punta de la grieta. Mediante el método de los elementos finitos se puede estudiar con mucha precisión el problema del cierre de grieta. Además proporciona información muy valiosa acerca de los fenómenos que ocurren en el interior del material. En el presente trabajo se ha estudiado la distribución de tensiones a través del espesor, mediante modelos de elementos finitos tridimensionales. Se ha observado que la transición entre el interior de la probeta (deformación plana) y la superficie (tensión plana) no responde al comportamiento que predicen los modelos bidimensionales. Por otro lado, estos resultados numéricos se han comparado y validado a partir de datos experimentales. Para ello se ha medido mediante correlación de imágenes el campo de desplazamientos en torno a la punta de la grieta en la superficie de la probeta. La similitud de los desplazamientos obtenidos por elementos finitos y por correlación de imágenes permite validar el modelo numérico utilizado.

ABSTRACT

Plasticity-induced crack closure has a relevant influence on the fatigue life of metallic materials. Finite element methods allow the study of crack closure with great detail and can provide valuable information about phenomena occurring in the bulk of the material. The present work the distribution of stresses through the thickness of a cracked specimen has been studied using 3D FE simulations. It was found that the transition between the interior of the specimen (plane strain) and the surface (plane stress) differs from that predicted by 2D plane stress models. In addition, an attempt is presented to experimentally validate the results at the surface level. For this purpose full-field image correlation technique was utilized. This allowed direct comparison between the displacement field predicted by the numerical simulations and the experimental results measured by digital image correlation.

PALABRAS CLAVE: Elementos finitos, cierre de grieta en fatiga, correlación de imágenes.

1. INTRODUCCIÓN

Debido a las deformaciones plásticas que se producen en la aplicación de ciclos de carga en fatiga, la vida a fatiga de los componentes estructurales puede verse modificada de forma considerable. Uno de los mecanismos que tiene mayor relevancia en este efecto es el cierre de grieta inducido por plasticidad, por el cual se puede reducir la velocidad de propagación de las grietas de fatiga, consiguiéndose de esta forma mejoras substanciales en la vida residual de componentes [1]. Sin embargo existen diversos aspectos relacionados con el cierre de grieta que todavía están sujetos a discusión. Uno de tales aspectos es la transición entre el interior del material y la superficie, es decir, transición entre condiciones de deformación plana y condiciones de tensión plana [1].

El modelado tridimensional mediante el método de los elementos finitos permite extraer información muy valiosa del comportamiento de la grieta a lo largo del espesor. De esta forma se puede caracterizar con exactitud el problema del cierre de grieta [2] y del tamaño de la zona plástica [3]. Se ha encontrado que la presencia del cierre de grieta inducido por plasticidad es

mucho más pronunciada en la región más cercana a la superficie de la probeta. Además se ha observado que la transición entre condiciones de deformación plana y condiciones de tensión plana depende fuertemente del espesor de la probeta y de las condiciones de carga.
El método de los elementos finitos permite caracterizar distintos fenómenos que ocurren en el interior de la probeta. Sin embargo, la complejidad de los modelos utilizados requiere validaciones con datos experimentales. En este trabajo se pretende realizar una validación de los resultados numéricos con observaciones experimentales realizadas mediante técnicas de correlación de imágenes.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Los experimentos se han desarrollado con una probeta *wedge opening loaded* (WOL) [4]. Ésta es una geometría parecida a la probeta *compact tension* (CT) pero con la dimensión paralela a la dirección de crecimiento de grieta más grande. De este modo permite mayor crecimiento de grieta que la probeta CT. La probeta fue mecanizada a partir de una lámina de aleación de aluminio 2024 T351. A partir de la entalla inicial, se aplican ciclos de carga en fatiga hasta que la grieta alcanza 24 mm. El rango de cargas de tensiones, ΔK, es aproximadamente 10 MPa$\sqrt{m}$, la relación de cargas, R, 0.1 y la frecuencia de carga de 10 Hz.
La adquisición de los datos experimentales se ha realizado mediante técnicas de correlación de imágenes. El análisis se lleva a cabo en la superficie, y permite obtener un campo completo de desplazamientos dentro de plano (bi-dimensionales). Las técnicas están basadas en la comparación de dos imágenes, una tomada antes de la aplicación de las cargas y una segunda del objeto sometido a carga. El siguiente paso consiste en dividir esta imagen en una matriz de sub-imágenes con forma rectangular para a continuación buscar su posición exacta en la imagen deformada. Esta comparación se lleva a cabo mediante un algoritmo de correlación [5]. Cada vector de desplazamiento se calcula correlacionando sub-imágenes de 32 × 32 pixels, superpuestos un 50 %. De esta forma se mejoran la relación señal-ruido y la resolución espacial.

La adquisición de imágenes se llevó a cabo con una cámara digital CCD de 1600 × 1200 pixels y 16384 niveles de gris. Asimismo se instaló un objetivo de 55 mm a la cámara. Con el fin de introducir las heterogeneidades necesarias para el óptimo funcionamiento de la técnica, la superficie fue levemente pulida con papel de lija.
Los ensayos se llevaron a cabo en una máquina servo-hidráulica de 50 kN. En la figura 1 se muestra el montaje experimental utilizado.

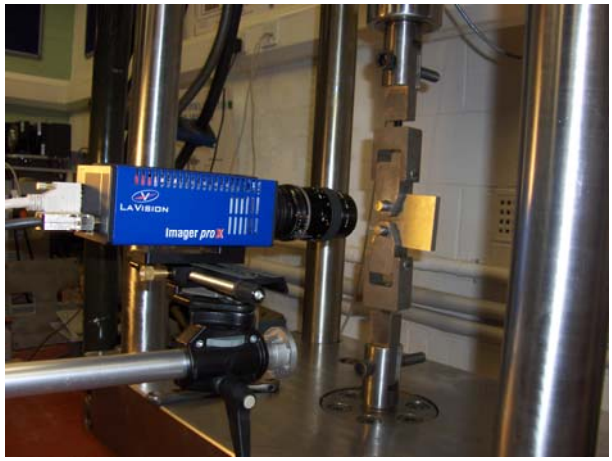


Figura 1. Montaje experimental utilizado en los ensayos.

Las fotografías digitales, fueron tomadas antes y después de aplicar la carga. El formato de las fotografías fue de 15 × 11 mm, con el vértice de la grieta situado aproximadamente en el centro de la fotografía. La probeta fue sometida a cargas de modo I de 24.0 y 3.8 MPa$\sqrt{m}$. En cada caso se obtuvo mediante correlación de imágenes un campo de desplazamiento asociado al estado de carga, para posteriormente ser comparado con los resultados procedentes de la simulación.

3. MODELO NUMÉRICO

Se desarrolló un modelo numérico con la misma geometría y el mismo material utilizados en los experimentos. Las simulaciones se realizaron con el software ANSYS. Se asumió un comportamiento del material con endurecimiento isotrópico. Se realizaron simulaciones de los mismos estados de carga a que se sometió la probeta experimentalmente, a saber, cargas de modo I de 24.0 y 3.8 MPa$\sqrt{m}$. En la figura 2 se muestra el mallado tridimensional empleado en las

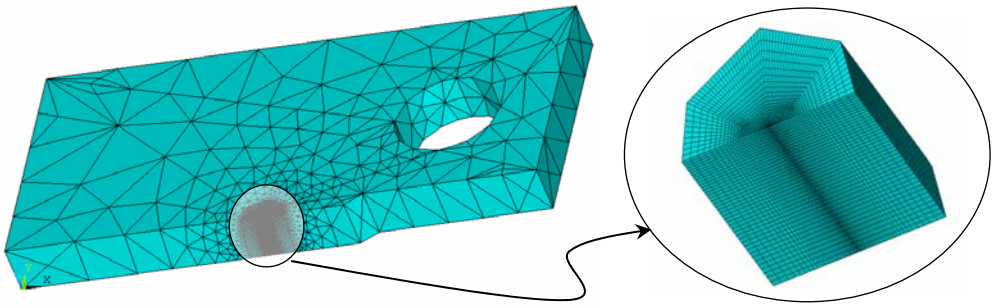


Figura 2. Modelo de elementos finitos empleado.

simulaciones. Como se puede observar en dicha figura, el mallado que rodea el vértice de la grieta es homogéneo y no distorsionado. Con el fin de capturar con exactitud la deformación plástica que se genera en torno al vértice es necesario mallar de manera muy fina la zona plástica. Para no penalizar el tiempo de cálculo se a lo largo de una zona del orden de tres veces la zona plástica se introduce una rápida transición en el tamaño de elemento. Además debido a la simetría que presenta la geometría, se simuló 1/8 de la probeta, como se puede apreciar en la figura 2. Se utilizó el tamaño de la zona plástica como referencia para determinar el tamaño mínimo de los elementos. Para ello se ha utilizado el modelo de Dugdale, según el cual, el tamaño de la zona plástica es:

$$r_P = \frac{\pi}{8}\left(\frac{K_I}{\sigma_Y}\right)^2 \qquad (1)$$

donde σ_Y es la tensión de fluencia del material y K_I el factor de intensificación de tensiones a que está sometida la probeta.

Siguiendo las recomendaciones establecidas en los trabajos anteriores, se ha establecido un tamaño mínimo de elemento tal que el mallado alrededor del vértice contenga al menos 30 divisiones, para el caso de tensión plana [6]. De acuerdo con anteriores publicaciones, para calcular la tensión de apertura y simular con precisión la estela plástica se necesitaría un tamaño de elemento aun más pequeño. Sin embargo, dado que estos dos aspectos no son el objeto del presente trabajo, el tamaño previamente adoptado permite obtener resultados con suficiente exactitud utilizando costes computacionales mucho menores.

Para mantener una relación de aspecto aceptable en todos los elementos, no se permitió que ninguna dimensión de los elementos fuese más de 6 veces otra dimensión. Dado que se emplearon al menos 30 elementos a lo largo del espesor en la región que rodea al vértice, y fuera de ésta se utilizaron elementos de mayor tamaño, fue necesario realizar una transición gradual entre la región circundante al vértice y el resto de la probeta. Además, el hecho de utilizar elementos con forma de prisma hexaédrico dentro de la zona plástica, y elementos tetraédricos de 8 nodos fuera de la zona plástica permitió alcanzar un buen equilibrio entre coste computacional y precisión de los cálculos [2].

En la figura 3 se ilustra la zona plástica empleada en uno de los modelos y la evolución de la misma a lo largo del espesor. Se puede apreciar que el tamaño de la zona plástica aumenta gradualmente desde el centro de la probeta (condiciones de deformación plana) hasta un punto cercano a la superficie y a partir de este punto disminuye. Así, el máximo de la zona plástica no se encuentra en la superficie, tal y como describen numerosos modelos bidimensionales sino que está localizado en un punto interior.

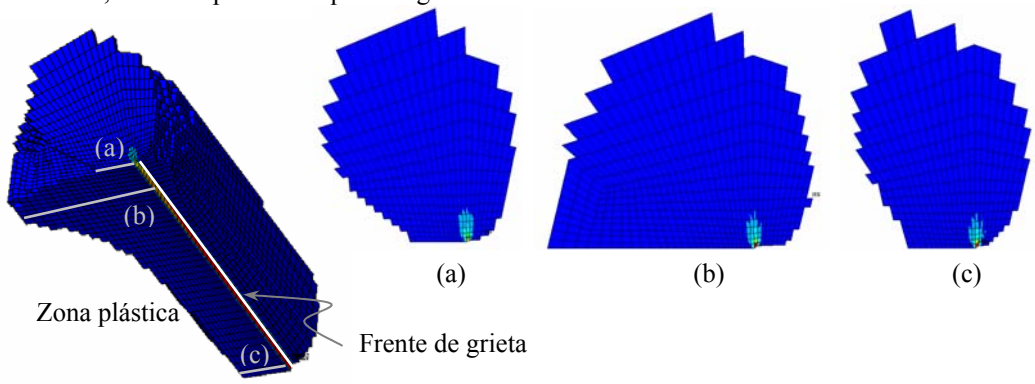


Figura 3. Evolución de la zona plástica en el modelo de elementos finitos, con detalles de (a) la superficie exterior, (b) el punto en que alcanza su tamaño máximo y (c) el plano medio.

4. COMPARACIÓN ENTRE EL MODELO NUMÉRICO Y LOS DATOS EXPERIMENTALES

Los datos tridimensionales obtenidos por el método de los elementos finitos se compararon con los datos experimentales medidos mediante correlación de imágenes. Para ello se compararon los desplazamientos en la superficie de la probeta, en la región circundante al vértice de la grieta. Para poder comparar ambos desplazamientos directamente, fue necesario eliminar el movimiento de sólido rígido antes de los datos experimentales.

Las figuras 4 y 5 muestran los desplazamientos obtenidos mediante los dos métodos, a tres distancias del plano de la grieta, a saber, 1, 3 y 7 mm. En ambas figuras se han utilizado los desplazamientos perpendiculares al plano de la grieta, es decir, los desplazamientos verticales, v. Los resultados que se muestran en la figura 4 se obtuvieron para una carga de 24 MPa√m, mientras que los resultados de la figura 5 se obtuvieron para una carga nominal de 3.8 MPa√m. Se ha evaluado el tamaño de la zona plástica de forma que todos los puntos utilizados estén fuera de la zona plástica. El vértice de la grieta está situado en el origen de coordenadas de las figuras 4 y 5. Además, la dirección de propagación de la grieta es paralela al eje x y la parte no agrietada de la probeta corresponde a las coordenadas x positivas.

Como se puede observar en ambas figuras, en general el ajuste entre datos numéricos y experimentales es bueno. Se puede apreciar también que el ajuste es peor en la región alejada del vértice de la grieta, con coordenada x entre -0.003 y -0.005 m. Probablemente, las pequeñas discrepancias observadas se deban a que la estela plástica no fue incluida en los modelos numéricos. También es posible observar que estas diferencias son ligeramente mayores en el caso de los datos más cercanos al plano de la grieta (1 mm del plano de la grieta), lo cual concuerda con el hecho de que no se ha simulado la estela plástica, ya que su efecto es aumenta conforme nos acercamos a la grieta en la dirección perpendicular a la dirección de propagación. Por otra parte, se puede observar también

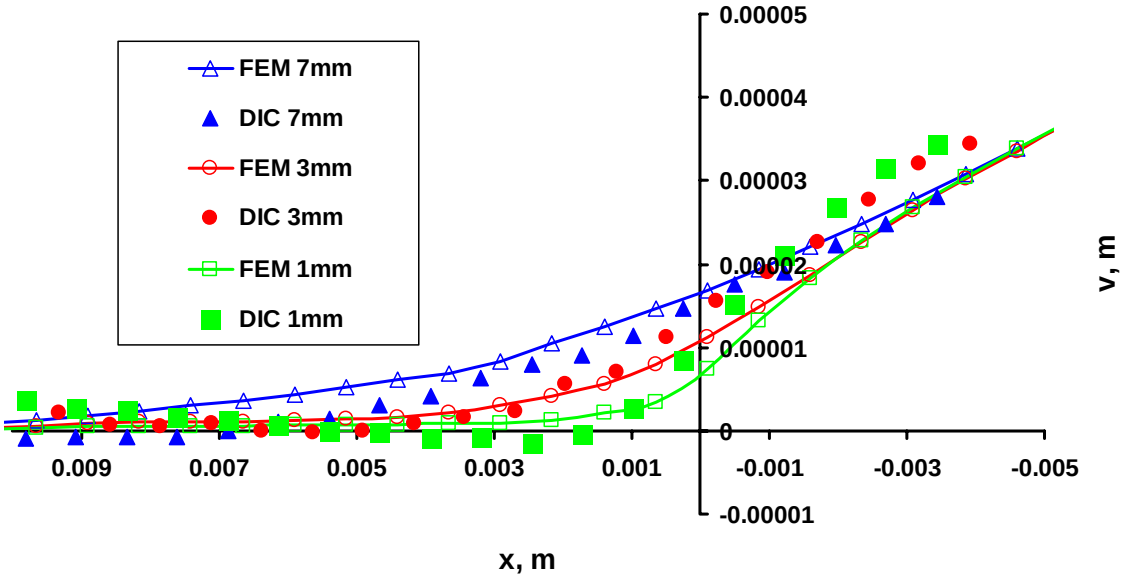


Figura 4. Comparacion de los desplazamientos verticales, v, obtenidos mediante el metodo de los elementos finitos (FEM) y mediante metodos de correlacion de imagenes (DIC). Los puntos se han tomado a tres distancias del plano de simetria, a saber, 1, 3 y 5 mm. La carga aplicada fue de 24 $MPa\sqrt{m}$

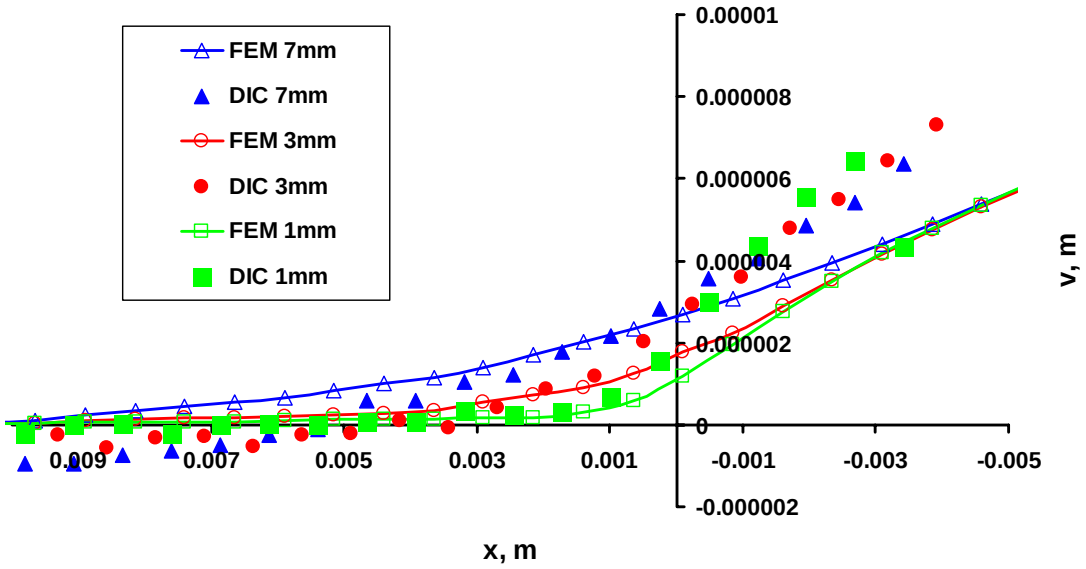


Figura 5. Comparacion de los desplazamientos verticales, v, obtenidos mediante el metodo de los elementos finitos (FEM) y mediante metodos de correlacion de imagenes (DIC). Los puntos se han tomado a tres distancias del plano de simetria, a saber, 1, 3 y 5 mm. La carga aplicada fue de 3.8 $MPa\sqrt{m}$

que el ajuste empeora levemente en el caso de la carga más pequeña, es decir, para la carga de 3.8 MPa√m. Este efecto puede deberse a una peor relación señal-error en el caso de la carga menor. Aunque no se han incluido, las diferencias entre los desplazamientos horizontales medidos experimentalmente y los obtenidos mediante simulaciones tridimensionales fueron similares.

5. CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS

El modelado tridimensional mediante elementos finitos de probetas agrietadas nos ha permitido visualizar la forma de la zona plástica y su evolución a lo largo del espesor. Se ha observado una transición compleja entre las condiciones de deformación plana y las de tensión plana, que están en concordancia con resultados numéricos obtenidos previamente en otras geometrías. Se ha realizado una validación con datos experimentales obtenidos mediante métodos de correlación de imágenes. Se han justificado los ligeros desajustes entre los datos numéricos y los experimentales.
Por último, en un futuro sería deseable validar los modelos numéricos empleados en distintas geometrías, así como extender la metodología a problemas de modo mixto (I y II).

REFERENCIAS

[1] James MN. Some unresolved issues with fatigue crack closure - measurement, mechanisms and interpretation problems. In: Karihaloo BL, editor. Advances in Fracture Research, Proceedings of the Ninth International Conference on Fracture. Sydney, Australia: Pergamon Press; 1996.

[2] Gonzalez-Herrera A, Zapatero J. Tri-dimensional numerical modelling of plasticity induced crack closure. Engineering Fracture Mechanics. 2008;75:4513

[3] Gonzalez-Herrera A, Garcia-Manrique J, Cordero A, Zapatero J. Key Engineering Materials. 2006;334-335:555.

[4] Murakami Y. Stress Intensity Factors Handbook. Oxford: Pergamon Press, 1987.

[5] Sutton MA, McNeill SR, Helm JD, Chao YJ. Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. In: Rastogi PK, editor. Photomechanics, Topics in Applied Physics, 2000. p. 323-372.

[6] Gonzalez-Herrera A, Zapatero J. Influence of minimum element size to determine crack closure stress by the finite element method. Engineering Fracture Mechanics. 2005;72:337.

CARACTERIZACION EXPERIMENTAL DE UNA GRIETA INICIADA EN UN CONCENTRADOR DE TENSIONES

P. Lopez-Crespo[1a], A. López-Moreno[2], A. Shterenlikht[3], P. J. Withers[1b], E. A. Patterson[4], J. R. Yates[5]

[1] School of Materials, University of Manchester, Grosvenor Street,
Manchester M1 7HS, Reino Unido.
E-mail: [a] pablo.lopezcrespo@manchester.ac.uk, [b] philip.withers@manchester.ac.uk

[2]Escuela Politécnica Superior, Universidad de Jaén, Paraje de Las Lagunillas, Edif. A-3, 23071 Jaén, España
E-mail: alopez@ujaen.es

[3]Department of Mechanical Engineering, University of Bristol, University Walk, Bristol BS8 1TR, Reino Unido
E-mail: mexas@bristol.ac.uk

[4]Department of Mechanical Engineering, Michigan State University 2555 Engineering Building, East Lansing, MI 48824-1226, USA
E-mail: eann@egr.msu.edu

[5]Mechanical Engineering Department, University of Sheffield, Mappin Street, Sheffield S1 3JD, Reino Unido.
E-mail: j.yates@sheffield.ac.uk

RESUMEN

La presencia de alvéolos o agujeros en componentes industriales y, en particular en estructuras aeronáuticas, fabricados con materiales metálicos, repercute de manera crítica en su comportamiento. La razón principal es que los agujeros ejercen un efecto de concentrador de tensiones, lo cual aumenta el riesgo de que se generen grietas. En este trabajo se han empleado técnicas de correlación de imágenes para medir el campo de desplazamientos en una probeta con una grieta generada en un concentrador de tensiones. La probeta se ha sometido a cargas de modo mixto (I y II) bajo condiciones de la mecánica de la fractura elástica lineal (MFEL). El material utilizado para este análisis ha sido una aleación de aluminio 7010. En primer lugar, se ha determinado la posición del vértice de la grieta a partir de la forma del campo de desplazamientos. A continuación, se ha desarrollado un modelo analítico basado en los métodos de Muskhelishvili y se ha ajustado a los desplazamientos medidos experimentalmente. El ajuste se ha realizado siguiendo un método multi-puntos sobredeterminado. A partir del éste se han evaluado los factores de intensificación de tensiones, K_I y K_{II}, a los que está sometida la grieta. Por último, éstos se han comparado con los factores de intensificación de tensiones calculados de forma teórica observándose una buena concordancia.

ABSTRACT

Fastening holes are critical in industrial components from a structural integrity viewpoint, particularly in the aircraft industry. This is because they act as stress concentrators from which cracks often grow. In this work digital image correlation techniques have been used to measure full-field displacement fields near a crack tip under mixed-mode (I + II) stress field on Al 7010 samples. The crack tip position was deduced from the shape of the displacement fields by means of an edge-finding routine. Then an analytical model describing the displacements has been fitted to the experimental data, by combining Muskhelishvili's complex function approach with conformal mapping and multi-point over-deterministic method to infer the stress intensity factors. Finally the experimental values were compared with theoretical solutions and an overall was a good agreement was observed in both K_I and K_{II}.

PALABRAS CLAVE: Concentrador de tensiones, correlación de imágenes, factor de intensificación de tensiones

1. INTRODUCCIÓN

Numerosos componentes metálicos utilizados en la industria en general y, particularmente, en la aeronáutica poseen agujeros o alvéolos para permitir el paso de cables u otros elementos, o para aligerar peso, entre otras utilidades. Estos agujeros suponen concentradores de tensiones y pueden hacer que la tensión local en

determinados puntos alcance valores del orden de de 2 o 3 veces la tensión nominal a la que está sometido el componente. Por esta razón dichos agujeros favorecen el nacimiento y crecimiento de grietas de fatiga, siendo por tanto puntos críticos de la estructura. Bajo condiciones de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal, el factor de intensificación de tensiones es uno de los parámetros más comúnmente utilizados para el cálculo de la vida a fatiga de los materiales metálicos.

Diversas técnicas experimentales de análisis de tensiones y deformaciones se han empleado para evaluar el factor de intensificación de tensiones en componentes [1-3]. Sin embargo, todas estas técnicas requieren condiciones muy específicas, por lo que sólo pueden ser empleadas en laboratorios y no en ambientes industriales. Por ejemplo, la fotoelasticidad necesita o bien la fabricación de un modelo de plástico de geometría exacta a la del componente, o bien un recubrimiento polimérico sobre la superficie que se quiere evaluar. La técnica de interferometría Moiré necesita que se aplique un mallado sobre la superficie. Para poder utilizar las técnicas de termoelasticidad se necesita que el componente sea sometido a carga cíclica. Por otra parte, en los últimos años se han desarrollado diversos métodos de correlación de imágenes, de forma que en la actualidad son una herramienta fiable para el análisis de deformaciones de materiales. Además, es más fácil de operar y posee menos condicionantes que las técnicas anteriormente mencionadas. Por otro lado, los métodos de correlación de imágenes necesitan poca o ninguna preparación de la superficie en estudio, y proporcionan campos de desplazamientos.

Se han encontrado algunos trabajos en los que, por medio de métodos de correlación de imágenes se han evaluado los factores de intensificación de tensiones [4, 5]. Sin embargo en el modelo matemático utilizado se consideraron campos de desplazamientos simplificados en los que no se podían introducir las condiciones de contorno. Además, se estudiaron entallas introducidas mediante mecanizado por descarga eléctrica en materiales poliméricos, en vez de grietas de fatiga en materiales metálicos.

En el presente trabajo se ha utilizado un modelo analítico basado en la teoría de Muskhelishvili [6], que permite tener en cuenta distintas condiciones de contorno, por lo que es más versátil que los modelos utilizados anteriormente. El método que se describe se ha utilizado para evaluar los factores de intensificación de tensiones a partir de los campos de desplazamientos medidos experimentalmente alrededor de una grieta de fatiga, la cual se ha generado previamente a partir de un concentrador de tensiones.

2. MÉTODOS DE CORRELACIÓN DE IMÁGENES

En la actualidad existen distintos algoritmos que se pueden usar en los métodos de correlación de imágenes [7, 8]. Diversos grupos de investigación trabajan en la mejora de estos algoritmos basándose en una misma idea [9]. Parten de una imagen digital considerada como una matriz de intensidades, *I(x, y)*. Dadas dos imágenes, I_A e I_B, se puede definir una región de interés en cada imagen de N × N píxeles. Si ambas imágenes tienen iluminación similar, entonces se cumple

$$\sum I_A^2 = \sum I_B^2 \tag{1}$$

Bajo dichas condiciones la siguiente función de correlación sirve para medir el grado de similitud entre las dos regiones de interés, A y B [7]:

$$c(u,v) = \sum_{x=-n}^{n}\sum_{y=-n}^{n} I_A(x,y) I_B(x+u, y+v) \tag{2}$$

donde *u* y *v* son las distancias entre los centros de estas dos regiones, medidas en las direcciones *x* e *y*, y $n = N/2$.

Si I_A representa la intensidad de la fotografía de un cuerpo, e I_B del mismo cuerpo sometido a una deformación, traslación y/o rotación, el máximo del coeficiente de correlación, *c*, ocurre para el desplazamiento más probable del centro de la región de interés en I_A. Para obtener un campo completo de desplazamientos, en vez de un solo vector, se repite la operación anterior en subdivisiones de la imagen, de forma que se obtengan tantos vectores como subdivisiones se hagan de la imagen.

En el presente trabajo se ha utilizado un algoritmo en el que las imágenes son transformadas al dominio de frecuencia mediante una transformada de Fourier. A continuación se evalúa la función de correlación (2) en el dominio de frecuencia. De esta forma el tiempo de procesado es varias veces menor que si se evaluara la función de correlación en el dominio espacial [9].

3. MODELO ANALÍTICO

Dado que la variable que se mide mediante correlación de imágenes es el desplazamiento, a continuación se muestra de forma esquemática la relación entre los campos de desplazamientos y el factor de intensificación de tensiones. Para ello nos vamos a servir del análisis de función compleja desarrollado por Muskhelishvili [6]. Supongamos un cuerpo plano apoyado sobre el plano Z. Los desplazamientos en el plano Z se pueden expresar a través de dos funciones de variable compleja, $\varphi=\varphi(z)$ y $\psi=\psi(z)$, con $z=x+iy$, de acuerdo a la ecuación:

$$2\mu(u+iv) = \kappa\varphi(z) - z\varphi'(z) - \psi(z) \tag{3}$$

en la cual,

$$\mu = \frac{E}{2(1+\upsilon)} \tag{4}$$

$$\kappa = 3-4\upsilon \text{ deformación plana } \kappa = \frac{3-\upsilon}{1+\upsilon} \text{ tension plana} \tag{5}$$

u y *v* son los desplazamientos horizontal y vertical respectivamente, *E* es el módulo de Young y υ es el módulo de Poisson.

En la función

$$z = \omega(\zeta) = R\left(\zeta + \frac{m}{\zeta}\right) \tag{6}$$

m es un parámetro de forma que varía entre 0 y 1, y *R* es un parámetro de escala que transforma un círculo de radio unidad en una elipse, L, sobre el plano Z. Para el caso en que *m* = 1, el contorno L es una grieta ideal con espesor nulo y longitud 4R.
Las funciones analíticas φ(z) y ψ(z) se pueden desarrollar en series de Fourier de acuerdo a las expresiones:

$$\varphi = \sum_{-\infty}^{+\infty} a_k \zeta^k \quad \text{y} \quad \psi = \sum_{-\infty}^{+\infty} b_k \zeta^k \tag{7}$$

siendo a_k y b_k números complejos.
A partir de las ecuaciones (3), (6) y (7), y asumiendo un contorno libres de tensiones normales se puede obtener el siguiente sistema de ecuaciones lineales [10]:

$$\sum_{k=-N}^{+N} A_k^j \alpha_k + \sum_{k=-N}^{+N} B_k^j \beta_k = 2\mu u^j \tag{8}$$

$$\sum_{k=-N}^{+N} C_k^j \alpha_k + \sum_{k=-N}^{+N} D_k^j \beta_k = 2\mu v^j \tag{9}$$

en el que *j* = 1, 2, … p, p es el número de desplazamientos medidos mediante correlación de imágenes en un punto *j*, A_k^j, B_k^j, C_k^j y D_k^j son coeficientes que dependen de la variable ζ en el punto j, y $\alpha_k = \mathrm{Re}(a_k)$ and $\beta_k = \mathrm{Im}(a_k)$.
El sistema de ecuaciones (8) y (9) tiene 2N+1 incógnitas α_k y 2N+1 incógnitas β_k, es decir, 2(2N+1) incógnitas en total. Si p > 2N+1, el número de incógnitas es menor que el número de ecuaciones y el sistema es sobredeterminado. En ese caso la solución se puede obtener mediante mínimos cuadrados [11].
Sih et al. [12] obtuvieron la siguiente expresión

$$K = 2\sqrt{2\pi} \lim_{\zeta \to 1} \left[\varphi'(\zeta) \frac{\sqrt{\overline{\omega}(\zeta) - \overline{\omega}(1)}}{\overline{\omega}'(\zeta)} \right] \tag{10}$$

para el factor de intensificación de tensiones complejo

$$K = K_I - iK_{II} \tag{11}$$

Nótese que el factor √π no aparecía en la expresión original de [12].
Además, utilizando la expresión (6) con m = 1 y la expresión (7), se obtiene:

$$K = 2\sqrt{\frac{\pi}{a}} \sum_{k=-N}^{+N} k a_k \tag{12}$$

en la que *a* (= 2R) es la mitad de la longitud de grieta. Este valor se puede obtener de la expresión (6) y advirtiendo que el punto z = *a* corresponde con ζ = 1.

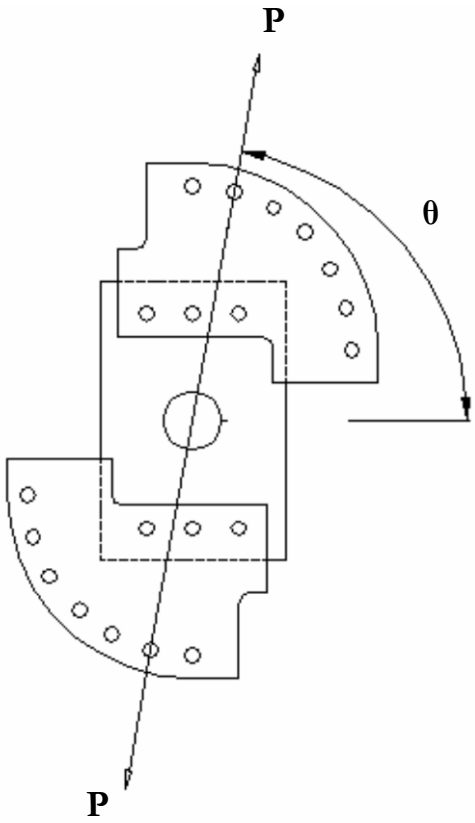


Figura 1. Esquema de la geometría de la probeta y las mordazas utilizadas para aplicar cargas de modo mixto.

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La probeta empleada corresponde a una lámina rectangular de 160 × 240 mmxmm y con un espesor de 5 mmcon un taladro central de 50 mm de diámetro. El material utilizado para la probeta es una aleación de aluminio 7010 T7651, normalmente empleada en la fabricación de componentes estructurales aeronáuticos.
Para hacer crecer la grieta a partir del agujero central, se introdujeron dos entallas a ambos lados de la probeta mediante una sierra radial de 0.15 mm de espesor. Las entallas fueron practicadas de forma que la grieta creciera perpendicularmente a la dirección de carga cuando se somete a la probeta a cargas de modo I (α = 90° en la figura 1).

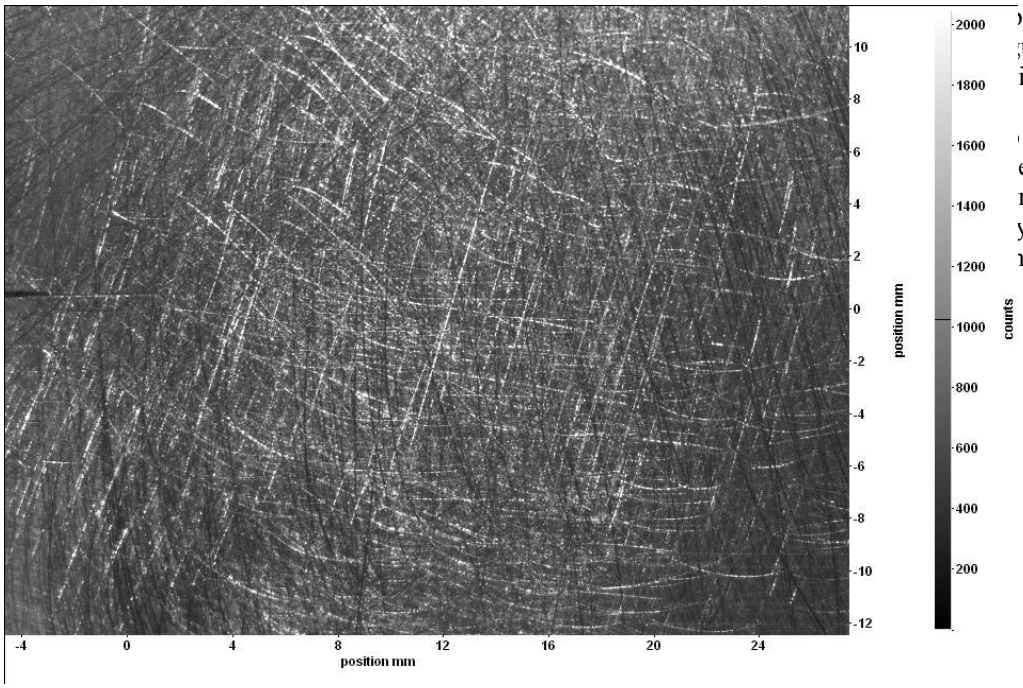


Figura 2. Fotografía de 1600 × 1200 píxeles de la superficie de la probeta. Nótese el rallado creado con papel de lija para aplicar correlación de imágenes. El origen de coordenadas está situado en el vértice de la grieta.

La grieta se hizo crecer a partir de las entallas y mediante la aplicación de 380000 ciclos de carga a una frecuencia de 10 Hz, con un rango de cargas ΔK_I de 10 MPa$\sqrt{m}$ y una relación de carga, K_{min}/K_{max} de 0.1. A continuación se midió la longitud de grieta en ambas caras de la probeta, obteniéndose 5.25 y 4.70 mm.

Una imagen típica se muestra en la figura 2. La resolución de las imágenes es de 20 µm/píxel. El algoritmo utilizado en correlación de imágenes se ha descrito en referencias anteriores [9, 13].

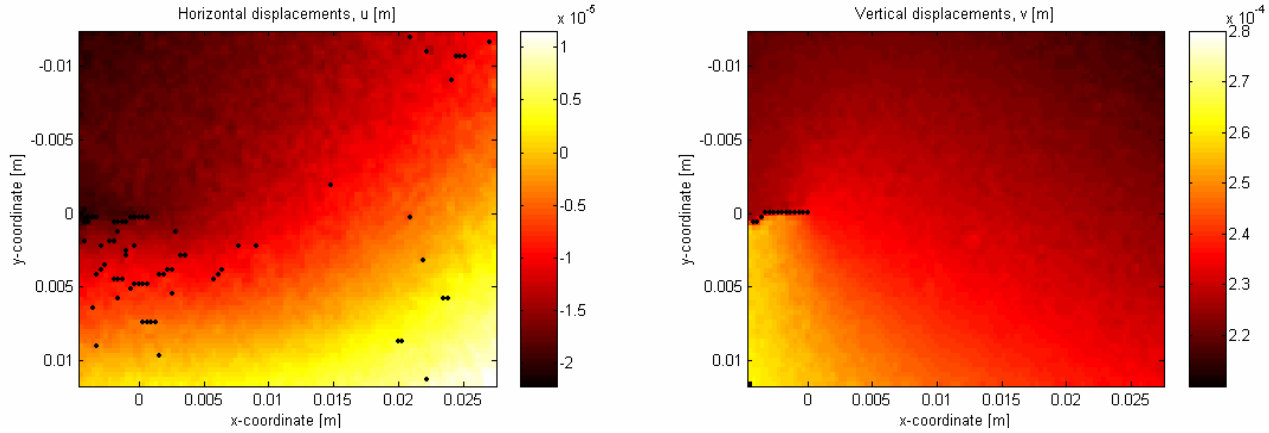


Figura 3. Desplazamientos horizontales (izquierda) y verticales (derecha) con los bordes detectados mediante el operador Prewitt. La probeta está sometida a cargas de modo mixto consecuencia de utilizar las mordazas con θ = 79.65 °.

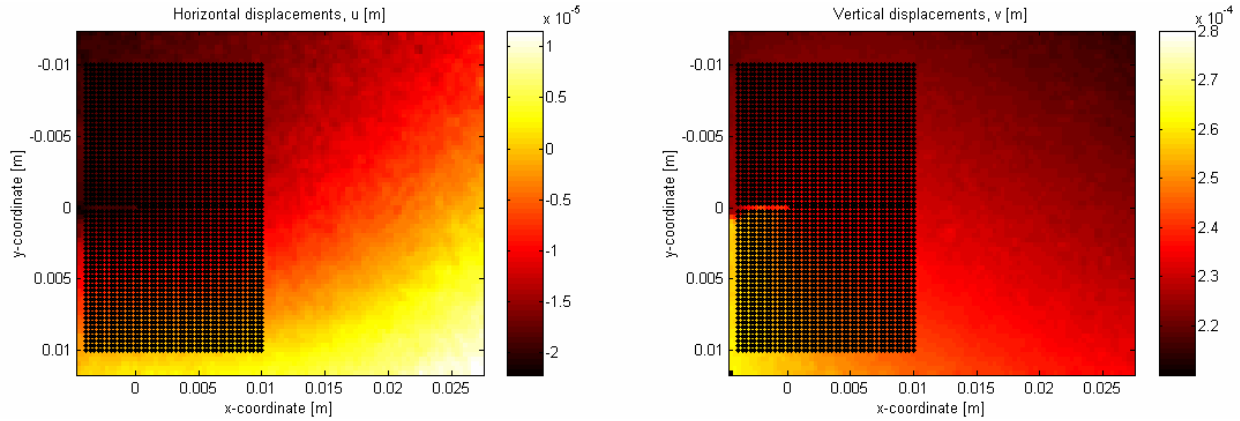


Figura 4. Desplazamientos horizontales (izquierda) y verticales (derecha) con la matriz de desplazamientos utilizados en el algoritmo de determinación de los factores de intensificación de tensiones.

5. RESULTADOS

La fotografía que se muestra en la figura 2 se obtuvo mientras la probeta era sometida a la máxima carga. Sin embargo, y aunque la grieta está abierta, el vértice de la misma no se puede distinguir fácilmente. Las coordenadas del vértice de grieta son necesarias para realizar el análisis descrito en la sección 3, ya que si se introducen en el sistema de ecuaciones (8) y (9) como incógnitas, el sistema pasa a ser no lineal y su resolución requiere de métodos extremadamente costosos. Por ello, el vértice de la grieta se localizó aplicando un algoritmo de identificación de bordes [14]. El operador Prewitt se utilizó para determinar cambios bruscos de intensidad en el campo de desplazamientos (ver figura 3). Una vez localizado el vértice de la grieta, se le asignaron las coordenadas (0, 0). Alrededor de 2500 vectores de desplazamientos se tuvieron en cuenta para resolver el sistema de ecuaciones (8) – (9) y obtener los factores de intensificación de tensiones. La figura 4 muestra la matriz de puntos cuyos desplazamientos se han utilizado en la determinación de los factores de intensificación de tensiones. Los resultados aparecen en la figura 5. Los resultados teóricos se calcularon utilizando la solución de una probeta sometida a tracción, y con grieta inclinada que emana de un agujero elíptico [15].

6. DISCUSIÓN

Como se puede observar en la figura 5, existe una buena concordancia entre los resultados teóricos y los experimentales. En algunos casos, se pueden observar pequeñas diferencias debidas principalmente a que la

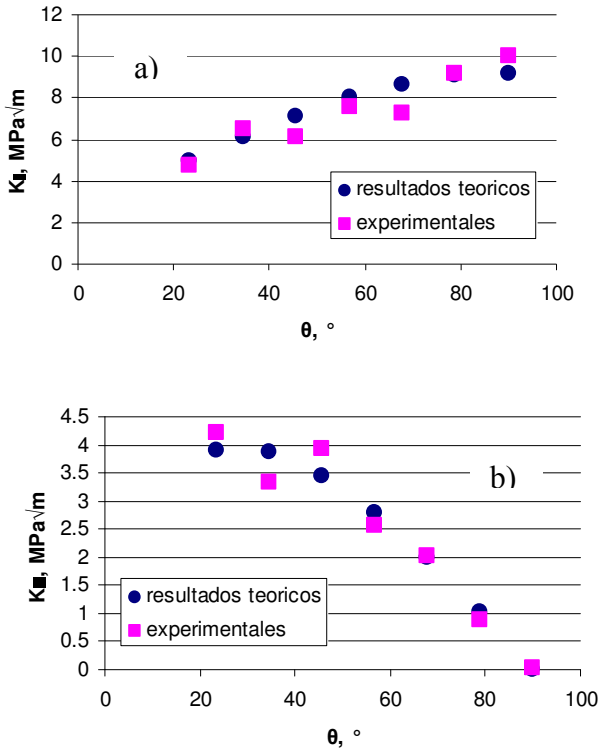


Figura 5. Resultados teóricos y experimentales de la evaluación de los factores de intensificación de tensiones en (a) modo I y (b) modo II.

propagación de la grieta se llevó a cabo bajo condiciones de modo I (apertura pura) mientras que durante el ensayo se aplicaron cargas de modo mixto. Además, las soluciones teóricas utilizadas [15] no tienen en cuenta aspectos tales como que, por utilizar una grieta de fatiga, la grieta no es exactamente recta (véase la figura 4), así como que las soluciones teóricas no contemplan el hecho de que el frente de grieta no es perfectamente perpendicular a la dirección de

crecimiento de grieta, sino que, como muestran las medidas de la longitud de grieta en ambas caras de la probeta, existe una cierta inclinación del frente de grieta.

7. CONCLUSIONES

Se ha desarrollado una metodología híbrida analítico-experimental para el estudio de grietas iniciadas en concentradores de tensiones. La metodología combina datos experimentales medidos mediante correlación de imágenes en la superficie de la probeta alrededor del vértice de la grieta, con un modelo analítico que describe el campo de desplazamientos en torno a una grieta. La metodología se ha empleado con éxito para determinar el factor de intensificación de tensiones, K_I y K_{II}, en distintos casos de modo mixto. Las coordenadas del vértice de la grieta se localizaron utilizando una función de detección de bordes aplicada a los campos de desplazamientos. Las diferencias entre los resultados experimentales y los resultados teóricos con los que se han contrastado se deben probablemente a que las soluciones teóricas utilizadas no contemplaron el hecho de que la grieta no es completamente recta o que el frente de grieta esté inclinado. Por no necesitarse datos acerca de la geometría del componente, el tipo de carga ni su magnitud, la metodología se puede usar para el monitoreo de grietas en estructuras reales.

REFERENCIAS

[1] Nurse AD, Patterson EA. Determination of predominantly mode II stress intensity factors from isochromatic data. Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures. 1993;16(12):1339-1354.

[2] Barker DB, Sanford RJ, Chona R. Determining K and related stress-field parameters from displacement fields. Experimental Mechanics. 1985;25(4):399-407.

[3] Diaz FA, Yates JR, Patterson EA. Some improvements in the analysis of fatigue cracks using thermoelasticity. International Journal of Fatigue. 2004;26:365-376.

[4] Yoneyama S, Ogawa T, Kobayashi Y. Evaluating mixed-mode stress intensity factors from full-field displacement fields obtained by optical methods. Engineering Fracture Mechanics. 2007;74:1399-1412.

[5] Hild F, Roux S. Stress intensity factor measurement from digital image correlation: post-processing and integrated approaches International Journal of Fracture. 2006;14:141-157.

[6] Muskhelishvili NI. Some basic problems of the mathematical theory of elasticity. Groningen, Holland: P. Noordhoff Ltd., 1953.

[7] Clocksin WF, Fonseca JQd, Withers PJ, Torr PHS. Image processing issues in digital strain mapping. Proceedings of SPIE. 2002;4790:384-395.

[8] Sutton MA, McNeill SR, Helm JD, Chao YJ. Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. In: Rastogi PK, editor. Photomechanics, Topics in Applied Physics, 2000. p. 323-372.

[9] Fonseca JQd, Mummery PM, Withers PJ. Full-field strain mapping by optical correlation of micrographs acquired during deformation. Journal of Microscopy. 2005;218(1):9-21.

[10] Lopez-Crespo P., PhD thesis, University of Sheffield; 2007.

[11] Press WH, Teukolsky SA, Vetterling WT, Flannery BP. Numerical Recipes in FORTRAN: the Art of Scientific Computing. Cambridge University Press, 1992.

[12] Sih GC, Paris PC, Erdogan F. Crack-tip stress-intensity factors for plane extension and plate bending problems. Journal of Applied Mechanics. 1962;29:306-312.

[13] Lopez-Crespo P, Shterenlikht A, Patterson EA, Withers PJ, Yates JR. The stress intensity of mixed mode cracks determined by digital image correlation. Journal of Strain Analysis for Engineering Design. 2008;43.

[14] Sonka M, Hlavac V, Boyle R. Image Processing, Analysis and Machine Vision. Chapman and Hall International, 1993.

[15] Murakami Y. Stress Intensity Factors Handbook. Oxford: Pergamon Press, 1987.

ANÁLISIS MESO-ESTRUCTURAL DE LA FRACTURA DEL HORMIGÓN EN MODO MIXTO

M. Rodríguez[1], C.M. López[1], I. Carol[1]

[1] Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica
ETSECCPB, Universitat Politècnica de Catalunya, 08034 Barcelona. España
E-mail: mariana.rodriguez@upc.edu, carlos.maria.lopez@upc.edu, ignacio.carol@upc.edu

RESUMEN

En este trabajo se presentan resultados de la simulación numérica de algunos de los ensayos experimentales llevados a cabo por Nooru-Mohamed sobre muestras de hormigón sometidas a diferentes trayectorias de carga biaxial que combinan tracción y corte, bajo control de fuerzas o de desplazamientos, con la finalidad de analizar el comportamiento mecánico en modo mixto de fractura. En el estudio se utiliza un modelo meso-estructural para materiales heterogéneos, que se ha venido desarrollando durante los últimos años dentro del grupo de investigación de la ETSECCPB, UPC. La modelización representa explícitamente los principales componentes de la estructura interna del hormigón a nivel mesoescala, en la cual se discretizan los áridos de mayor tamaño rodeados de una matriz que caracteriza conjuntamente al mortero y a los áridos de menor tamaño. Dentro de la malla de elementos finitos se incluyen *a priori* elementos junta sin espesor, con el fin de representar las principales trayectorias potenciales de fisuración. Los resultados numéricos obtenidos de los casos de carga analizados, permiten reproducir satisfactoriamente los resultados experimentales llevados a cabo por Nooru-Mohamed, tanto en el ajuste de las diversas curvas de carga-desplazamiento como en la tendencia y orientación de la fractura.

ABSTRACT

This paper presents the results of the numerical simulation of some of the experimental tests carried out by Nooru-Mohamed on concrete samples subjected to different biaxial loading paths combining traction and shear, controlled by forces or displacements, with the purpose of analyzing the mechanical behavior of mixed-mode fracture. The study uses a meso-structural model for heterogeneous materials, which has developed over recent years within the research group of the ETSECCPB, UPC. The model explicitly represents the main components of the internal structure of concrete at the mesoscale level, which is discretized by large aggregates surrounded by a matrix formed by mortar plus the smaller aggregates. Within the mesh of finite elements are a priori zero-tickness interface element,in order to represent the main potential crack trajectories. The numerical results obtained from the load cases analyzed ,allow to satisfactorily reproduce the experimental results carried out by Nooru-Mohamed both in the setting of the various load-displacement curves and in the trend and direction of the fracture.

PALABRAS CLAVE: Modo mixto de fractura en hormigón, Análisis mesomecánico, Elemento junta.

1. INTRODUCCIÓN

En diversos ensayos experimentales llevados a cabo en diferentes tipos y tamaños de probetas de hormigón (y materiales cuasifrágiles en general) en modo mixto de fractura, se ha puesto de manifiesto la importante influencia de la componente de corte [1,2]. Por ejemplo, al aumentar el valor de la carga de corte se produce una reducción de la resistencia a tracción, a la vez que las tendencias de fisuración presentan unas orientaciones más inclinadas que se van alejando del plano que contiene las entallas [2]. Un comportamiento más complejo se produce al imponer un estado combinado de desplazamientos de apertura (normal) y de corte en una proporción fija, en el que se detecta una variada relación entre las fuerzas normales y tangenciales, que puede incluso dar lugar a estados de carga en compresión-corte, a pesar de estar imponiéndose un desplazamiento normal de separación [1,2]. Este comportamiento resulta más acentuado en la medida en que el desplazamiento relativo de corte que se impone resulta mayor y puede atribuirse a la dilatancia generada por la heterogeneidad del material, cuyo desarrollo normal se ve impedido por una relación de desplazamientos impuestos menor.

En este trabajo se presentan simulaciones numéricas de algunos ensayos experimentales llevados a cabo por Nooru-Mohamed [2] en el estudio del comportamiento del hormigón en modo mixto de fractura. Estos ensayos se realizaron en muestras prismáticas de hormigón de 200 mm de lado y 50 mm de espesor, que contienen dos

entallas de 25 mm ubicadas de forma simétrica en el centro de la altura (en la figura 1 se muestra un esquema de la configuración del ensayo). Las muestras fueron sometidas a diferentes trayectorias de carga biaxial que combinan tracción y corte, bajo control de fuerzas o de desplazamientos.

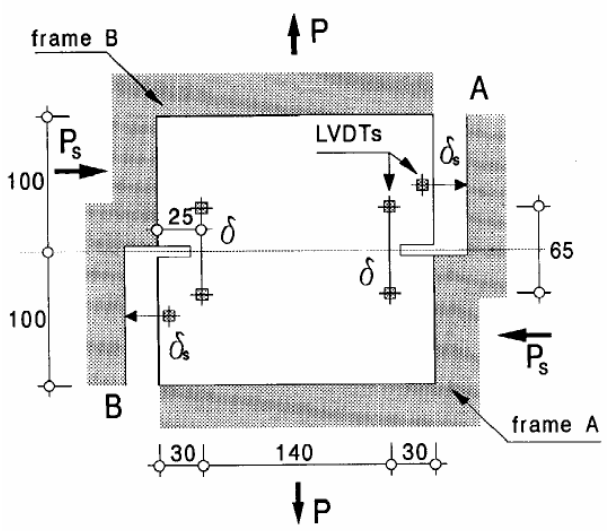


Figura 1. Representación esquemática de los ensayos experimentales realizados por Nooru-Mohamed [2].

Como se puede ver en la figura, los desplazamientos verticales fueron medidos en dos zonas cercanas a las entallas (en cada cara de la probeta), obteniéndose luego el valor medio de cada medida. Los desplazamientos horizontales fueron medidos a un cuarto de la altura sobre la cara vertical izquierda y a tres cuartos de altura sobre la cara vertical derecha.

2. MODELIZACIÓN MESOESTRUCTURAL

El comportamiento del hormigón está claramente influenciado por la geometría y las propiedades mecánicas de los componentes de la estructura interna heterogénea del material. Por ello, una manera más adecuada y potente de profundizar el estudio de este tipo de materiales consiste en representar explícitamente la geometría de su mesoestructura, introducir leyes de comportamiento de sus componentes básicos, e intentar reproducir el comportamiento "macro" del material como resultado del análisis mecánico a nivel "meso".

Durante los últimos 15 años, dentro del grupo de investigación de la ETSECCPB-UPC, se ha venido desarrollando una metodología en 2D (inicialmente) y en 3D (con posterioridad) para el análisis mesomecánico de materiales heterogéneos, en especial para hormigón, utilizando elementos junta de espesor nulo. El modelo consiste en discretizar la estructura interna del material mediante piezas irregulares que representan a los áridos de mayor tamaño (cuya distribución y forma se generan de forma aleatoria mediante un procedimiento basado en la teoría de Voronoi- Delaunay), rodeadas por una matriz representativa del comportamiento del mortero y los áridos de menor tamaño. A fin de posibilitar la no linealidad de comportamiento, mecanismos de rotura y fisuración, etc., la malla de elementos finitos incluye elementos junta sin espesor. Estos elementos se distribuyen a lo largo de todos los contactos entre elementos árido-mortero (interfase) y entre algunos de los contactos de elementos de la matriz, con el objeto de representar las principales direcciones potenciales de fisuración.

Para los elementos junta se utiliza una ley constitutiva no lineal basada en la teoría de la elastoplasticidad y en conceptos de la mecánica de fractura, formulada en términos de la componente normal y tangencial de las tensiones en el plano medio de la junta y los desplazamientos relativos correspondientes. El criterio de fractura F se define mediante una hipérbola de tres parámetros (la resistencia a tracción χ, y los parámetros $tan\phi$ y c de la asíntota que representan el ángulo de fricción entre las caras de la fisura y la cohesión aparente, respectivamente). Una vez iniciada la fisuración, la superficie de fractura se contrae mediante el decrecimiento de los parámetros de la hipérbola en función de unas leyes basadas en el trabajo consumido en el trabajo de fractura. Para controlar el proceso de fractura, el modelo posee dos parámetros que representan las energías de fractura en modo I y II, G_F^I y G_F^{II}. La regla de flujo es no asociada, donde se define una ley de dilatancia para que ésta disminuya progresivamente con el nivel de compresión $\sigma \rightarrow \sigma^{dil}$ y con la degradación de la junta $c \rightarrow 0$. Se dispone de parámetros adicionales α_χ, α_ϕ y α_c que controlan la forma de evolución de las curvas de reblandecimiento, y α_d que controla la evolución de la dilatancia en compresión mediante un factor que reduce la componente normal de la regla de flujo. Una descripción más detallada se ha presentado en anteriores Congresos del Grupo Español de Fractura, así como en diversas publicaciones [3,4]. Resultados del modelo mesomecánico tanto a nivel 2D como 3D para distintas situaciones de carga, tales como tracción y compresión uniaxial, biaxial, ensayo brasileño, etc. pueden consultarse en [5-8].

En la figura 2 se presenta la malla para el hormigón, junto con las placas de carga, que se ha empleado para las simulaciones de los ensayos numéricos de este trabajo. Se ha utilizado un tamaño máximo de árido de 16 mm (25.5 de % en volumen), lo cual representa un tamaño mayor que el de 2 mm empleado en los experimentos analizados. La elección de un tamaño de 2 mm significa un importante incremento del costo computacional, dado el número de áridos y por consiguiente el número de grados de libertad involucrados. En estos estudios preliminares se ha adoptado un tamaño mayor a fin de verificar el modelo, si bien, como se ve luego, se han obtenido resultados que se ajustan adecuadamente, tanto cualitativamente como cuantitativamente a los experimentos. La medición de los desplazamientos se ha realizado en los mismos puntos que fueron tomados en la referencia [2].

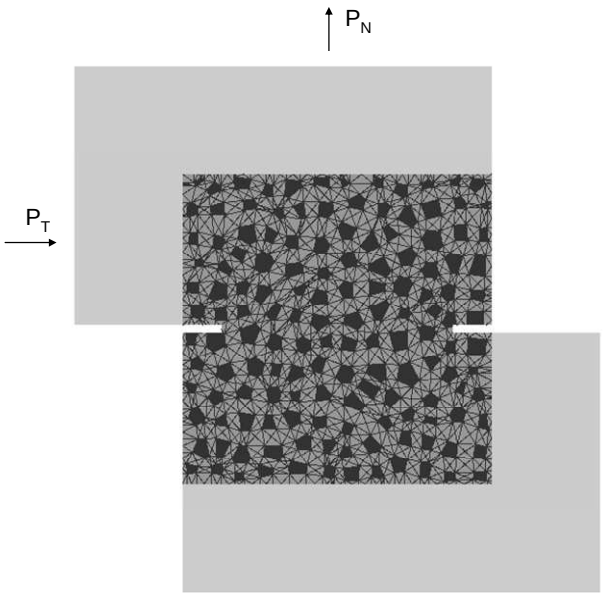


Figura 2. Malla de EF para el hormigón con las placas de carga, utilizadas en la modelación.

3. RESULTADOS

Se analizan dos de las trayectorias de carga, correspondientes a los casos 4 y 6 de los ensayos experimentales llevados a cabo en [2], los cuales han sido utilizados con frecuencia para contrastar la capacidad de diversos modelos [9-11]. Los parámetros del hormigón para los elementos de medio continuo son: E = 73000 MPa (áridos), E = 27000 MPa (mortero) y υ = 0.2 (ambos); para las juntas de interfase: $K_N = K_T$ = 500000 MPa/mm, $tan\phi_0$ = 0.80, χ_0 =1.5 MPa, c_0 = 7MPa, G^F_I = 0.05 N·mm, $G^F_{II} = 10\ G^F_I$, ,σ_{dil} = 40 MPa, α_d = -2, y demás parámetros igual a cero; para las juntas de mortero-mortero, los mismos parámetros excepto para χ_0 =3 MPa, c_0 = 14MPa, G^F_I = 0.1 N·mm. Los ensayos se realizan en condiciones de tensión plana.

Inicialmente, se ha simulado un ensayo de tracción uniaxial (denominado tendencia de carga 0 en la referencia [2]), llevado a cabo mediante la aplicación de desplazamientos impuestos verticales en la cara superior de la malla, que además ha permitido ajustar algunos parámetros del modelo. En la figura 3 se presentan las curvas carga-desplazamiento experimental y numérica, mientras que en la figura 4 se muestra el estado de fisuración (izquierda) y la malla deformada (derecha). El estado de fisuración se muestra en términos del trabajo de fractura disipado, representado (en este y los demás gráficos correspondientes) por el espesor de línea en cada punto de las juntas, en color rojo si la fisura está activa o en color azul si se encuentra en descarga elástica. Se puede apreciar en la figura la concordancia entre las curvas experimental y numérica, así como una localización de la fisuración ubicada aproximadamente en el plano que contiene ambas entallas, tal como era de esperar.

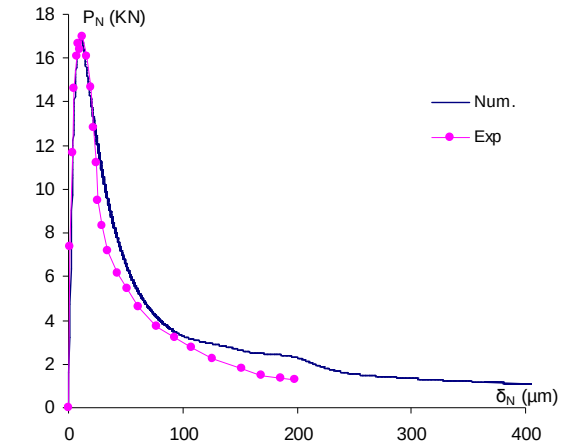


Figura 3. Ensayo de tracción uniaxial: a) curvas carga vs. desplazamiento.

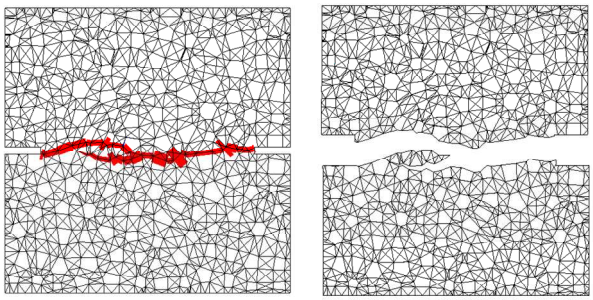


Figura 4. Ensayo de tracción uniaxial: a) estado de fisuración para un valor de δ_N =184 μm, b) malla deformada para un valor de δ_N =360 μm.

3.1. Influencia de la carga lateral de corte

Se trata de una tendencia de carga no proporcional, denominada caso 4 en el trabajo experimental [2], en la cual inicialmente se aplica una carga horizontal en la cara izquierda sobre la entalla en dirección de la muestra (efecto de "corte-confinamiento") hasta un determinado valor. Posteriormente, mientras la carga de corte permanece constante, se aplica una carga vertical de tracción mediante un control de desplazamientos. En los ensayos experimentales de Nooru-Mohamed, las fuerzas constantes de corte elegidas fueron de 5 KN para la tendencia 4a, de 10 KN para el caso 4b y la máxima carga de corte en ausencia de tracción para el caso 4c.

En las figuras 5 y 6 se comparan los resultados de los ensayos experimentales y de la simulación numérica mesoestructural, mediante las respectivas curvas de fuerza vertical versus desplazamiento vertical (Fig. 5) y desplazamientos normal-corte (Fig. 6). En ambas figuras se puede apreciar la muy buena concordancia entre los resultados numéricos y los experimentales. Para los casos 4a y 4b, la modelización captura la reducción de la máxima carga de tracción debido al aumento de la fuerza de corte (en la Fig. 5 también se incluyen las curvas de tracción uniaxial). Para el caso 4c la simulación numérica predice una carga máxima de corte algo mayor que el valor experimental (34.56 KN frente

a 27.5 KN), si bien captura adecuadamente la pérdida de capacidad resistente a tracción (salvo un pequeño pico obtenido al cambiar el tipo de carga, cuando la fuerza lateral de corte cambia desde un control de desplazamientos a un control de cargas y se aplican las tracciones en control de desplazamientos), seguida de un cambio a compresión que crece hasta un cierto valor y luego tiende a disminuir gradualmente. Esto se debe al efecto de la dilatancia del hormigón producida por el entrelazamiento de los áridos ("aggregate interlock"), que en nuestra modelización viene aportado por la representación explícita de la mesoestructura y no por la dilatancia individual de las juntas. La capacidad de la modelización se manifiesta también en el alto grado de concordancia obtenido en la evolución de los desplazamientos en cada caso, mostrada en la figura 6, resultados que no suelen verse publicados con otros modelos.

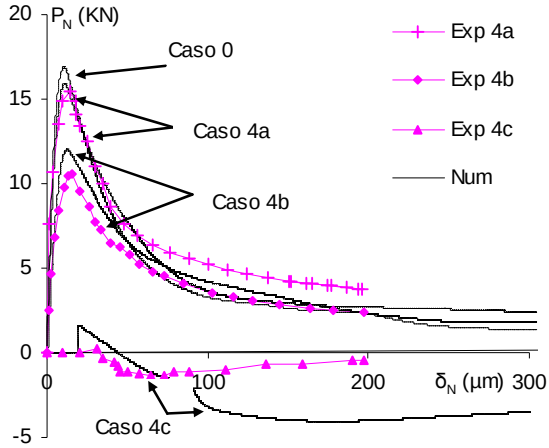


Figura 5.Curvas de fuerza vertical vs desplazamiento vertical para los casos de carga 4a, 4b ,4c (se incluye también el resultado de tracción uniaxal).

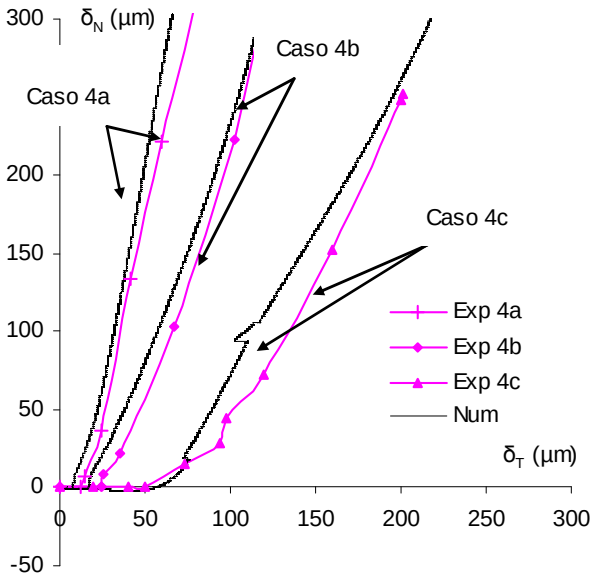


Figura 6.Curvas de desplazamiento normal-corte para los casos 4a , 4b y 4c.

En la figura 7 se presenta la evolución de la tendencia de fisuración correspondiente al caso de carga 4b, obtenida para diferentes etapas de la simulación numérica.

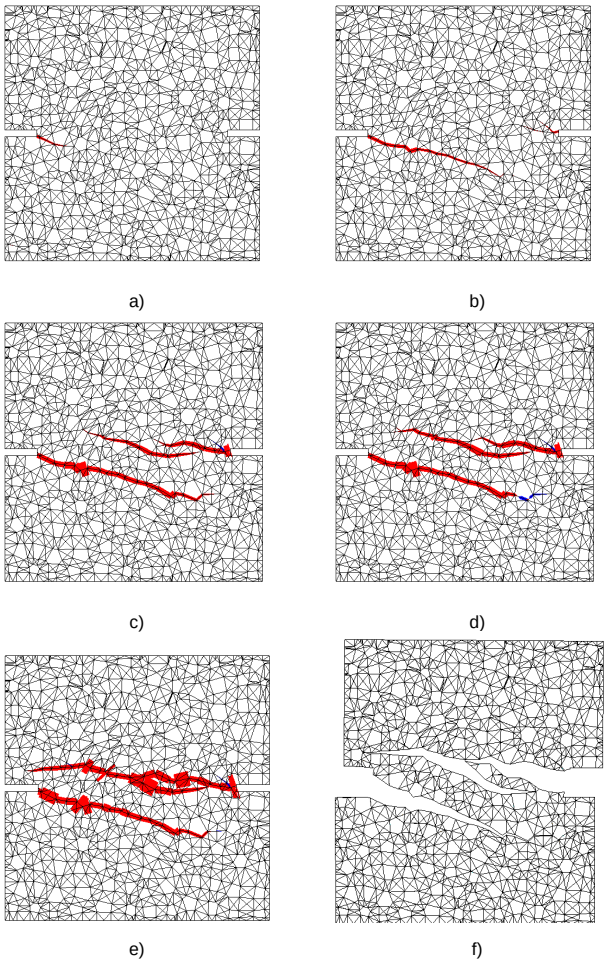


Figura 7. Evolución de la tendencia de fisuración para valores de desplazamiento vertical de a) δ_N =0.44μm, b) δ_N=23.69μm, c) δ_N =125μm, d) δ_N =166.40μm, e) δ_N =364μm y malla deformada f) para δ_N=364μm, para el caso de carga 4b.

En la figura 7a, que corresponde al final de la aplicación de la carga de corte, se aprecia que la fisuración comienza en la entalla izquierda con cierta inclinación. En la figura 7b se ve que progresa la fisura inclinada de la izquierda y comienza otra fisura inclinada en zona de la entalla derecha. En la figura 7c se aprecia que la fisura izquierda sigue progresando, pero con cambio de dirección más horizontal, mientras que a la derecha se ha cerrado la incipiente fisura inclinada (en color azul) y progresa una fisuración bifurcada de menor inclinación. En las figuras 7d y 7e se aprecia que las dos fisuras evolucionan con una marcada tendencia horizontal, incluso inclinada hacia abajo en la fisuración superior. En la figura 7f se presenta la malla deformada para el último caso.

En la figura 8 se muestra el estado de fisuración (arriba) y la malla deformada (abajo) para un estado avanzado

del proceso de carga, correspondiente a los casos 4a y 4c, respectivamente. En ambos casos la fisura se inicia de forma inclinada en la zona de la entalla izquierda. Posteriormente, la fisuración progresa tendiendo a una posición horizontal, en el caso 4a con una franja entre fisuras más estrecha (zona en compresión). En el caso 4c, en el proceso de llegar a la carga máxima de corte también se abre una fisura horizontal en la zona inferior izquierda cerca de la placa de apoyo, circunstancia que de manera similar también se ha señalado en otras modelizaciones [5] (posteriormente, con el aumento del desplazamiento vertical esta fisura entra en descarga).

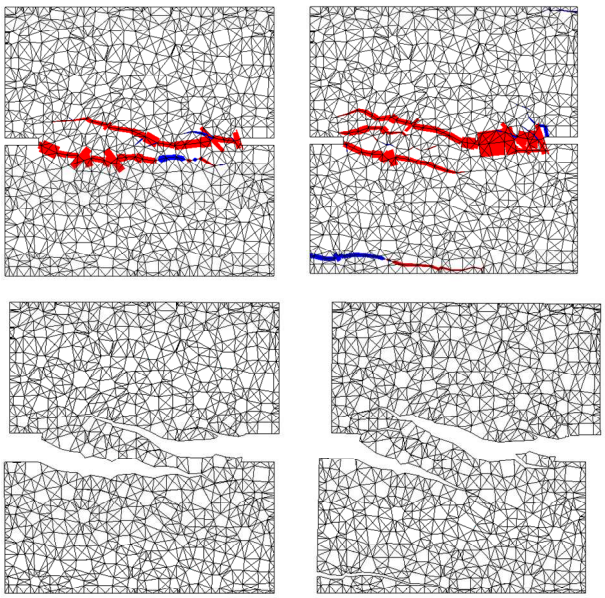


Figura 8. Estado de fisuración final (arriba) y malla deformada final(abajo) para los casos 4a (izquierda) y 4c (derecha).

En la figura 9 se muestra la tendencia de fisuración obtenida en los ensayos experimentales para el caso 4a (arriba) y el caso 4b (abajo).

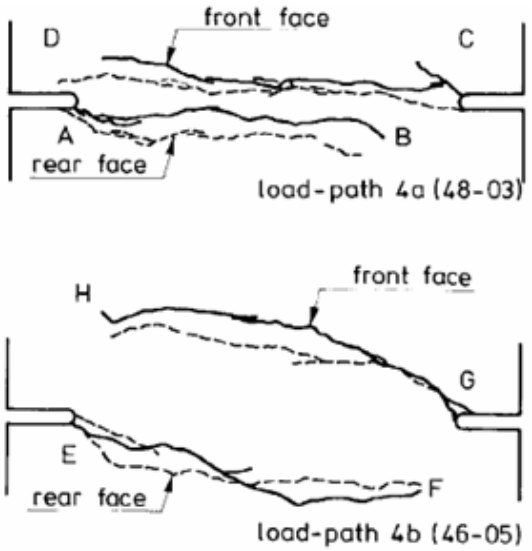


Figura 9. Tendencia de fisuración en los ensayos experimentales: caso 4a (arriba) y caso 4b (abajo)*.*

En [2] se señala que en los tres casos de carga la fisuración se inicia en la zona de las entallas con un ángulo aproximado de 45º. Luego, al aumentar el desplazamiento normal y producirse una rotación de las tensiones principales, la fisuración se propaga con una tendencia curvilínea. La simulación numérica, aún con las limitaciones derivadas del tamaño de árido y en consecuencia de los menores potenciales caminos de fisuración (en zona cercana a entallas), captura cualitativamente los principales aspectos mencionados de la tendencia de fisuración, sobre en todo en el caso de la fisura inferior que ofrece mayores caminos potenciales de desarrollo. Se entiende que la simulación en curso, con áridos de menor tamaño mejorará este aspecto.

3.2. Influencia de una relación impuesta de los desplazamientos

En este caso, la tendencia de carga es proporcional, denominada caso 6 en el trabajo experimental [2], en la cual se aplica una evolución de las cargas en control de desplazamientos de manera que la relación δ_N/δ_T se mantiene constante a lo largo de todo el ensayo. En los ensayos experimentales de Nooru-Mohamed se adoptaron tres diferentes valores de esta relación: δ_N/δ_T iguales a 1, 2 y 3, denominados tendencias de carga 6a, 6b y 6c, respectivamente.

En las figuras 10 y 11 se presentan los resultados de los ensayos experimentales y de la simulación numérica mesoestructural, mediante las respectivas curvas de fuerza vertical versus desplazamiento vertical (Fig. 10) y fuerza de corte versus desplazamiento de corte (Fig. 11). Se puede apreciar en ambas figuras la tendencia concordante obtenida cualitativamente con la simulación numérica, si bien existen diferencias cuantitativas, que podrían deberse a la necesidad de ajuste de algunos parámetros (de corte) o quizás al tamaño del árido. Se ha analizado una muestra de 50 mm de lado con áridos de tamaño inferior a 4 mm, que ajustan adecuadamente el ensayo experimental similar.

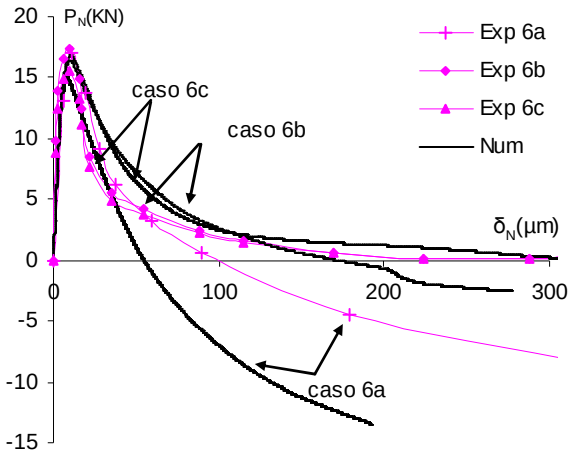


Figura 10. Curvas de fuerza vertical vs. desplazamiento vertical para los casos de carga 6a ,6b y 6c.

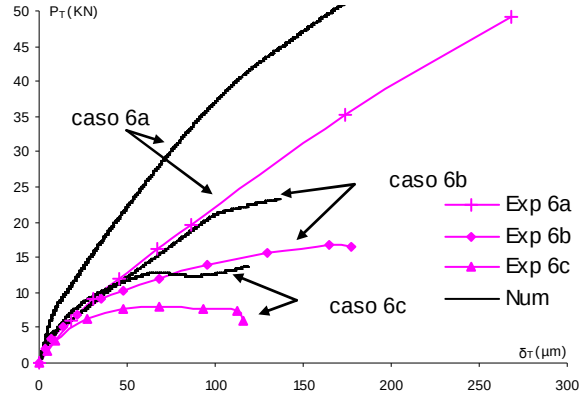


Figura 11. Curvas de fuerza vs. desplazamiento horizontales (corte) para los casos de carga 6a ,6b y 6c.

El aspecto más saliente de estos resultados es la influencia de la dilatancia, más acentuada que en el estado de carga 4. Para el caso 6a su efecto es apreciable en el cambio a una fuerza de compresión durante la curva de postpico; en la medida que aumenta la relación entre δ_N/δ_T (casos b y c), la influencia disminuye drásticamente. Este efecto tiene su correspondencia en las curvas de corte, donde se aprecia que se han alcanzado valores máximos para los caso 6b y 6c, mientras que en el caso 6a sigue en aumento apreciable hasta el nivel alcanzado. En la figura 12 se muestra la tendencia de fisuración experimental para el caso 6a y la de la simulación numérica en los tres casos. Se puede apreciar la concordancia obtenida en el caso 6a, así como una tendencia a modo I con el aumento de δ_N/δ_T.

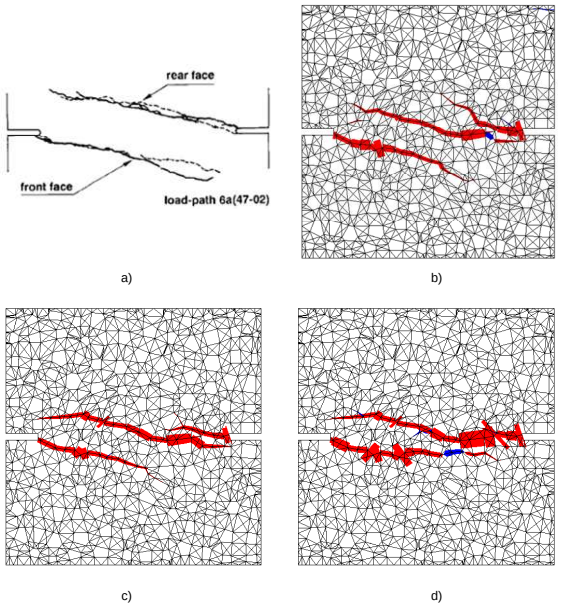


Figura 11. Tendencia de fisuración en el ensayo experimental 6a (a), y en la simulación numérica para los caso 6a, 6b y 6c (b, c y d, respectivamente).

4. CONSIDERACIONES FINALES

En este artículo se ha empleado un modelo numérico mesoestructural con elementos junta sin espesor para analizar distintos ensayos experimentales llevados a cabo en [2]. Los resultados numéricos obtenidos, si bien de carácter preliminar, muestran una buena concordancia cualitativa y cuantitativa con los resultados experimentales. Los trabajos en curso incluyen el efecto tamaño de las muestras empleando un tamaño máximo de áridos similar a los experimentos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al MEC (Madrid) la ayuda recibida a través del proyecto de investigación BIA2006-12717 y la beca FPI concedida al primer autor, así como la colaboración recibida de A. Idiart.

REFERENCIAS

[1] Hassanzadeh, M. "Determination of fracture zone properties in mixed mode I and II". *Engineering Fracture Mechanics*, 35 (4/5), pp. 845-853 (1990).

[2] Nooru-Mohamed, M. B. "*Mixed-Mode Fracture of concrete: An experimental approach*". PhD thesis, University of Technology, Delft, Holanda (1992).

[3] Carol, I., Prat, P. C., y López, C. M. "A normal/shear cracking model. Application to discrete crack analysis", *J. Engng. Mech. ASCE*, 123, pp. 765–773 (1997).

[4] López, C. M., "*Análisis microestructural de la fractura del hormigón utilizando elementos finitos tipo junta. Aplicación a diferentes hormigones*", Tesis Doctoral, ETSECCPB, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona (1999).

[5] López C.M., Carol I., Aguado A. "Meso-structural study of concrete fracture using interface element. I: numerical model and tensile behaviour". *Materials and Structures*, Vol. 41, Nº 3, pag. 583-599 (2008).

[6] López C.M., Carol I., Aguado A. "Meso-structural study of concrete fracture using interface element II: compression, biaxial and Brazilian test". *Materials and Structures*, Vol. 41, Nº 3, pag. 601-620 (2008).

[7] Caballero, A., López, C.M., Carol, I., "3D meso-structural analysis of concrete specimens under uniaxial tension". *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg.*, 195, 7182-7195 (2006).

[8] Caballero, A., Carol, I., López C. M. "3D mesomechanical analysis of concrete specimens under biaxial loading". *Fatigue and Fracture Engng. Mat. and Structures*, 30, 877-886 (2007).

[9] Cusatis, G., Bazant, Z., Cedolin, L., "Confinement-shear lattice CSL model for fracture propagation in concrete", *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg.* 195, 7154-7171 (2006).

[10] J. Oliver, A. Huespe, M.D.G. Pulido and S. Blanco, "Computational modeling of cracking of concrete in strong discontinuity settings", *Computers and Concrete*, Vol. 1, No. 1, 61-76 (2004).

[11] Di Prisco, M., Ferrara, L., Meftah, F., Pamin, J., de Borst, R., Mazars, J., Reynouard, J. "Mixed mode fracture in plain and reinforced concrete: some results on benchmark tests". *International Journal of Fracture*, Vol. 103, pp. 127-148 (2000).

ANÁLISIS NUMÉRICO MESOMECÁNICO DEL ATAQUE SULFÁTICO EXTERNO EN HORMIGÓN

A. Idiart[1], I. Carol[1], C.M. López[1]

[1] Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica
ETSECCPB, Universitat Politècnica de Catalunya, 08034 Barcelona. España
E-mail: andres.idiart@upc.edu, ignacio.carol@upc.edu, carlos.maria.lopez @upc.edu

RESUMEN

Diferentes formas de ataques químicos, a veces con varios tipos de iones presentes simultáneamente, pueden estar en el origen de la degradación del hormigón. En este artículo nos centramos en uno de ellos, el ataque sulfático externo. Los modelos propuestos hasta el momento no pueden capturar correctamente los principales patrones de fisuración, ni consideran el efecto de la fisuración y el spalling en el proceso del transporte de los iones de sulfato. Esta es una característica importante, dado que en los casos en que ocurre el spalling, puede esperarse un cambio drástico en las condiciones de borde del análisis de transporte químico, acelerando así el proceso de degradación. El modelo 2D propuesto en este artículo trata estos temas dentro del marco de un enfoque meso-mecánico con fisuración discreta, usando el MEF y elementos junta de espesor nulo (con una ley constitutiva basada en la mecánica de fractura no lineal). En primer lugar, se presenta el modelo adoptado para el ataque sulfático (basado en la formulación propuesta por Mobasher y colaboradores, con el agregado de ciertas mejoras), seguido de una breve descripción del enfoque mesomecánico. Posteriormente, se muestran y discuten los principales resultados obtenidos.

ABSTRACT

Different forms of chemical attack, sometimes with various types of ions present simultaneously, may be at the origin of the possible degradation of concrete. In this paper we focus on one of these degradation processes, namely the external sulfate attack on concrete. None of the models proposed so far are able to capture the main crack patterns correctly, nor are they able to account for the effect that cracking and spalling may have on the transport process of sulfate ions. This is an important feature, since in the cases where spalling occurs, a drastic change in the boundary conditions of the chemo-transport analysis is to be expected, thus accelerating the degradation process. The 2D model proposed in this paper addresses these issues within the framework of a meso-mechanical approach with discrete cracking using FEM and zero-thickness interface elements (equipped with non-linear fracture mechanics based constitutive law). First, the adopted model for sulfate attack is briefly described (based on the formulation proposed by Mobasher and coworkers, with the addition of some refinements), together with the mesomechanical approach. After that, the main results obtained in this line are shown and discussed.

PALABRAS CLAVE: Análisis mesomecánico, Ataque sulfático externo, Hormigón.

1. INTRODUCCIÓN

Existen diferentes formas de ataques químicos, a veces con varios tipos de iones presentes simultáneamente, que pueden dar lugar a procesos de degradación en estructuras de hormigón. En este artículo nos centraremos en el ataque sulfático externo, que es el deterioro mecánico que sufren los materiales cementicios debido al ingreso de iones sulfáticos presentes en medios circundantes ricos en sulfato. Si bien se trata de un caso típico, ampliamente descrito en diversas publicaciones y libros de texto sobre hormigón [1,2], la problemática que involucra a los mecanismos de degradación todavía no se comprende del todo bien. En la actualidad existe un renovado interés en describir racionalmente los mecanismos que están detrás de los procesos expansivos que llevan a la fisuración, "spalling" (Figura 1, tomada de la referencia [3]), pérdida de resistencia general, que puede dar lugar incluso a la desintegración completa del material bajo condiciones severas de ataque.

Figura 1. Muestra cúbica de mortero expuesta a una solución de sulfato de magnesio a 360 días [3]

Las principales condiciones que tienen que cumplirse son la existencia de un medio rico en sulfato, una alta permeabilidad (o difusividad) del hormigón y la presencia de un medio húmedo, que favorezca la difusión general de los sulfatos [4]. Se presentan tres procesos:
1) transporte de iones de sulfato a través de la red porosa, principalmente controlada por la permeabilidad del hormigón (siendo la relación agua/cemento w/c el parámetro clave), así como a través del sistema de fisuración,
2) reacciones químicas entre los componentes de la pasta de cemento endurecida y los iones de sulfato (una vez que estos iones han entrado en el material, el tipo de cemento y el contenido de aluminatos determinarán principalmente el grado de reacciones que ocurran),
3) fenómenos de expansión como consecuencia de la formación de nuevas fases cristalinas.

En general, la presencia de sulfatos desde fuentes externas da lugar a la formación de nuevas fases como etringita y yeso. La mayor parte de la evidencia experimental ha mostrado que la formación de etringita secundaria es el principal factor involucrado en las expansiones [5-7]. Por otro lado, el efecto del yeso sobre la expansión general es todavía una cuestión abierta [2]. El mecanismo mediante el cual la etringita causa la expansión macroscópica o microscópica no está aún bien determinado y se pueden encontrar varias propuestas en la literatura (que pueden consultarse por ejemplo en [2]). La intensidad del ataque (o el grado de degradación) puede ser muy variable en estructuras reales y depende de la calidad del hormigón (tipo de cemento, relación w/c, condiciones de curado, adiciones minerales, deterioro del hormigón antes del ataque) y de las condiciones ambientales (concentración, distribución y tipo de sulfatos, humedad y temperatura, pH de la solución, efecto combinado de diferentes procesos de degradación, etc.).

Un tratamiento completo del problema debería involucrar tanto aspectos químicos como mecánicos del ingreso de sulfatos, y sus consecuencias en el comportamiento general, a fin de predecir de forma confiable la durabilidad de las estructuras de hormigón bajo ataque sulfático. Modelos avanzados basados en un tratamiento completo del problema químico-difusión-mecánico deberían proveer una mejor comprensión del problema y ayudar al diseño de experimentos efectivos.

En este artículo se presenta en primer lugar un modelo de difusión/reacción para el ataque sulfático externo, basado en la formulación propuesta por Mobasher y colaboradores [8], con la introducción de algunas mejoras [9]. Posteriormente, este modelo se incluye en una aproximación mesomecánica acoplada para estudiar la degradación de una muestra de hormigón en la que se representa de forma explícita su estructura interna de primer nivel (áridos de mayor tamaño, rodeados por una matriz de mortero) y se incluyen elementos junta de espesor nulo para representar la fisuración.

2. ATAQUE SULFÁTICO EXTERNO

Dada la complejidad involucrada, en [8] se ha considerado un punto de vista simplificado del problema, en el cual el ataque sulfático externo puede ser analizado mediante la difusión de un sólo tipo de ion, representado por el ingreso de sulfatos

2.1. Descripción del modelo

Se asume que los sulfatos que ingresan reaccionan primero con la portlandita para formar yeso ($C\bar{S}H_2$), y posteriormente reaccionan con las diferentes fases de aluminatos de calcio no difusivos presentes en la pasta de cemento hidratada para formar etringita secundaria. También puede agregarse una reacción adicional de formación de etringita, no considerada en el modelo original [8], a partir de la fase de alúmina-ferrita, dando lugar a un total de 4 posibles reacciones que se muestran en la expresión (1).

$$\begin{aligned}
&C_4AH_{13} + 3C\bar{S}H_2 + 14H \rightarrow C_6A\bar{S}_3H_{32} + CH \\
&C_4A\bar{S}H_{12} + 2C\bar{S}H_2 + 16H \rightarrow C_6A\bar{S}_3H_{32} \\
&C_3A + 3C\bar{S}H_2 + 26H \rightarrow C_6A\bar{S}_3H_{32} \\
&3C_4AF + 12C\bar{S}H_2 + xH \rightarrow 4\left(C_6A\bar{S}_3H_{32}\right) + 2\left[(A,F)H_3\right]
\end{aligned} \tag{1}$$

Mientras que en [8] se considera una reacción agrupada para simplificar el análisis, en nuestra formulación se propone opcionalmente tratar cada una de las reacciones separadamente, permitiendo así la consideración de diferentes cinéticas para cada reacción individual [9].

Las reacciones químicas precedentes tienen lugar de acuerdo con la disponibilidad de sulfatos y aluminatos de calcio, lo cual se determina en tiempo y espacio a través de una ecuación de difusión-reacción de segundo orden para la concentración de sulfatos (U [mol/m^3]), y ecuaciones adicionales para la disminución de las diferentes fases de aluminato de calcio (C_i [mol/m^3]):

$$\frac{\partial U}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(D_U \frac{\partial U}{\partial x}\right) - U \cdot \sum_{i=1}^{n} k_i C_i \tag{2}$$

$$\frac{\partial C_i}{\partial t} = - k_i \frac{U C_i}{a_i} \qquad \text{para } i = 1, n \tag{3}$$

donde D_U [m^2/s] es el coeficiente de difusión, k_i [m^3/(mol.s)] es un coeficiente que define la velocidad de cada reacción, a_i son los coeficientes estequiométricos para los sulfatos (en forma de yeso) de las reacciones individuales y t [s] y x [m] son el tiempo y las coordenadas espaciales, respectivamente. La consideración de diferentes cinéticas para cada reacción agrega (n-1) ecuaciones al sistema. Afortunadamente esto no plantea dificultad matemática, ya que en el caso particular de su implementación en un código de EF, las variables C_i se consideran variables internas y sólo la concentración de sulfatos U se considera una variable nodal. De acuerdo con esto, para cada iteración *j* del sistema no lineal de ecuaciones (2) y (3), las fases de

aluminatos de calcio *i* para la siguiente iteración (C_i^{j+1}) se integran explícitamente como:

$$C_i^{j+1} = C_i^j \cdot \exp\left\{-\frac{k_i}{a_i}\cdot\left(U^j + \alpha\cdot\Delta U^j\right)\cdot\Delta t^j\right\} \quad (4)$$

en la cual α es el coeficiente para la integración en el tiempo. Sin embargo, frecuentemente no se conoce a priori la cinética de las reacciones individuales para la formación de etringita, por lo que puede resultar conveniente proceder como en [8] donde se han agrupado las tres primeras reacciones presentadas en (1), en una expresión única dada por:

$$CA + q\bar{S} \rightarrow C_6A\bar{S}_3H_{32} \quad (5)$$

donde q representa el coeficiente estequiométrico ponderado de la reacción agrupada. Teniendo en cuenta la reacción agrupada (5), las ecuaciones (2) y (3) pueden reescribirse como:

$$\frac{\partial U}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(D_U\frac{\partial U}{\partial x}\right) - kUC \quad (6)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -k\frac{UC}{q} \quad (7)$$

donde C representa ahora la cantidad de aluminato de calcio equivalente por la agrupación de las reacciones (CA en la expresión (5), y k es la tasa de reacción de sulfatos agrupada. Nótese que el modelo en esta versión necesita calcular sólo una variable interna.

Una diferencia importante respecto del modelo original se presenta en la consideración del coeficiente de difusión, que en la formulación propuesta en [8] sólo considera un incremento del mismo con la microfisuración, a través de una variable de daño. En nuestro trabajo se considera una variación del coeficiente de difusión, dependiente del efecto de llenado del poro (la difusividad decrece a medida que los poros se llenan con especies precipitadas). Por otro lado, la difusión a través de las fisuras está explícitamente considerada con la introducción de las juntas. De este modo, nuestro modelo considera la disminución de la difusividad debida al efecto de llenado de los poros, simultáneamente con un incremento de la difusividad general efectiva debido a fenómenos de fisuración [9].

Se ha adoptado una variación del coeficiente de difusión en términos de una función de escala de acuerdo a las siguientes expresiones:

$$D_\Phi\left(\Phi_{cap}\right) = D_0 + \left(D_1 - D_0\right) f\left(\beta_D, \Phi_{cap}\right) \quad (8)$$

$$\text{con} \quad f\left(\beta_D,\Phi_{cap}\right) = \frac{e^{-\beta_D\xi}}{1+\left(e^{-\beta_D}-1\right)\xi} \quad \text{y} \quad \xi = \left(\Phi_{cap}/\Phi_{ini}\right) \quad (9)$$

$$\Phi_{ini} = v_c\cdot\left(\frac{w/c - 0.36\alpha}{w/c + 0.32}\right) \quad (10)$$

$$\Phi_{cap} = \Phi_{ini} - \alpha_s CA_{react}, \quad \text{si } \alpha_s CA_{react} < \Phi_{ini} \text{ (si no 0)} \quad (11)$$

en las cuales D_0, D_1, son valores de referencia inferior y superior, respectivamente, β_D es un parámetro que determina la no linealidad de la función, Φ_{ini} es la porosidad capilar inicial, Φ_{cap} es la porosidad capilar actualizada que tiene en cuenta el aumento de etringita, v_c es la fracción volumétrica del cemento, *w/c* es la relación agua-cemento, α es el grado de hidratación, y α_s y CA_{react} se definen más adelante. En la Figura 2 se muestra la variación de la ley propuesta para β_D = 1.5, que se compara con otras formulaciones encontradas en la bibliografía (valores normalizados del coeficiente de difusión y la porosidad capilar).

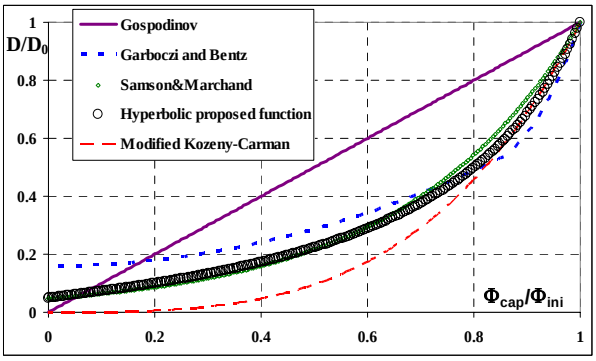


Figura 2. Comparación de la ley de variación del coeficiente de difusión propuesta en este trabajo con otras formulaciones.

Se supone que la etringita es el único producto de reacción que gobierna las expansiones. La deformación volumétrica ε_v(t) se obtiene de la cantidad de aluminato de calcio reaccionado y el cambio de volumen asociado con él. Para cualquiera de las reacciones individuales mostradas antes, el cambio volumétrico puede calcularse como [8]:

$$\frac{\Delta V_i}{V_i} = \frac{m^{ettr}}{m^{Pi} + a\cdot m^{gypsum}} - 1 \quad (12)$$

siendo m^i el volumen molar [m^3/mol] de cada especie y *a* el coeficiente estequiométrico involucrado en la reacción. Para calcular la deformación volumétrica total, es necesario calcular la cantidad de fases de alúmina que han reaccionado (CA_{react} en el caso de la reacción agrupada y C^i_{react} para el modelo extendido). Para la versión completa del modelo, la deformación volumétrica se calcula como:

$$\varepsilon_v(t) = \sum_{i=1}^{n} C_{react}^{i} \frac{\Delta V_i}{V_i} m_i - f \cdot \Phi_{ini} \tag{13}$$

$$C_{react}^{i} = C_0^i - C_{unr}^i \tag{14}$$

donde C_0^i representa la concentración inicial de las diferentes fases de alúmina, C_{unr}^i es la cantidad de los aluminatos no reaccionados (dados por los valores actualizados de las variables internas) y f es la fracción de porosidad capilar que tiene que ser llenada antes de que ocurra alguna expansión. Para el modelo simplificado se emplea nuevamente un esquema promedio para las diferentes fases, en el que el incremento de volumen se relaciona con el aluminato de calcio reaccionado mediante un coeficiente α_s. Los valores típicos de f encontrados por análisis inverso están en el rango de 0.05-0.40 [8].

2.2. Verificación

Para una verificación inicial de la implementación de la formulación del ataque sulfático, se han utilizado dos ejemplos calculados a partir de una expresión simplificada de (6), que sólo considera el consumo de sulfatos (sin el término C -es decir suponiendo una disponibilidad ilimitada de aluminatos para reaccionar). Para el caso unidimensional de una pieza de longitud infinita de espesor L expuesta a una concentración inicial U_0 en ambos lados, se cuenta con solución analítica (Crank, 1956). En las Figura 3 se comparan los resultados numéricos y analíticos para unos valores de $D = 10^{-12}$ m^2/s, $L = 25$ mm y $k = 10^{-8}$ s^{-1}.

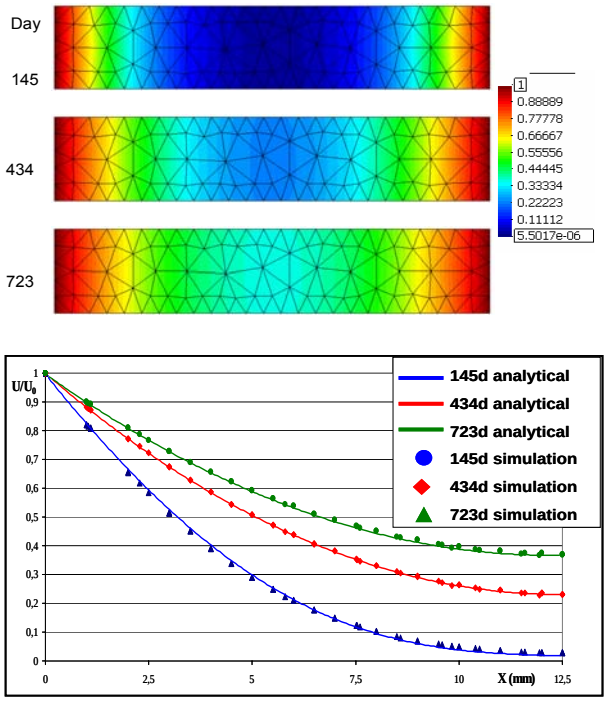


Figura 3. Ejemplo de verificación unidimensional de la formulación de primer orden (sin C) del ataque sulfático

En la Figura 3 (superior) se muestra la distribución normalizada de la concentración de sulfatos a lo largo del espesor para tres diferentes tiempos, mientras que en la Figura 3 (inferior) se presentan las curvas de la cantidad disponible de sulfatos a lo largo del semi-espesor para estos mismos tiempos. Se puede apreciar en la figura que para una determinada distancia del borde, la concentración de sulfatos crece con el tiempo, si bien la concentración resulta menor que en el caso sólo de difusión (Ley de Fick, con k =0), debido lógicamente al término de la reacción. En la Figura 4 se muestran los resultados de una simulación 2D para una placa cuadrada sometida al ingreso de sulfatos por sus cuatro bordes.

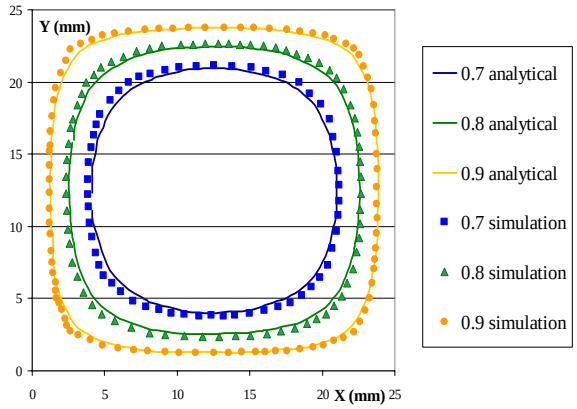


Figura 4. Ejemplo de verificación 2D de la formulación de primer orden (sin C) del ataque sulfático

3. MODELIZACIÓN MESOMECÁNICA

El modelo consiste en la representación explícita en una discretización 2D por el método de los elementos finitos (FEM), de las tres fases componentes principales de la estructura interna del hormigón a un nivel de observación a mesoescala. Por un lado, los áridos de mayor tamaño (aproximadamente el tercio mayor de la granulometría), cuya distribución y forma se genera de forma aleatoria mediante un procedimiento basado en la teoría de Voronoi-Delaunay. Rodeando a la fase granular se discretiza una matriz homogénea, que representa al mortero más los áridos de menor tamaño. Finalmente, se incluye en la malla una retícula de elementos junta sin espesor, distribuidos a lo largo de todos los contactos entre elementos de áridos y mortero (interfase) y entre algunos contactos de la matriz. Estos elementos junta se insertan *a priori* entre los elementos estándar del medio continuo, de modo que puedan quedar representadas las principales potenciales trayectorias de fisuración. Para los elementos junta se utiliza una ley constitutiva no lineal basada en la teoría de la elastoplasticidad y en conceptos de la mecánica de fractura [10,11].

El acoplamiento difusión/químico-mecánico (HM) se ha implementado mediante una estrategia en "*staggered*", que relaciona dos códigos independientes, de manera que sucesivamente el resultado del problema de difusión/químico se utiliza como entrada en el análisis

mecánico y el de este último, como entrada en el primero, hasta alcanzar una tolerancia prefijada. En ambos análisis se emplea una misma malla de EF con elementos junta sin espesor y nudos dobles, cuya formulación para el caso de difusión puede consultarse en [12].

4. RESULTADOS

Se estudia el ataque sulfático en una muestra de hormigón de 6x6 cm^2 con un arreglo de 4x4 áridos (que corresponde a un 26 % en volumen y 15 mm de tamaño máximo). Se simula un ataque externo por los cuatro bordes de una solución de sulfato de sodio con una concentración U_{imp} de 35.2 mol/m^3. Se utiliza la versión del modelo de reacciones agrupadas (una sola variable de historia) y un coeficiente de difusión variable. Para el mortero se considera una concentración del 9.13% de C_3A en peso del cemento (CEM I 52.5R) y los siguientes parámetros: $D_0 = 1.96\text{x}10^{-12}$ m^2/s, $k = 0.92\text{x}10^{-9}$ s^{-1}. $m^3/(mol.s)$, $q = 3$, f = 0.05, w/c = 0.5, $\alpha = 0.9$, $D_0/D_1 = 10.2$, $\beta_D = 1.5$ y $\alpha_s = 1.133\text{x}10^{-4}$. El efecto de las fisuras en la difusión de los sulfatos se tiene en cuenta, como se ha comentado, en los elementos de interfase en función de la apertura de fisura, mediante la conocida ley cúbica.

A fin de verificar la respuesta del modelo, se han llevado a cabo simulaciones numéricas en régimen acoplado y desacoplado. En la Figura 5 se presentan los resultados de la evolución de la concentración de etringita en el caso desacoplado (izquierda) y acoplado (derecha) para tres diferentes edades avanzadas, cuando ya se aprecian las diferencias entre ambas simulaciones. Se observa que el frente de formación de etringita (consecuencia de la penetración de los sulfatos) avanza hacia el centro de la muestra a medida que pasa el tiempo, de una forma más acentuada en el análisis acoplado. En la Figura 6 se presenta la evolución del estado de fisuración para cuatro diferentes edades, hasta donde prácticamente coinciden los resultados desacoplados y acoplados (el espesor de línea representa la energía disipada en las juntas en procesos de fractura, en color rojo si está activa y en azul en descarga elástica). Se puede apreciar en la misma que la fisuración comienza en las esquinas de la muestra en juntas de interfase árido-mortero (Fig.6a). Luego va evolucionando una fisuración perimetral que para el tiempo de 1022 días prácticamente ha formado una línea cerrada (spalling). En la Figura 7 se muestra la evolución del estado de fisuración para las mismas edades de la Figura 5, diferenciando entre el caso desacoplado (izquierda) y el acoplado (derecha). Se puede apreciar la correlación de los resultados de las Figuras 5 y 7, ya que al producirse una conexión de la fisuración con los bordes de la muestra, la modelización acoplada acentúa la influencia de las fisuras como canales preferenciales de penetración, lo que redunda en un aumento de la producción de etringita e incremento de volumen, y en consecuencia un mayor grado de fisuración interna y degradación de la muestra.

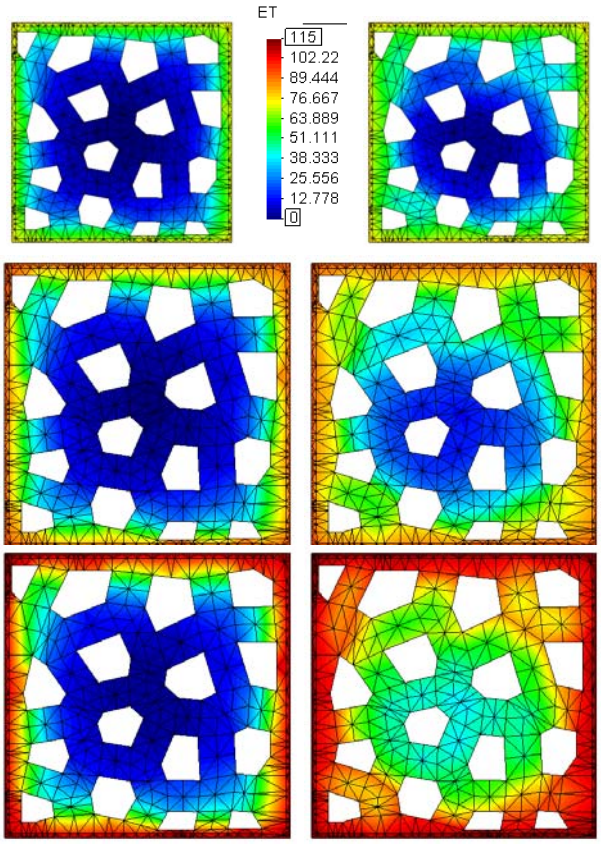


Figura 5. Evolución de la concentración de etringita para el caso desacoplado (izquierda) y el caso acoplado (derecha) para valores de t = 1522, 2022 y 2572 días, de arriba hacia abajo

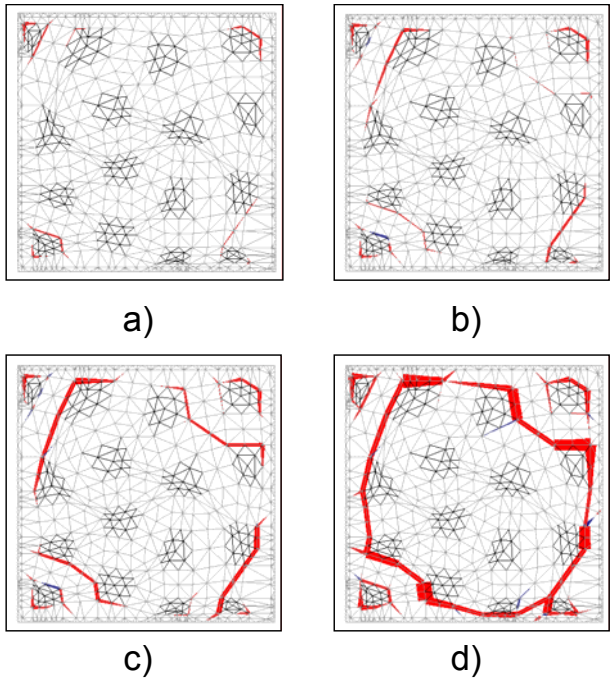


Figura 6. Evolución del estado de fisuración para los siguientes valores de tiempo: a) t=672, b) t= 722, c) t=772 y d) t=1022 días (hasta aquí prácticamente coinciden los resultados desacoplados y acoplados)

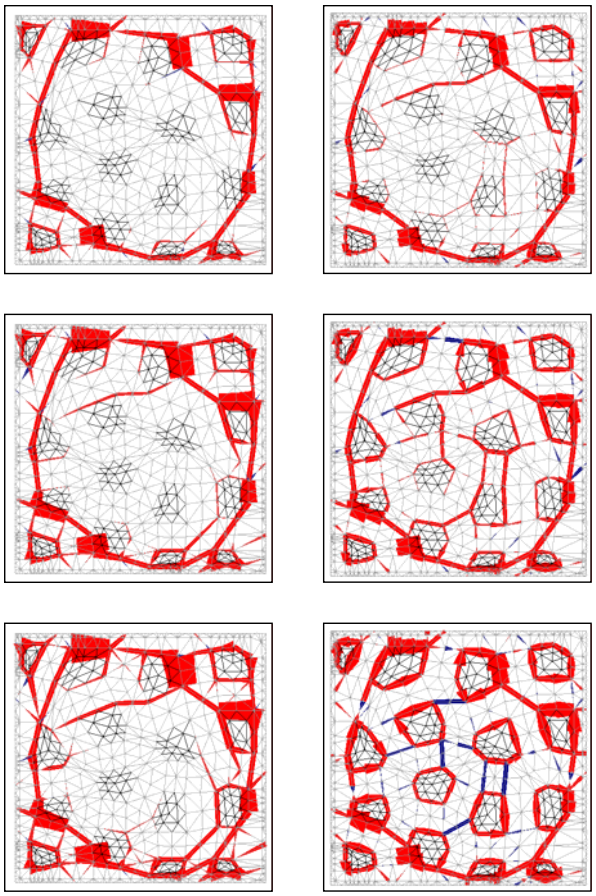


Figura 7. Evolución del estado de fisuración para el caso desacoplado (izquierda) y el caso acoplado (derecha) para valores de t = 1522, 2022 y 2572 días, de arriba hacia abajo.

Nótese en el caso acoplado, como aumenta la fisuración hacia el interior de la muestra al pasar de los 1522 a los 2022 días, y que de este último hasta los 2572 días se aprecia que la fisuración rodea completamente cada árido (disgregación árido-mortero), a la vez que entran en descarga las juntas de mortero que unen la fisuración entre áridos. La simulación captura correctamente la fisuración y el spalling (con la consiguiente reducción de área efectiva de la muestra) observados en los experimentos, tal como puede apreciarse en la Figura 8 donde se presentan la malla deformada de la simulación numérica (izquierda) y el estado de una muestra real (derecha) extraída de [6].

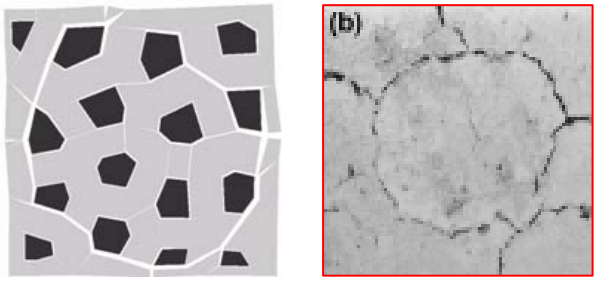


Figura 8. Malla deformada (izquierda) y muestra real (derecha) extraída de referencia [6]

5. CONSIDERACIONES FINALES

Los trabajos en curso y futuros se orientan a simulaciones numéricas con muestras de mayor tamaño y número de áridos, que incluyen la reproducción de los ensayos experimentales llevados a cabo en [13] en términos de expansiones en función del tiempo. También el análisis de la influencia de diversos factores, como por ejemplo la difusión a través de las fisuras.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al MEC (Madrid) la ayuda recibida a través del proyecto de investigación BIA2006-12717. Asimismo, se hace constar la beca FPI asignada al primer autor, entre los años 2004 y 2008.

REFERENCIAS

[1] A. Neville, “Properties of concrete”, Pearson Prentice Hall, 4th ed. (2002).

[2] J. Skalny, J. Marchand y I. Odler, “Sulfate Attack on Concrete”, Spon Press (2002).

[3] S. Lee, R. Hooton, H. Jung, D. Park, C. Choi, “Effect of limestone filler on the deterioration of mortars and pastes exposed to sulfate solutions at ambient temperature”, *Cem. Concr. Res.*, 38:68-76, (2008).

[4] M. Collepardi, “A state-of-the-art review on delayed ettringite attack on concrete”, *Cem. Concr. Comp.*, 25:401-407 (2003).

[5] P. Brown y H. Hooton, “Ettringite and thaumasite formation in laboratory concretes prepared using sulfate-resisting cements”, *Cem. Concr. Comp.*, 24:361-70 (2002).

[6] O. Al-Amoudi, “Attack on plain and blended ce-ments exposed to aggressive sulfate environments”, *Cem. Concr. Comp.*, 24:305-316 (2002).

[7] E. Irassar, V. Bonavetti y M. González, “Microstructural study of sulfate attack on ordinary and limestone Portland cements at ambient temperature”, *Cem. Concr. Res.*, 33:31-41 (2003).

[8] R., Tixier, B. Mobasher, “Modeling of damage in cement-based materials subjected to external sulfate attack.I. Formulation”. *J. of Mat. In Civil Engng, ASCE*, 15(4), 305-313 (2003).

[9] A. Idiart, “*Coupled analysis of degradation processes in concrete specimens at the meso-level*”, Ph.D. Thesis, in preparation, UPC, Barcelona, (2009).

[10] I. Carol, P. Prat, CM. López, “A normal/shear cracking model. Application to discrete crack analysis”, *Journal of Engineering Mechanics*, 123, No 8, (1997).

[11] I. Carol, CM. López, O. Roa, “Micromechanical analysis of quasi-brittle materials using fracture-based interface elements”, *Int. Journal of Num. Methods in engineering*, 52, pag. 193-215, (2001).

[12] JM. Segura, I. Carol, “Coupled HM analysis using zero-thickness interface elements with double nodes. Part I: Theoretical model” and “Part II: Verification and application”.*Int. J. Numer. Anal. Meth. Geomech.* 32:2083–2123, (2008).

[13] T.H. Wee, A.K Suryavanshi, S.F. Wong y K.M. Anisur Rahman, “Sulfate resistance of concrete containing mineral admixture”, *ACI Mater J*, 97:536-49, (2000).

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

VIDA EN SERVICIO Y RIESGO DE ROTURA EN ESTRUCTURAS SOMETIDAS A AMBIENTES AGRESIVOS

M. V. Biezma[1], J. R. San Cristóbal[2], R. Martínez[1]

[1] Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales, E. T. S. de Náutica,
Universidad de Cantabria, Dique de Gamazo, s/n,
39004 Santander, España.
E-mail: biezmav@unican.es;
E-mail: rmartinez@alumnos.unican.es

[2] Dpto. de Ciencias y Técnicas de la Navegación y de la Construcción Naval. E. T. S. de Náutica,
Universidad de Cantabria, Dique de Gamazo, s/n,
39004 Santander, España.
E-mail: jose.sancristobal@unican.es

RESUMEN

Todas las estructuras deben desarrollar su función de manera óptima durante el tiempo para el cual están diseñadas. Sin embargo, cuando están sometidas a ambientes agresivos, se deterioran rápidamente con el tiempo. Para mantener sus propiedades se hace necesario, en numerosas ocasiones, dedicar considerables recursos humanos, económicos y técnicos a su mantenimiento o reemplazo. A pesar de que existen regulaciones específicas para controlar dichas propiedades durante su Vida en Servicio, con su consiguiente coste, el riesgo de rotura no se elimina completamente.

El objetivo de este trabajo es doble. Por un lado, clarificar el concepto de Vida en Servicio y compararlo con otras definiciones como Vida Útil, Vida Técnica o Vida Operativa. En segundo lugar, analizar otros factores vinculados al diseño, a la selección de materiales, a las medidas anticorrosión a aplicar, etc., de aquellas estructuras sometidas a ambientes agresivos para minimizar el riesgo de rotura, y asegurar que la integridad estructural se mantiene durante toda la Vida en Servicio.

ABSTRACT

All structures are designed so that perform their function with an optimal yield during the time for that they were designed. Nevertheless, they can quickly lost their initial properties with the time, when are working in aggressive environment, i.e, sea water. In order to maintain their properties and avoid a risk of in service failure is necessary devoted attention to human, economic, inspections and maintain activities. So, the risk of failure during the service life is not eliminates completely in spite of existing specific rules in order to control this undesirable event.

The objective of this work is double; first tries to define with clarity concepts that sometimes are used in a arbitrary manner that can mark the security of a component. These concepts are the following ones: Useful Life, Technical Life, Utility Life, Operative Life, etc.; in a second time, to ensure that structural integrity can be maintained during the lifetime of the unit, risk-based management options must be considered.

PALABRAS CLAVE: Vida en Servicio, Rotura, Riesgo.

1. INTRODUCCIÓN

El factor que desencadena más fallos en servicio de los materiales metálicos es el estado tensional de fatiga que, en el caso particular del ámbito aeronáutico, constituye un 57.6 % de los daños, frente a un 29.4 % de los ocasionados por la corrosión y un 13% los producidos por impactos de distinta naturaleza [1]. El problema aún se acrecienta más cuando aparece la sinergia entre la fatiga y un ambiente agresivo específico, que origina el conocido y bien definido fenómeno de Corrosión-Fatiga, experimentado en la mayoría de sistemas metálicos [2].

La corrosión es un proceso dinámico; este hecho entorpece aún más la predicción de la vida en servicio de una estructura, componente o elemento, ya que las condiciones tanto físico-químicas del medio que origina la corrosión, como los efectos que produce en el material están cambiando constantemente. Desde este punto de vista, y para clarificar la agresividad de las atmósferas, se han clasificado genéricamente en varios tipos, siendo las más agresivas las marino-industriales y, en particular, aquellas vinculadas a la actividad petroquímica, por su elevado contenido en H_2S, y a la posible actividad microbiológica que se puede producir

en aguas estancadas y poco renovadas; en todos los casos, el pH es un reflejo de la acidez del medio vinculado a la cantidad de hidrógeno presente en el medio. El hidrógeno puede introducirse en el material, fragilizándolo con cinéticas muy elevadas. Estudios recientes han demostrado que la velocidad de propagación de fisuras puede aumentar hasta 4 órdenes de magnitud en procesos de corrosión fatiga respecto a la fatiga pura [3].

El tamaño y la distribución de los defectos ocasionados por la corrosión influirán notablemente en lo que se denomina Vida en Servicio de una estructura, concepto flexible y de difícil definición, pues depende íntimamente del material implicado, su diseño, estado tensional y tipo de ambiente al que esté sometido. A modo de ejemplo, la Vida en Servicio de un barco es de 20 años, la de una tubería empleada en el sector petroquímico de 30 años, la de un contenedor de residuos nucleares de 1000 años, y 29500 horas de vuelo la de un avión.

El objetivo de este trabajo es doble. Por un lado, clarificar el concepto de Vida en Servicio y compararlo con otras definiciones como Vida Útil, Vida Técnica o Vida Operativa. En segundo lugar, analizar otros factores vinculados al diseño, a la selección de materiales, a las medidas anticorrosión a aplicar, etc., de aquellas estructuras sometidas a ambientes agresivos para minimizar el riesgo de rotura, y asegurar que la integridad estructural se mantendrá durante toda la Vida en Servicio.

2. VIDA ÚTIL, VIDA OPERATIVA, VIDA EN SERVICIO

A la hora de determinar el período de tiempo durante el cual una estructura va a estar, o se pretende que esté en funcionamiento, son básicamente tres los conceptos que se utilizan: Vida en Servicio, Vida Útil y Vida Operativa. Durante ese tiempo, la estructura debe trabajar bajo determinadas condiciones de seguridad, sin existir riesgo de fallo mientras desempeñe las funciones para las que ha sido seleccionada, atendiendo a sus propiedades iniciales.

Tras hacer una exhaustiva revisión bibliográfica [4-12], para conocer y analizar la Vida en Servicio de estructuras sometidas a estados tensionales y en ambientes de elevada agresividad, se ha comprobado que no existe una unificación de criterios para definir los conceptos de Vida en Servicio, Vida Útil, y Vida Operativa. Este hecho es consecuencia de considerar al diseño como uno de los criterios más relevantes en el caso de grandes estructuras, como es el caso que nos ocupa en este trabajo. La tabla 1 muestra los criterios que han primado, en orden de importancia, a la hora de definir cada uno de los conceptos anteriores, y los principales sectores industriales en los que se han utilizado.

A partir de estos datos, los autores del presente trabajo proponen, para cada uno de los conceptos anteriores, las siguientes definiciones:
1.- Vida Útil es el tiempo de funcionamiento de cualquier elemento, componente o estructura teniendo en cuenta su evolución dinámica de cambio de propiedades, en condiciones de seguridad y fiabilidad, considerando el mantenimiento tanto preventivo como predictivo.
2.- Vida Operativa es la esperanza de vida que tiene un elemento, componente o estructura para realizar un trabajo, con una explotación de aprovechamiento máximo, basado en un diseño adecuado.
3.- Vida en Servicio es el tiempo de funcionamiento de cualquier elemento, componente o estructura teniendo en cuenta su integridad, fiabilidad y rendimiento.

Tabla 1. Criterios empleados en las definiciones de Vida Útil, Vida Operativa y Vida en Servicio y algunos de los sectores industriales implicados

Vida Útil	Vida Operativa	Vida en Servicio
• Economía • Diseño • Durabilidad • Seguridad	• Diseño • Economía • Durabilidad • Seguridad	• Durabilidad • Seguridad • Economía • Rendimiento
Generación y Transformación Energética Petroquímica, Automoción, Aviación, Biomedicina	Electrónica, Automoción, Petroquímica, Sanitario, Tuberías, Construcción Civil	Aeronáutica, Generación y Transformación Energética, Construcción Civil, Construcción Naval,

La figura 2 muestra la interrelación de los conceptos presentados. Lo aspectos económicos influyen notablemente tanto en la Vida Útil como en la Vida Operativa, las cuales están interrelacionadas entre sí. No obstante, los tres conceptos utilizados en el presente trabajo, Vida en Servicio, Vida Útil y Vida Operativa

van a determinar los años que la estructura, componente o elemento mantendrá sus propiedades sin riesgo de fallo en servicio.

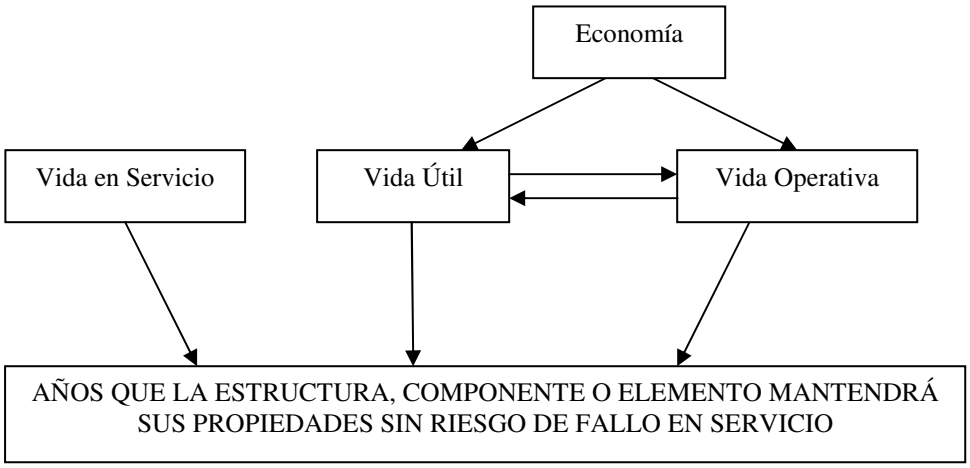


Figura 2. Interrelación de los conceptos que definen la Vida en Servicio, Vida Útil y Vida Operativa

3. ANÁLISIS DEL RIESGO

Podemos definir el Riesgo como "la pérdida esperada o el daño asociado con la ocurrencia de un posible evento no deseado" [13]. Su valoración intenta dar respuesta a cuestiones tales como: ¿Qué puede ir mal? ¿Cómo puede suceder? ¿Cuál es la probabilidad de ocurrencia? ¿Cuáles serían las consecuencias ?. Distinguimos distintos tipos de situaciones que podríamos llamar de "incertidumbre" o de conocimiento "parcial" [14,15]:

1. El acontecimiento esperado está claramente definido, y su probabilidad de ocurrencia está firmemente establecida en análisis estadísticos. Un ejemplo de esta situación la encontraríamos en los componentes electrónicos, en donde la tasa de fallo de un componente es conocida.
2. El acontecimiento esperado también está claramente definido, pero las probabilidades de ocurrencia no están lo suficientemente establecidas, ya que los ambientes de trabajo no son lo suficientemente genéricos. El elemento principal se intenta descomponer en subelementos de los que se dispongan análisis estadísticos. La Fiabilidad estructural de un buque sería el ejemplo más característico, puesto que es habitual que trabajen estructuras similares en entornos totalmente distintos. En este punto merece hacer una llamada de atención a las técnicas anticorrosivas que se aplican a distintas estructuras marinas [16,17]. Cuando el elemento principal no se puede descomponer, pero es posible aplicar ensayos aparece el llamado "Enfoque Bayesiano". Un caso muy frecuente lo tenemos en las inspecciones periódicas y al azar que se hace en tuberías API, empleadas en el sector petroquímico [18-20].
3. Las probabilidad están más o menos establecidas, pero el acontecimiento en sí mismo no está claramente definido. Por ejemplo la pieza de un componente está especificada simplemente por "no tan buena". La utilización de la Lógica Fuzzy, donde el grado de pertenencia de un atributo a una categoría está sujeto a las reglas de la probabilidad, es la más empleada en este tipo de situaciones. Los casos en donde más se han estudiado, atendiendo a las probabilidades de fallo, lo encontramos en estructuras de hormigón armado en ambientes marinos [21].

Los Modelos de Decisión e Incertidumbre, suministran una serie de herramientas que nos permiten dar respuesta a dos preguntas claves en la Gestión del Riesgo [22]: ¿Qué puede ocurrir? y ¿Cómo actuar ? A la primera pregunta se da respuesta a través de la construcción de modelos de incertidumbre, mientras que a la segunda pregunta se responde a través de los modelos de decisión. Ambos tipos de modelos pueden ayudarnos a controlar la integridad de los sistemas, además de mantenerlos en unos niveles de rendimiento determinados, para preservar su valor económico. La figura 3 muestra un Diagrama de un Modelo de Gestión del Riesgo.

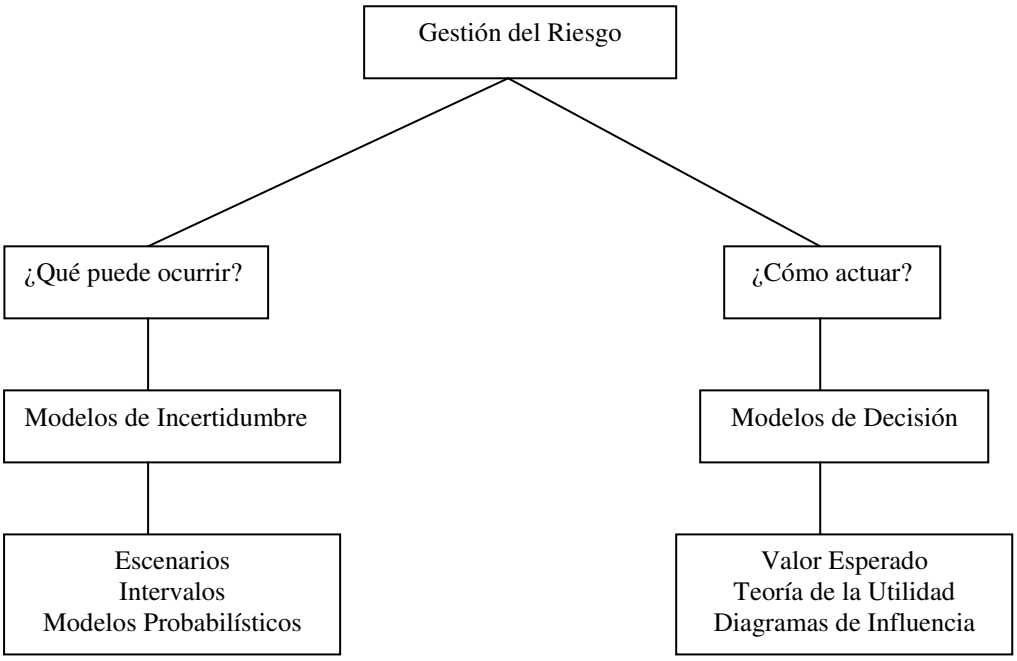


Figura 3. Modelo de Gestión del Riesgo

4. CONCLUSIONES

Todas las estructuras deben desarrollar su función de manera óptima durante el tiempo para el cual están diseñadas. El riesgo de fallo de dichas estructuras se acrecienta más cuando aparece la sinergia entre estados tensionales, como puede ser la fatiga, y determinados ambientes agresivos. Los conceptos de Vida en Servicio, Vida Útil y Vida Operativa que se utilizan para definir ese período de tiempo, durante el cual la estructura debe trabajar bajo determinadas condiciones de seguridad, sin existir riesgo de fallo, no están claramente definidos. Estos conceptos se emplean de forma arbitraria, influenciada por la actividad implicada que conlleva implícitamente un ambiente de trabajo de distinto grado de corrosividad. El presente trabajo, además de clarificar los conceptos de Vida Útil, Vida Operativa y Vida en Servicio, muestra un Modelo de Gestión del Riesgo basado en los modelos de Decisión e Incertidumbre. Dichos modelos nos pueden ayudar a controlar la integridad de los sistemas, además de mantenerlos en unos niveles de rendimiento determinados.

5. REFERENCIAS

[1] Vogelesang, L. B. and Vlot, A., "Development of fibre metal laminates for advanced aerospace structures", Journal of Materials Processing Technology, 103, (2000), pp. 1-5.

[2] Revie R. W. and Uhlig, H. H., "Corrosion and Corrosion Control", 4th ed., Wiley&sons, USA, pp.173-179, 2008

[3] Pan, J. Z. and Khan, Z. A., *"Corrosion Fatigue of 16 Mn Pressure Vessel Steel in H_2S environment",* in Undestanding and Predicting Material Degradation, ASME, Ed. By R. Mohan (2000), pp. 49-54.

[4] Trinius, W. and Sjostrom, C., "Service life planning and performance requirements", Building Research and Information, 33, (2005), pp. 173-181.

[5] Jia, Y., Shibata, R., Yamamura, N. and Ishida, M., *"A control method of prolonging the service life of battery in stand-alone renewable energy system using Electric Double Layer Capacitor (EDLC)"*. Proceedings of the International Conference on Power Electronics and Drive Systems, (2005), pp. 228-233.

[6] Doroshuk, B. W., Berto, D. S. and Robles, M., "Excellent and Economic Nuclear Plant Performance", ASME, Nuclear Engineering Division NE, (1990), pp. 27-33.

[7] Xue, F., Bonissone, P., Varma, A., Yan, W., Eklund, N. and Goebel, K., "An instance-based method for remaining useful life estimation of aircraft engines". Journal of Failure Analysis and Prevention, 8, (2008), pp. 199-206.

[8]Norton, J.D. and Miller, J.E., *"Cold Regions Engineering Cold Regions Impacts on Transportation and Infrastructure*". Proceedings of

the Eleventh International Conference, (2002), pp. 122-133.

[9]Borodulina, T.S. and Ioffe, I.I., "Prediction of the useful life of a catalyst in gas-phase processes", Kinetics and Catalysis 29, (1988), pp. 653-655.

[10]Thornton, D. R., "Using creep life assessment of FCCU internals to determinate operational reliability", Hydrocarbon Processing, 83, (2004), pp. 85-87.

[11]Todorovic, J., Duboka, C. and Arsenic, Z., "Operational life expectancy of rubbing elements in automotive brakes", Tribology International, 28, (1995), pp. 423-432.

[12]Farnholtz, D.F., *"Operational life testing of integrated circuits",* Proceedings of the Annual Reliability and Maintainability Symposium, (1985), pp. 723-726.

[13]Nieuwhof, G. W. E., "Risk: a probabilistic concept", Reliability Engineering, 10, (1985), pp. 183-188.

[14]Arendt, J. S., "Using quantitative risk assessment in the chemical process industry", Reliability Engineering and System Safety, 29, (1990), pp. 133-149.

[15]Giribone, A. and Vallete, R., "Principles of failure probability assessment", Pressure Vessels and Pipping, 81, (2004), pp. 797-806.

[16]Dias, E. S. and Adey, R. A., *"Optimisation of Cathodic Protection Systems"* in Modelling of Cathodic Protection Systems, Ed. R. A. Adey, WIT press, UK, (2006), pp. 125-154.

[17]Tischuck, J. L., *"Operation and maintenance of impressed current cathodic protection systems"* in Corrosion and Marine Growth on Offshore Structures ed. By J. R. Lewis and A. D. Mercer, Ellis Horwood publ., UK, (1984), pp. 61-68.

[18]Ahammed, M., "Probabilistic estimation of remaining life of a pipeline in the presence of active corrosion defects", International Journal of Pressure Vessels and Piping, 75, (1998), pp. 321-329.

[19]Cosham, A., Hopkins, P. and McDonald, K. A., "Best practice for the assessment of defects in pipelines corrosion", Engineering Failure Analysis, 14, (2007), pp. 1245-1265.

[20]Jones, D. G. and Dawson, S.J., "Reliability of corroded pipelines", Vol. II, Safety and Reliability, ASME (1994), pp. 299-305.

[21]Val, D.V. and Stewart, M. G., "Life-cycle cost analysis of reinforced concrete structures in marine environments", Structural Safety, 25 (2003), pp.343-362.

[22]Matos, M. A. "Decision under risk as a multicriteria problems", European Journal of Operations Research, 181, (2007), pp. 1516-1529.

EVALUACIÓN DEL DETERIORO DEL HORMIGÓN SOMETIDO A CICLOS HIELO-DESHIELO

Ghaida Al-Assadi[1], María Jesús Casati[2], Jaime Fernández[1], Jaime C. Gálvez[1]

[1] Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España
E-mail: ghaida@caminos.upm.es; jfernandez@intemac.es; jcgalvez@caminos.upm.es

[2] Departamento de Vehículos Aeroespaciales, E.U.I.T. Aeronáutica,
Pl. Cardenal Cisneros s/n, 28040 Madrid, España.
E-mail: mariajesus.casati@upm.es

RESUMEN

Una de las causas principales de la degradación del hormigón en regiones frías es el efecto provocado por los ciclos hielo-deshielo. La transición del hielo al deshielo está acompañada por cambios dimensionales y cambio de la tensión interna y pudiendo causar la pérdida de la capacidad resistente del hormigón. El objetivo de este trabajo es relacionar la dosificación y las condiciones de curado del hormigón con los daños producidos por los ciclos de hielo-deshielo. El trabajo presenta la evaluación del deterioro de las probetas de hormigón mediante medidas de velocidad ultrasónicas, haciendo un estudio comparativo con la pérdida de peso, la variación de longitud y la evaluación de las propiedades mecánicas (resultados antes y después los ciclos). De los resultados obtenidos se concluye que las medidas ultrasónicas predicen adecuadamente el deterioro de los hormigones debido al efecto de los ciclos hielo-deshielo, anticipándose a las medidas obtenidas de pérdida de peso y cambios de longitud.

ABSTRACT

One of the main causes of the degradation of concrete in cold regions is the effect caused by the freezing-thawing cycles. The transition from the freezing to thawing is accompanied by dimensional changes and change of the internal stress and this can diminish the strength of concrete. The objective of this work is to relate the dosage and the curing of concrete on the damage caused by freezing-thawing cycles. The work provides an assessment of the deterioration of the concrete samples through ultrasonic speed, making a statistical comparison with the loss of weight variation in length and evaluation of mechanical properties (results before and after cycling). From the results it is concluded that the ultrasonic adequately predicts the deterioration of the concrete by the effects of the freezing-thawing cycles, anticipating the loss of weight and length changes.

PALABRAS CLAVE: Hormigón, ciclos hielo-deshielo, deterioro, ultrasonidos, curado.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón empleado en obras *in situ* es muy sensible a las condiciones medioambientales afectando a su durabilidad [1]. Este deterioro en una estructura de hormigón es de naturaleza compleja y cada fenómeno se podrá atribuir a la acción simultánea de una serie de factores. Estos podrán estar relacionados con las condiciones medioambientales (humedad y temperatura) o con las características propias del hormigón [2]. Los ciclos hielo-deshielo son una de las causa principales de la degradación del hormigón en regiones frías, según muestran algunos estudios [3, 4].

La transición del hielo al deshielo esta acompañada por cambios dimensionales y cambio de la tensión interna y pudiendo causar la pérdida de la capacidad resistente del hormigón [2]. Si el hormigón no es adecuado para sufrir el ataque del hielo-deshielo se originan dos tipos de deterioro: descascarillado exterior y daño microestructural interior. Estas microfisuras interiores conducen a una alteración de las propiedades mecánicas, detectable en la disminución del módulo dinámico de elasticidad (RDME) [5].

El método no destructivo normalizado más usado para medir el daño interno del hormigón durante los ciclos de hielo-deshielo es el método de resonancia [6]. Son numerosos los trabajos publicados [2, 7] en donde a

partir de la medida de la velocidad se calcula el módulo de elasticidad dinámico, evaluando de esta forma el factor de durabilidad y por consiguiente el daño producido a medida que aumentan los ciclos H-D.

En este trabajo se presentan los resultados de la campaña experimental realizada con probetas de distintos tipos de hormigón para estudiar el proceso de deterioro del hormigón sometido a ciclos hielo-deshielo.

El trabajo comienza con la descripción del material empleado, los hormigones confeccionados y la campaña de ensayos. A continuación se presentan las medidas realizadas sobre las probetas, y por último se presentan unos comentarios finales.

2. DESCRIPCIÓN DE LOS ENSAYOS

2.1 Materiales

Se fabricaron cuatro tipos de hormigones, de dos resistencias características: 30 MPa y 45 MPa. De cada hormigón se confeccionaron dos tipos, uno con la adición de un aireante (Sika Aer 5), en proporción 0,05% en peso del cemento, y el otro sin aireante. El cemento empleado ha sido CEM I 42,5 R, cemento Pórtland sin adiciones de alta resistencia inicial. La arena silícea de río (0-5 mm) de módulo granulométrico 2,71. El árido calizo de machaqueo (5-20 mm) de índice granulométrico 6,96. Se ha añadido un superplas-tificante (Viscocrete 3425) en proporción del 0,6% del peso del cemento. La relación agua/cemento fue 0,5 para en hormigón H30 y 0,4 para el hormigón H45. El contenido de cemento del hormigón varió entre 381 y 400 Kg /m^3.

Las proporciones de la dosificación se indican en la Tabla 1.

Tabla 1 Dosificaciones de los hormigones (por m^3 de hormigón).

Componentes	Hormigón H30		Hormigón H45	
	Sin airente	Con airente	Sin airente	Con airente
Cemento (kg/m^3)	381	381	400	400
Arena (kg/m^3)	880	880	769	769
Grava (kg/m^3)	936	936	1167	1167
Agua (kg/m^3)	190	190	160	160
Superplastificante (kg/m^3)	2.3	2.3	5.0	5.0
Aireante (kg/m^3)	0	0.2	0	0.2

El contenido de aire del hormigón en estado fresco varió entre 3,4% y 4,0 % para el hormigón sin aireante y entre 6,7% y 10,2% para el hormigón con inclusión de aire. La medida del aire ocluido se realizó según la norma ASTM C 231.

2.2 Preparación de las probetas y curado

Se confeccionaron 15 probetas cilíndricas de 300x150 mm y 2 prismáticas de 100x100x400 mm para cada hormigón. Todas las probetas se curaron en cámara climática durante 28 días a 30 ºC de temperatura y con un 37% de humedad relativa. Estos valores de temperatura y humedad representan las condiciones ambientales medias de verano en la región central de España.

Se realizaron dos tipos de curados en las probetas. El denominado "B = curado húmedo" se hizo regando diariamente las probetas, en el interior de la cámara climática, durante la primera semana, según recomienda la Instrucción Española de Hormigón Estructural (EHE). El "M = curado seco" se hizo suprimiendo el riego diario antes indicado. De este modo de obtuvieron ocho grupos de probetas:

- Hormigón sin aireante curado húmedo (H30-00-B) y (H45-00-B), amasadas nº 1 y 5.
- Hormigón con aireante curado húmedo (H30-0,05-B) y (H45-0,05-B), amasadas nº 2 y 6.
- Hormigón sin aireante curado seco (H30-00-M) y (H45-00-M), amasadas nº 3 y 7.
- Hormigón con aireante curado seco (H30-0,05-M) y (H45-0,05-M), amasadas nº 4 y 8.

2.3 Campaña de Ensayos

Propiedades mecánicas: Se ensayaron seis probetas cilíndricas de cada grupo para determinar la resistencia a compresión, el módulo de deformación estático y la resistencia a tracción, según las normas UNE-EN-12390-3, UNE 83-316-96 y UNE-EN-12390-6, respectivamente.

Ciclo hielo-deshielo: Se ensayaron seis probetas cilíndricas de cada grupo para el ensayo de hielo/deshielo según la norma ASTM C 666 [6], y una se dejó como referencia en la cámara a 20ºC de temperatura y 45-50% de humedad relativa.

La norma ASTM C 666 "Standard Test Method for Resistance of Concrete to Rapid Freezing and Thawing", es un método de ensayo en el laboratorio de resistencia del hormigón mediante ciclos cortos y repetidos de hielo-deshielo.

El ensayo de comportamiento del hormigón frente a ciclos hielo-deshielo se realizó del siguiente modo: a la edad de 28 días las probetas se sumergieron en agua durante 4 días, garantizando su saturación. A continuación se introdujeron en la cámara climática y se sometieron a 300 ciclos hielo/deshielo de acuerdo con el diagrama temperatura/tiempo de la Figura 1.

Semanalmente, es decir, cada 42 ciclos, se realizaron las medidas de longitud, peso y velocidad de pulso ultrasónico, hasta completar los 300 ciclos.

Concluidos los 300 ciclos hielo/deshielo se midió, en las probetas ensayadas, el módulo de elasticidad, la resistencia a tracción y la resistencia a compresión.

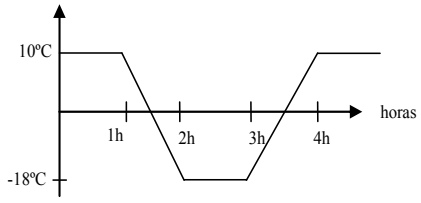


Figura 1: Esquema del ciclo hielo/deshielo

Las medidas se tomaron a intervalos según las exigencias de la ASTM C666 para controlar el empeoramiento de las probetas causado por los ciclos de hielo-deshielo. Las medidas incluyeron la pérdida de peso, el cambio de longitud y la velocidad de las ondas ultrasónicas. Las probetas se extraían de la cámara climática cuando estaban descongeladas y a una temperatura de aproximadamente 10°C. Las medidas se realizaron del siguiente modo:

Módulo Dinámico de Elasticidad
La velocidad de las ondas ultrasónicas de las probetas se midió de acuerdo a la norma ASTM C215 en la dirección axial de las probetas. Ésta se emplea para calcular el Módulo Dinámico de la Elasticidad según la siguiente fórmula [8]:

$$E_d = V_1^2 \frac{\gamma}{g} \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{1-\nu} \qquad (1)$$

donde:

E_d (N/m²)	Módulo dinámico de elasticidad del hormigón
V_l (m/s)	Velocidad transversal del pulso ultrasónico
γ (N/m³)	Peso específico del hormigón
g (m/s²)	Aceleración de la gravedad
ν	Coeficiente de Poisson (0,2)

Módulo Dinámico de Elasticidad Relativo
Se determinó el módulo dinámico (RDME), expresado en porcentaje es el valor relativo entre el módulo dinámico de elasticidad después de los ensayos hielo-deshielo y el valor inicial antes de los ciclos, según la siguiente fórmula [6, 9]:

$$RDME(\%) = \left(\frac{n_c^2}{n_0^2} \right) * 100 \qquad (2)$$

donde:

n_c (m/s)	Velocidad transversal de pulso ultrasónico después de *c* ciclos
n_0 (m/s)	Velocidad inicial transversal de pulso ultrasónico (en ciclo 0)

Las medidas terminan cuando el módulo dinámico relativo baja al 50-60% de su valor inicial.

Factor de Durabilidad
Se obtuvo el Factor de Durabilidad, que mide la capacidad resistente del hormigón frente a los ciclos hielo-deshielo y se expresa como [5]:

$$DF = (RDME)_n * \frac{n}{M} \qquad (3)$$

donde:

RDME	Módulo dinámico de elasticidad relativo (%)
n	Número de ciclos completados
M	Numero total de ciclos (por lo general 300 ciclos)

Cambio de longitud:
Se midió la longitud de las probetas según ASTM C490 utilizando un calibre digital. Se realizaron las medidas sobre tres alturas diferentes y se obtuvo la media. El cambio de la longitud se calcula según la siguiente formula [6, 9]:

$$Cambio(\%) = \frac{(L_c - L_0)}{L_0} * 100 \qquad (4)$$

donde:

L_c (mm)	Longitud en el ciclo *c*
L_0 (mm)	Longitud inicial en el ciclo 0

Pérdida de peso:
Se pesaron las probetas cuando estaban descongeladas, es decir en el ciclo del deshielo, utilizando una balanza con precisión de 0,1 gramo. La pérdida de peso se obtiene según la siguiente formula [9]:

$$Pérdida(\%) = \frac{(W_c - W_0)}{W_0} * 100 \qquad (5)$$

donde:

W_c	Peso en el ciclo *c*.
W_0	Peso inicial en ciclo 0.

La Figura 2 muestra las probetas H30/00/B y H30/0,05/B al finalizar el ensayo de hielo-deshielo, observándose claramente el deterioro de alguna de ellas.

Figura 2: Probetas H30/00/B y H30/0,05/B al finalizar el ensayo de hielo-deshielo

3. RESULTADOS

La Tabla 2 muestra los resultados de los ensayos mecánicos de las probetas antes y después de los ciclos hielo/deshielo.

Tabla 2 Resultados de los ensayos mecánicos

Tipo de Hormigón	Resistencia Compresión	Módulo Elastidad	R. Tracción
	(MPa)	(GPa)	(MPa)
(1) H30-00-B (Antes)	34,35	31,86	3,91
(Después)	21,43	20,85	3,24
(2) H30-0,05-B (Antes)	30,86	28,44	3,01
(Después)	36,96	29,68	3,43
(3) H30-00-M (Antes)	40,84	31,75	3,54
(Después)	30,01	26,18	3,42
(4) H30-0,05-M (Antes)	27,91	29,95	2,74
(Después)	31,28	32,53	3,52
(5) H45-00-B (Antes)	59,13	37,25	4,29
(Después)	50,63	37,70	4,93
(6) H45-0,05-B (Antes)	35,11	33,31	3,13
(Después)	39,38	32,18	4,44
(7) H45-00-M (Antes)	56,99	37,53	4,27
(Después)	63,39	40,68	4,61
(8) H45-0,05-M (Antes)	36,34	28,70	3,02
(Después)	40,64	33,16	4,25

Las probetas sin aireante muestran un deterioro de sus propiedades mecánicas tras el ensayo de hielo/deshielo en el hormigón H30, mientras no se observa esa tendencia en el H45. Sin embargo, la inclusión de aire beneficia el comportamiento del hormigón frente a los ciclos hielo/deshielo, de modo que incluso mejoran sus propiedades mecánicas tras el ensayo debido al incremento de la edad (90 días aproximadamente) y a su mejor comportamiento frente al ataque del efecto hielo/deshielo.

El hecho de que la resistencia del hormigón se incremente con la hidratación del cemento, y que la velocidad de hidratación de éste aumente con la humedad [10], conduce a un incremento de las resistencias en los hormigones con curado seco frente al mismo hormigón con curado húmedo, como se observa en la Figura 3.

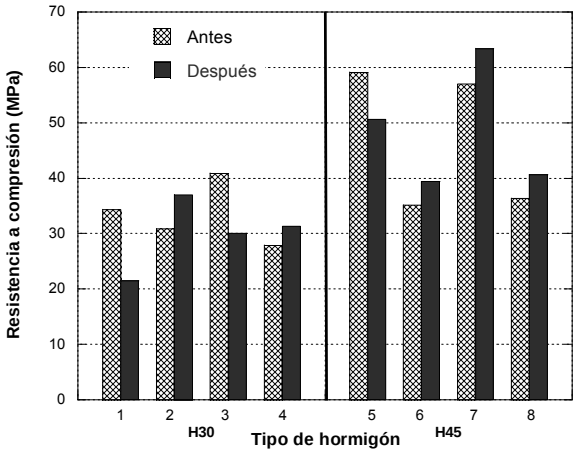


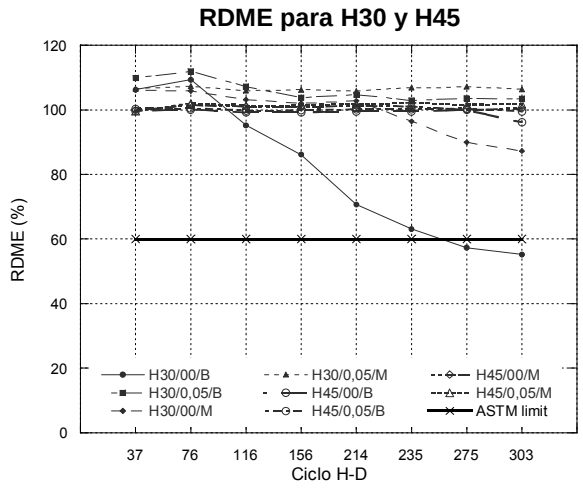
Figura 3: Resistencia a compresión de los hormigones H30 y H45 antes y después de los ciclos hielo-deshielo

Las Figuras 4a, 4b, 4c muestran los resultados del RDME, del cambio de longitud y de la pérdida de peso para todos los hormigones. Se observa que las curvas de cambio de longitud y módulo dinámico disminuyen a medida que aumenta el número de ciclos para las amasadas sin aireante. Por otra parte, las amasadas con aireante no mostraron apenas pérdida de peso, ni cambios en el RDME y ni en la longitud durante los ciclos H-D [11].

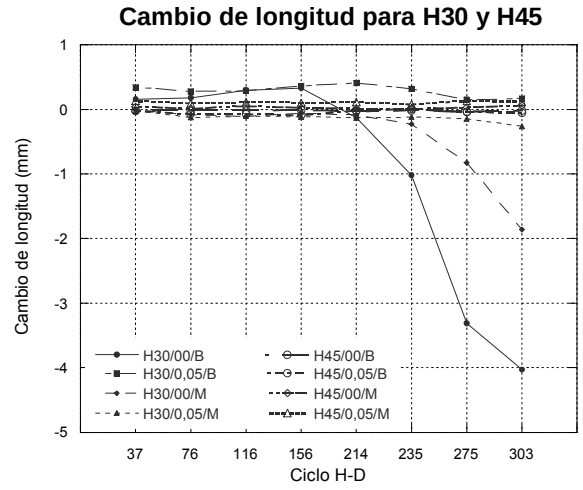
Si el hormigón no contiene suficiente aireante se generan fisuras en cada ciclo hielo-deshielo. Estas fisuras reducen la velocidad de las ondas ultrasónicas ya que necesitan un camino más largo cuando el hormigón está dañado y los ondas sufren una alta atenuación, puede que incluso no logren atravesar el hormigón [12], reduciendo por tanto el RDME.

La norma ASTM C666 no utiliza el cambio de peso como un criterio de fallo, pero la observación del cambio de peso durante el ensayo de H-D, indica el descascarillado del hormigón [9]. Se observa como el H30 sin aireante sufre al final de los ciclos la pérdida de masa.

a)



b)



c)

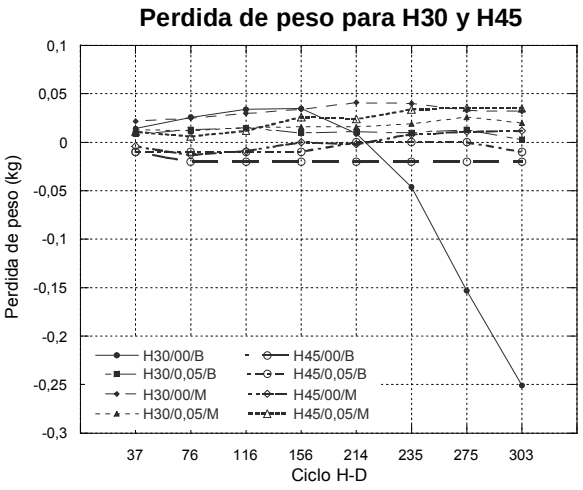


Figura 4: Medidas del deterioro de las amasadas sometidas a los ciclos hielo-deshielo: a)RDME; b) Cambio de longitud y c) Pérdida de peso, para H30 y H45

Se observa en estos resultados cómo el valor del RDME disminuye a partir del ciclo 76 para aquellas probetas que luego mostraron pérdida de peso.

La Figura 5 muestra los valores del factor de durabilidad al final del ensayo de H-D (después de 304 ciclos) para todos los hormigones. Se observa como la media de este factor para H30 es 96% y también se observa que el factor aumenta en torno al 20% para los hormigones con aireante. Mientras la media para el hormigón H45 es 102%, y no se aprecia diferencia entre los distintos tipos de hormigón.

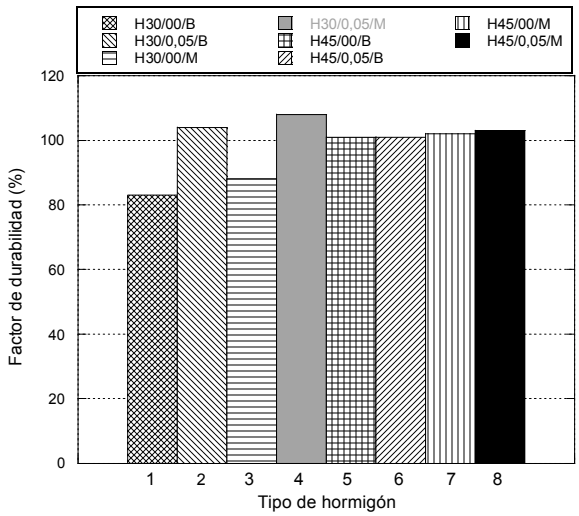


Figura 5: Factor de durabilidad después de 304 ciclos para todos los hormigones.

La Figura 6 muestra la medida no destructiva de la velocidad ultrasónica, que se realiza antes, durante y al finalizar los ciclos.

Figura 6: Medida de la velocidad ultrasónica.

4. CONCLUSIONES

1. Las medidas realizadas con los ultrasonidos (RDME) predicen adecuadamente el deterioro de las probetas de hormigón sometidas a los ciclos hielo/deshielo, anticipándose a los resultados obtenidos con las medidas de pérdida de peso y de variación de longitud, o la

inspección visual, que son los criterios que propone la normativa española recientemente publicada UNE-CEN/TS 12390-9:2008.

2. La adición de aireante mejora la resistencia del hormigón a los ciclos hielo-deshielo, proporcionando espacio de expansión en la pasta de cemento para la congelación del agua. El aireante también modifica la zona de transición en todo el conjunto con el fin de permitir la expulsión del agua de los poros.

3. El hormigón H30, con las condiciones de curado impuestas (30ºC y 37% HR) tiene un peor comportamiento que el H45 frente a los ciclos hielo-deshielo.

4. El curado húmedo no presentó mejor comportamiento que el curado seco frente a la resistencia a las heladas. En general, ambos curados permitieron que continuara la hidratación del hormigón y el fortalecimiento de la zona de transición entre el árido y la pasta de cemento.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación la concesión del proyecto BIA2008-03523 y al Ministerio de Fomento del proyecto MFOM 01/07.

REFERENCIAS

[1] Mather, B., "Concrete durability", *Cement and Concrete Composites* 26, 2004, pp. 3-4.

[2] Penttala, V., "Surface and internal deterioration of concrete due to saline and non –saline freeze-thaw loads", *Cement and Concrete Research*, Vol. 36, 2006, pp.921-929.

[3] Pigeon, M., Marchand, J., Pleau, R., "Frost resistant concrete", *Construction and Building Materials* 10 (5), 1996, pp. 339-348.

[4] Erlin, B., Mather, "A new process by which cyclic freezing can damage concrete- the Erlin/Mather effect,a concept", *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, No.7, 2005, pp1407-1411.

[5] UNE-CEN/TS12390-9 Ex, "Ensayos de hormigón anduracido", Parte 9: Resistencia al hielo-deshielo, Pérdida de masa superficial, Mayo 2008.

[6] ASTM C666 / C666M - 03(2003). Standard Test Method for Resistance of Concrete to Rapid Freezing and Thawing.

[7] Jize M., Koichi A., "Freeze-Thaw Resistance of Lightweight Concrete and Aggregate at Different Freezing rates", *Journal of Materials in Civil Engineering*, ASCE, 2008, pp.78-84.

[8] Cánovas, M., Hormigón, Colegio de C, C y P., Madrid, 2007, pp.364-375.

[9] Roxanne K., Mark S., Catherine E., "Freeze-Thaw Durability of High-Strength Concrete", University of Minnesota, December 1998-2001.

[10] Patricio C., Edgardo B., "Influencia del tipo de cemento en la resistencia mecánica de hormigones curados bajo distintas condiciones", www.lomanegra.com.ar/pdf/trabajos/T-19.pdf, 2007.

[11] Remzi Ş., Mehmet T., Rüstem G., Cafer Ç., **"**Optimization Study and Damage Evaluation in Concrete Mixtures Exposed to Slow Freeze–Thaw Cycles", *Journal of Materials in Civil Engineering* ASCE , July 2007, pp 609-615.

[12] Jussara T., Richard M., "Freeze-Thaw Resistance of Concrete with Marginal Air Content", FHWA Office of Infrastructure Research and Development, 2006.

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

APLICACIÓN DE LAS TÉCNICAS SMALL PUNCH PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ORO

S. Cicero[1], Lacalle. R[1], F. Gutiérrez-Solana[1]

[1]Universidad de Cantabria, ETS Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos
Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales
Av/Los Castros s/n, 39005, Santander, Cantabria, Spain
ciceros@unican.es

RESUMEN

El oro es uno de los materiales más valiosos desde la Edad Antigua. Hoy en día se utiliza fundamentalmente como un bien puramente económico o como un material ingenieril en joyería y prótesis médicas (principalmente dentales). En los dos últimos casos, el conocimiento de sus propiedades mecánicas se revela como un factor fundamental si se quieren mejorar sus prestaciones y diseños. Las propiedades del oro puro ya han sido analizadas previamente, aunque la información al respecto es escasa y propiedades como la resistencia a fractura no han sido encontradas en la bibliografía por los autores de este trabajo. Con respecto a las aleaciones base oro, y especialmente las utilizadas en implantes dentales, si bien sus propiedades mecánicas son más conocidas, el desarrollo de nuevas aleaciones requiere su correspondiente caracterización mecánica.

Por otra parte, en los últimos años se han producido importantes avances en el desarrollo de técnicas no destructivas o semi-no destructivas para la caracterización mecánica de materiales. Entre ellas, el Small Punch ha demostrado ser una de las más fiables y eficientes (en términos de consumo de material). Esta técnica se aplica en este trabajo para la determinación de las propiedades mecánicas del oro puro (24 quiilates) y oro de 18 quilates (75% de oro), como ejemplo de cómo esta técnica experimental puede utilizarse y es adecuada para la caracterización del oro puro, las aleaciones base oro y otro tipo de materiales escasos y costosos.

ABSTRACT

Gold is one of the most valuable materials since the old age. Now days it is mainly used as a pure economical good or as an engineering material in jewellery, medical prosthesis (mainly dental) or electronics. For these engineering purposes, the knowledge of its mechanical properties is a key factor in order to improve designs and performances. Pure gold properties have been already reported, although the information about them is scarce and properties such us the fracture resistance have not been found by the authors of this work. Regarding gold alloys, specially those ones for dental implants, they are better characterised, but the development of new alloys require new characterization of their properties.

On the other hand, in last years there have been important advances in the development of non-destructive or quasi-non-destructive techniques for the mechanical characterisation of materials. Among them, Small Punch has demonstrated to be one of the most reliable and efficient (in terms of material consumption). This technique is here applied for the determination of 24 (pure gold) and 18 (75% gold) carats gold properties, as an example of how this experimental tool is capable and suitable for the characterisation of gold, gold alloys and any other valuable scarce materials.

PALABRAS CLAVE: Oro, Small Punch, propiedades mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

La humanidad lleva utilizando el oro desde hace miles de años. Al principio, lo utilizaba fundamentalmente en joyería y como moneda. Sin embargo, hoy en día su uso se ha extendido a prótesis dentales [1,2], acabado superficial de porcelanas y cristales, fusibles, soldaduras, rayos-X, revestimientos en equipamiento espacial, electrónica… Por lo tanto, el oro puede considerarse como un material ingenieril cuyas especiales características (químicas, mecánicas, nucleares…) permiten y/o recomiendan su uso en aplicaciones muy específicas en donde otros materiales (mucho más baratos) ofrecen peores prestaciones. Las principales características físicas del oro pueden consultarse en [1,2]. Sus propiedades mecánicas dependen claramente de la pureza (expresada habitualmente en quilates) y del estado del material (colado, recocido, trabajado en frío…).

Tras la revisión de un amplio número de referencias [1-11], una cosa parece clara: el conocimiento en relación

a las propiedades mecánicas del oro es escaso y, en algunos casos, contradictorio. En la Tabla 1 quedan resumidos los datos encontrados en la bibliografía [1-11].

Tabla 1. Propiedades mecánicas del oro puro.

Fuente (Ref.)	**Condiciones del material**	**Módulo de Young E (GPa)**	**Límite elástico $\sigma_{0.2}$ (MPa)**	**Resistencia a tracción σ_u (MPa)**	**Tenacidad a Fractura**
[1]	Colado	74.5	-	125	-
	Recocido	79.9	nil	130	-
	60% Trabajado en frío	79.3	-	220	-
[2]	Recocido (573ºK)	75.8	55	151.7	-
[3]	Forjado	75.6	-	126-145	-
	Recocido	81.2	-	120-133	-
[4]	Desconocidas	82	40	220	-
[5]	Desconocidas	82	-	-	-
[6]	Nanoestructurado	77.5-79.5	-	-	-
[7]	Teórico	79	-	235	-
	Recocido (573ºK)			124-137	
	60% Trabajado en frío			206-221	
[8]	99.999 % Au	-	-	130	-
	99.95 % Au			180	
[9]	Recocido	79	30	124	-
[10]	Desconocidas	-	-	108	-
[11]	Recocido	-	-	120	-
	60% Trabajado en frío	77.2	-	-	-

El módulo de Young (E) es probablemente el parámetro mejor conocido, estando entre 74.5 y 82 GPa. También, el modulo de Poisson (no mostrado en la Tabla 1) es fijado normalmente en 0.42. La resistencia a tracción (σ_u) es proporcionada en un gran número de referencias: si el oro no ha sido trabajado en frío σ_u varía entre 120 MPa y 145 MPa, aproximadamente, pero si sí lo ha sido se produce un aumento importante en σ_u (hasta 220 MPa para un 60% de trabajo en frío). Con respecto a otras propiedades mecánicas, hay una clara falta de información, destacándose:

- El límite elástico (0.2 %) raramente es proporcionado y los pocos valores proporcionados no son consistentes.

- Las curvas tensión-deformación no son conocidas.

- No hay datos de tenacidad a fractura.

Por su parte, las propiedades mecánicas de las aleaciones de oro dependen fundamentalmente del tipo y cantidad de elementos de aleación. La variedad de aleaciones de oro es enorme, y también sus correspondientes propiedades mecánicas. En [1,3], se pueden consultar algunos valores para aleaciones Au-Ag, Au-Cu, Au-Ag-Cu, Au-Ni-Cu, Au-Pt y Au-Pt-Pd (entre otras), y se puede ver como las propiedades resistentes son superiores a las del oro puro. Como ejemplo, la resistencia a tracción de una aleación 70Au-30Pt es de 639 MPa, siendo su módulo de elasticidad 113.8 GPa [1]. Una amplia variedad de estas aleaciones son usadas en aplicaciones dentales. En tales casos, suelen tener nombres comerciales conocidos y su correspondiente fabricante a menudo proporciona cierta caracterización de la curva tensión-deformación. En otros casos, las propiedades mecánicas de las aleaciones base oro ofrecen las mismas lagunas de información que el oro puro. Con respecto al comportamiento a fractura, no se ha encontrado resultado alguno en ningún caso.

La situación explicada anteriormente justifica la necesidad de caracterizar mecánicamente al oro puro y a las aleaciones de oro, tanto sus propiedades a tracción como a fractura. El uso de técnicas tradicionales para este propósito requiere de cantidades relativamente elevadas de material (teniendo en cuenta su coste), por lo que la propuesta de este trabajo es obtener dichas

propiedades haciendo uso de la metodología Small Punch, que permite obtener estimaciones de las mismas a partir de pequeñas cantidades de material, tal y como se explica en el siguiente apartado. La metodología desarrollada puede ser aplicada para la caracterización de cualquier otro material escaso y/o caro, en el cual la aplicación de normas de ensayo tradicionales [12-15] sería inviable desde el punto de vista técnico y/o económico.

2. LA TÉCNICA SMALL PUNCH

El ensayo Small Punch consiste básicamente en punzonar una pequeña probeta plana, deformándola hasta rotura y registrando la carga aplicada frente al desplazamiento producido. Las probetas utilizadas en este trabajo son de 10x10 mm, siendo el espesor de 0.5 mm. Esta configuración fue elegida debido a su amplio uso en investigaciones previas [16-18].

El útil empleado en los ensayos presenta una matriz rígida inferior sobre la que se sitúa la probeta, y una matriz superior que se encuentra roscada a la inferior y que empotra a la probeta en todo su contorno. Ambas matrices se encuentran perforadas con objeto de permitir el paso del punzón. Éste tiene una cabeza semiesférica de diámetro 2.5 mm. La Figura 1 muestra un esquema del conjunto, el cual se acopla a una máquina universal de ensayos mecánicos INSTRON [19].

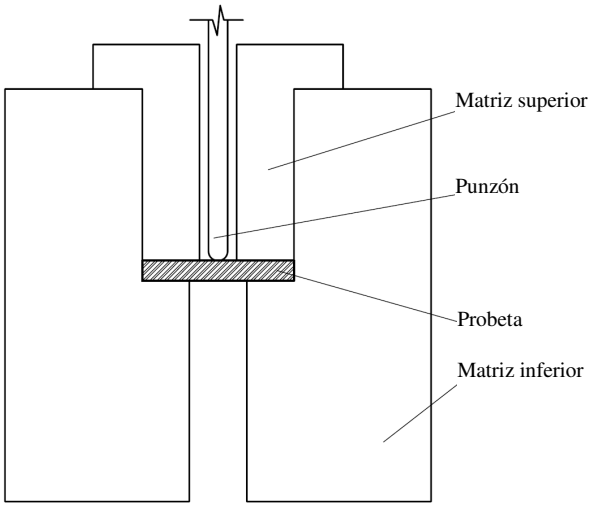


Figura 1. Esquema del utillaje Small Punch.

Generalmente, la curva obtenida durante el ensayo Small Punch tiene un aspecto como el mostrado en la Figura 2. A partir de la misma se pueden obtener diversos parámetros:

- P_y, carga límite de la zona elástica. Existen diversos procedimientos para su obtención [20].

- P, carga máxima.

- U, energía absorbida por la probeta hasta que se alcanza la carga máxima.

- d_{max}, desplazamiento correspondiente a la carga máxima.

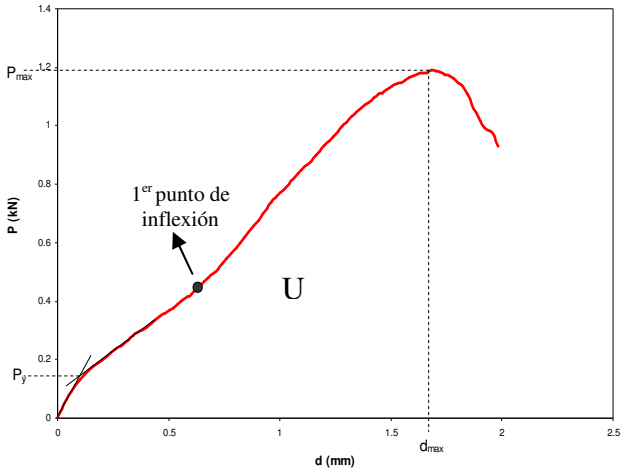


Figura 2. Curva típica del ensayo Small Punch.

A partir de estos parámetros se pueden establecer correlaciones con algunas propiedades mecánicas del material, como el límite elástico, la tensión de rotura o el módulo de elasticidad. Por su parte, haciendo uso de probetas Small Punch prefisuradas, se puede obtener una estimación de la curva J-R del material. A continuación se recoge un resumen de los aspectos más destacados de las metodologías seguidas en este trabajo para la obtención de cada uno de los parámetros que acaban de ser mencionados.

2.1 Limite elástico.

El límite elástico puede ser obtenido mediante la identificación de la carga, P_y, que indica el fin de la zona de comportamiento elástico-lineal de la probeta en el transcurso del ensayo Small Punch. Tomando dicha carga y aplicando la relación (1) de la teoría general de placas [21], es posible determinar el valor del límite elástico del material.

$$s_y = \frac{3 \cdot P_y (1+\nu)}{2 \cdot \pi \cdot t^2} ln \frac{a}{r'} \qquad (1)$$

Siendo ν en coeficiente de Poisson, *t* el espesor de la probeta, *a* el radio del agujero de la matriz inferior del utillaje y *r'* el radio de contacto entre la bola del punzón y la probeta, que en este primer tramo de la curva puede ser aproximado por *t/3* [22].

2.2 Tensión de rotura.

Diversos autores [23] han establecido correlaciones de la tensión de rotura con la carga máxima del ensayo Small Punch, mediante expresiones del tipo (2).

$$s_u = \beta \frac{P_{max}}{t} \qquad (2)$$

Donde P_{max} es precisamente la carga máxima, t el espesor de la probeta y β un coeficiente empírico dimensional.

En base a [19], en [24] se propone una corrección a la expresión (2), de modo tal que la tensión de rotura se obtiene aplicando la relación (3), donde los coeficientes α y β han sido ajustados experimentalmente para un amplio rango de aleaciones metálicas y toman un valor de 0,23 en el caso de α y de 0,09 (mm^{-1}) para β.

$$s_u = \alpha \frac{P_{inf}}{t^2} + \beta \frac{P_{max} - P_{inf}}{t} \qquad (3)$$

En (3), P_{inf} se corresponde con el valor de la carga registrada en el ensayo Small Punch para el primer punto de inflexión de la curva.

2.3 Módulo de elasticidad.

En [24] se describe una metodología analítica para estimación del módulo de Young partiendo de los resultados del ensayo Small Punch. Esta metodología está basada en el hecho de que la deformación registrada en el primer tramo de la curva Small Punch es la suma de la deformación elástica de la probeta, trabajando como una placa flexionada, de la deformación elástica del punzón y de las componentes elástica y plástica de la indentación que tiene lugar en el contacto punzón probeta. Si se realiza una descarga en el tramo inicial en el que el comportamiento de la probeta como placa sigue siendo eminentemente elástico, la pendiente de la curva de descarga será función solamente del comportamiento elástico como placa de la probeta, del comportamiento elástico del punzón y de la componente elástica de la indentación, habiendo eliminado el efecto de la indentación plástica, de difícil modelización. Calibrando la deformación elástica del punzón mediante la realización de un ensayo sobre un material de características conocidas, el módulo de elasticidad puede ser determinado teniendo en cuenta que la pendiente de la descarga es el resultado de la agregación de los tres comportamientos descritos de acuerdo con la ecuación (4):

$$\frac{1}{S_{descarga}} = \frac{1}{S_{placa}} + \frac{1}{S_{indent}} + \frac{1}{S_{punzon}} \qquad (4)$$

donde $S_{punzón}$ es la rigidez debida al punzón, S_{placa} es la rigidez como placa de la probeta, que se calcula de acuerdo a la teoría general de placas según (5) y S_{indent} es la rigidez debida a la indentación elástica [25], que se determina según (6).

$$S_{placa} = \frac{16 \cdot \pi \cdot E \cdot t^3}{12 \cdot a^2 \cdot (1 - \nu^2)} \qquad (5)$$

Donde a es el radio del agujero de la matriz inferior del utillaje y t es el espesor de la probeta.

$$S_{indent} = 2 \cdot \sqrt{d \cdot R} \cdot \left[\frac{1 - \nu_{punzon}}{E_{punzon}} + \frac{1 - \nu_{probeta}}{E_{probeta}} \right]^{-1} \qquad (6)$$

d es el descenso del punzón debido a la indentación (plástica + elástica) que se obtiene descontando la deformación elástica de probeta y punzón del desplazamiento registrado durante la descarga, y R es el radio del punzón.

2.4 Resistencia a fractura

La resistencia a fractura ha sido estimada siguiendo el procedimiento desarrollado en [26], que se fundamenta en la utilización de probetas Small Punch sobre las que se mecaniza una entalla de dimensiones conocidas. Tomando como referencia la técnica multi-probeta descrita en [27] y tras mecanizar probetas con distintas longitudes de entalla, aplicando la fórmula (7) se puede determinar la curva J-Δa del material.

$$J = \frac{C \cdot U}{B \cdot b} \qquad (7)$$

Donde U es la energía asociada al proceso que se obtiene de acuerdo con [26], B es el espesor de la probeta y b es el ligamento remanente (zona útil de ensayo menos longitud efectiva de fisura). El coeficiente C, por su parte, ha sido ajustado de forma semi-empírica para un amplio rango de aleaciones metálicas [26] y responde a la expresión (8).

$$C = 0.12 + \frac{58 \cdot (a - 3.0)}{\sigma_0} \qquad (8)$$

Donde a es la longitud de fisura inicial en mm y σ_0 es la tensión de flujo del material, en MPa, que puede definirse como la media entre el límite elástico y la tensión de rotura.

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Los objetivos principales de este trabajo son la obtención de las propiedades mecánicas del oro puro (24 quilates) y la demostración de la adecuación y validez de la técnica Small Punch para la caracterización de materiales muy escasos y/o caros. Con estos propósitos se han preparado 12 probetas Small Punch:

- Seis probetas de oro puro, trabajadas en frío (60%), para la determinación de sus propiedades mecánicas. Dos de ellas se usarán para la estimación de las propiedades a tracción y las otras cuatro serán prefisuradas y ensayadas para la estimación de cuatro puntos de la curva J-R del oro puro.

- Seis pobetas de oro de 18 quilates (75% Au, 12.5% Ag, 12.5% Cu), también trabajadas en frío, como ejemplo de aleación de oro, mostrando la aplicabilidad del Small Punch para la caracterización de aleaciones base oro (ej., prótesis dentales). De nuevo, dos probetas se usarán para la determinación de las propiedades a tracción y las cuatro restantes se utilizarán para la caracterización a fractura.

Las Figuras 3 y 4 muestran, respectivamente, las probetas utilizadas en la caracterización del oro puro y del oro de 18 quilates. Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento a una velocidad de 0.01 mm por segundo y a temperatura ambiente (20ºC).

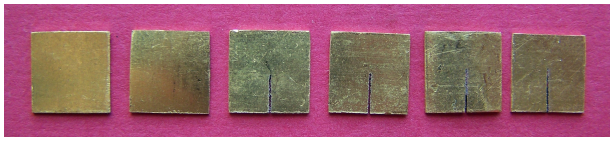


Figura 3. Probetas Small Punch de oro puro. En la parte derecha se observan las cuatro probetas prefisuradas utilizadas en la caracterización a fractura.

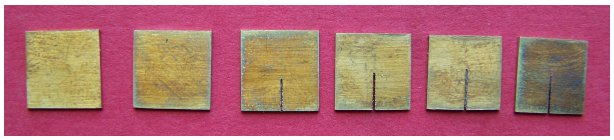


Figura 4. Probetas Small Punch de oro de 18 quilates.

La Figura 5 muestra una probeta convencional de oro puro y otra prefisurada (también de oro puro), en ambos casos tras ser ensayadas.

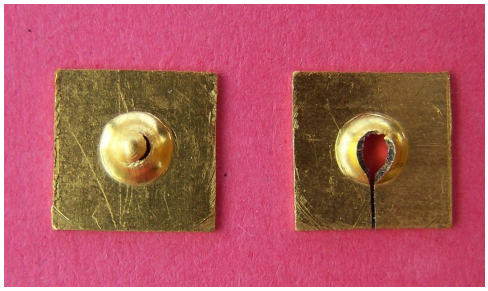


Figura 5. Probetas de oro puro tras el ensayo

4. RESULTADOS

Las Figuras 6 a 10 muestran las curvas experimentales. La Figura 6 se corresponde con las probetas no fisuradas utilizadas para la caracterización del comportamiento a tracción. Por su parte, las Figuras 7 y 8 recogen las curvas experimentales utilizadas para la determinación del módulo elástico de ambos materiales. Finalmente, las Figuras 9 y 10 muestran los resultados para las probetas fisuradas, utilizadas para la caracterización a fractura (curva J-R), y la Figura 11 muestran las curvas J-R resultantes.

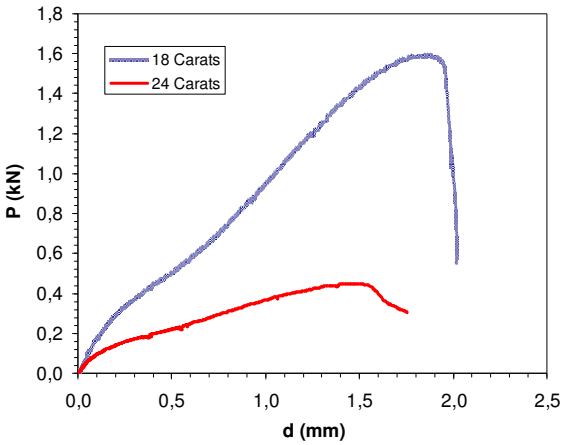


Figura 6. Curvas de ensayos Small Punch utilizadas para la estimación del límite elástico y de la tensión de rotura.

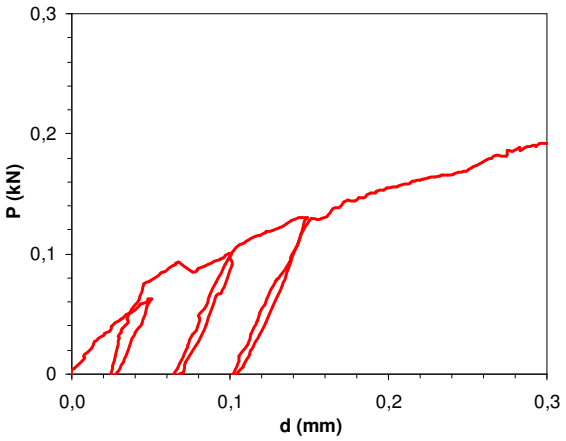


Figura 7. Zona inicial de la curva de ensayo Small Punch utilizada para la estimación del módulo elástico en oro puro.

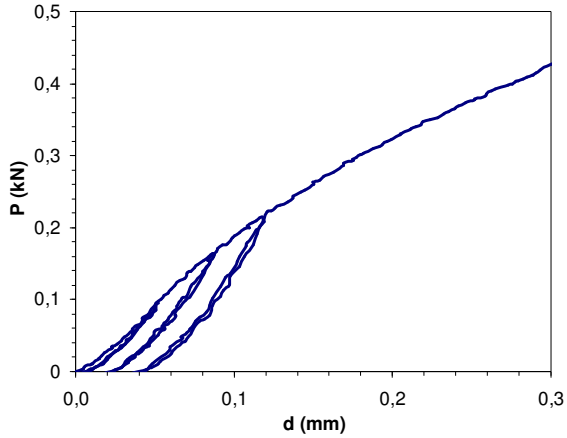


Figura 8. Zona inicial de la curva de ensayo Small Punch utilizada para la estimación del módulo elástico en oro de 18 quilates.

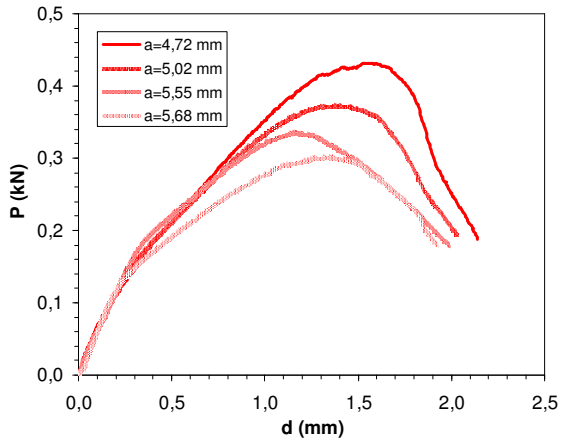


Figura 9. Curvas Small Punch sobre probetas prefisuradas empleadas en la estimación de la resistencia a fractura del oro puro.

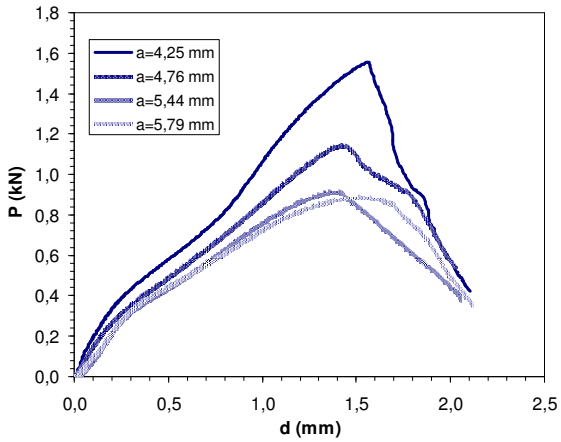


Figura 10. Curvas Small Punch sobre probetas prefisuradas empleadas en la estimación de la resistencia a fractura de la aleación base oro.

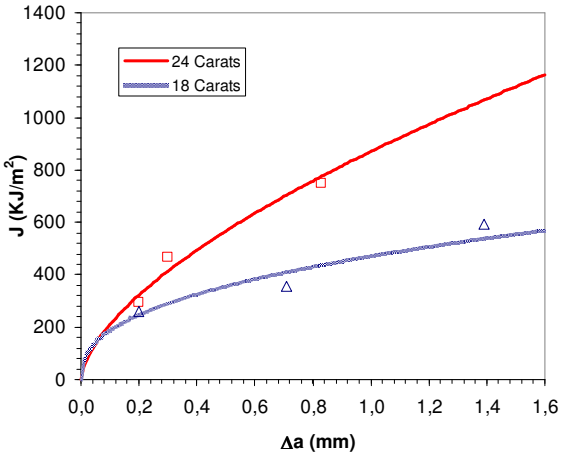


Figura 11. Curvas J de resistencia a fractura en oro puro y en oro de 18 quilates. En ambos casos el punto obtenido con la fisura más larga no ha sido incluido en la representación al sobrepasar los límites de aplicación de esta metodología [26].

La Tabla 2 recoge los resultados obtenidos en los distintos ensayos. Se puede observar que tanto el módulo de elasticidad, como el límite elástico y la tensión de rotura son muy similares a los recogidos en la Tabla 1 para las mismas condiciones de ensayo.

Tabla 2. Resultados de las estimaciones de los parámetros resistentes del oro puro y del oro de 18 quilates obtenidos por medio de la técnica Small Punch.

	Oro 24 kilates	***Oro 18 kilates***
s_y (MPa)	64.3	353.5
s_u (MPa)	228.1	634.5
E (MPa)	77500	78500
J_R (KJ/m^2)	$870.55 \cdot \Delta a^{0.6177}$	$472.81 \cdot \Delta a^{0.4031}$
$J_{0.2}$ (KJ/m^2)	322.1	247.1

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha aplicado la técnica Small Punch a la caracterización a tracción y a fractura del oro puro y de una aleación base oro (18 quilates). La escasez y el alto precio de estos materiales, así como su uso en diversas aplicaciones ingenieriles, justifican tanto la necesidad de caracterizar estos materiales como la utilización a tales efectos de técnicas experimentales que minimicen el uso de material.

En concreto se han estimado el límite elástico, la tensión de rotura y el módulo de elasticidad de la curva de tracción, así como la curva J-R de resistencia a fractura.

Con respecto a los parámetros resistentes a tracción, los resultados obtenidos están en consonancia con los disponibles en la bibliografía especializada, lo cual es

una garantía de la aplicabilidad de la técnica para la caracterización de este tipo de materiales.

En lo relativo a la resistencia a fractura, se ha realizado una estimación de la curva J-R del material que permite conocer dicho parámetro en condiciones de pequeños espesores. El resultado obtenido es el primero disponible al respecto, ya que en no se ha encontrado en la bibliografía resultado alguno sobre el comportamiento a fractura del oro.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la desinteresada colaboración prestada por los señores D. Antonio Menchaca Castillo y D. Antonio Menchaca Trueba, maestros joyeros, por el suministro del material y de las probetas utilizadas en el programa experimental recogido en este trabajo.

REFERENCIAS

[1] Metals Handbook, Vol. 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials (10th Edition). ASM International, 1990

[2] Handbook of Materials Science, Vol 1: General Properties. CRC Press, Ed. Linch CT., 1984.

[3] Elustondo J., Landa P. Metalurgia, Tomo III, Metales no Ferreos: Los Demás Metales y Materiales Compuestos. Servicio de publicaciones de la UPV.

[4] Ashby M., Jones DRH. Engineering Materials: An Introduction to their Properties and Applications. Pergamon, 1983.

[5] Tensile Testing (2nd Edition). ASM International, 2004.

[6] Tanimoto H., Sakai S., Mizubayashi, H. Mechanical Property of High Density Nanocrystalline Gold Prepared by Gas Deposition Method. NanoStructured Materials, Vol. 12, pp. 75l-756, 1999.

[7] Cohn G. Selected Properties of Gold. Gold Bulletin, Vol. 12 (1), 1979.

[8] Ning Y. Properties and Applications of Some Gold Alloys Modified by Rare Earth Materials. Gold Bulletin, Vol. 38 (1), 2005.

[9] World Gold Council, http://www.gold.org/discover/sci_indu/properties/index.html.

[10] Tanaka Kikinzoku Group, Products Guide, 2007. http://www.tanaka.co.jp.

[11] MatWeb, Material Property Data. http://matweb.com.

[12] BS EN 10002-1:2001, Tensile Testing of Metallic Materials. Method of Test at Ambient Temperature, British Standard, 2001.

[13] ASTM E8-04, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International, 2004.

[14] BS 7448: Part 1, Fracture Mechanics Toughness Tests. Part 1. Method for Determination of KIC, Critical CTOD and Critical J Values of Metallic Materials, British Standard, 1991.

[15] ASTM E399-83, Standard Test Method for Plane Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, 1983.

[16] Ha JS., Fleury E. Small Punch Test to Estimate the Mechanical Properties of Steels for Steam Power Plant: I Mechanical Strength", International Journal of Pressure Vessels and Piping, Vol. 75, pp. 699-706, 1998.

[17] Ha J.S., Fleury E. Small Punch Test to Estimate the Mechanical Properties of Steels for Steam Power Plant: II Fracture Toughness". International Journal of Pressure Vessels and Piping, Vol. 75, pp. 707-713, 1998.

[18] Saucedo-Muñoz ML., Koazaki SI., Hashida T., Shoji T. Aplicación del Ensayo Miniatura de Embutido para la Evaluación de la Tenacidad a Temperaturas Criogénicas de Aceros Inoxidable Austeníticos Envejecidos. Revista de Metalurgia, Vol. 39, pp. 378-386, 2003.

[19] Lacalle R., Álvarez JA., Gutiérrez-Solana F. Analysis of Key Factors for the Interpretation of Small Punch Test Results. Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Submitted.

[20] Autillo J., Contreras M.A., Betegón C., Rodríguez C., Belzunce F.J. Utilización del Ensayo Miniatura de Punzonamiento (Small Punch Test) en la Caracterización Mecánica de Aceros. Anales de Mecánica de la Fractura Nº 23, pp 77-83, 2006.

[21] Roark, R.J., Young, W.C, "Roark's Formulas for Stress and Strain", 6th ed., McGraw and Hill, New York, 1989

[22] Eskner, M., Sandström, R., "Mechanical Property Evaluation Using the Small Punch

Test", Journal of Testing and Evaluation, July 2004, Vol 32, No. 4.

[23] Contreras, M.A., "Validación del Ensayo Miniatura de Punzonado para el Estudio del las Propiedades Mecánicas de Materiales", Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, Marzo de 2007.

[24] Lacalle, R., "Estudio del Comportamiento en Fractura de Materiales Metálicos en base a Ensayos tipo Small Punch", Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria, Pendiente de publicación.

[25] Herbert, E.G., Pharr, G.M., Oliver, W.C., Lucas, B.N., Hay, J.L., "On the Measurement of stress-strain curves by spherical indentation", Thin Solid Films 398-399 (2001), pp. 331-335.

[26] Lacalle, R., Álvarez, J.A., García, J., Gutiérrez-Solana, "Estimación de la Tenacidad a Fractura a partir de Probetas Small Punch Entalladas", Anales de Mecánica de la Fractura nº 25, 2008.

[27] ESIS P2-92, "ESIS Procedure for Determining the Fracture Behaviour of Materials", European Structural Integrity Society, ESIS, 1992.

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA A ESCALA PICOMÉTRICA DE $YBa_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-\delta}$ MONOCRISTALINO MEDIANTE LA TÉCNICA DE AUTOFLUJO

J. J. Roa[1], F. T. Dias[2], V. N. Vieira[2], G. Oncins[3], J. Diaz[3], J. Schaf[4], X. G. Capdevila[1], M. Segarra[1]

[1] Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Barcelona, C/ Martí i Franquès, 1, 08028 Barcelona, España.
E-mail: joanjosep_roa@ub.edu

[2] Instituto de Física e Matemática, Departamento de Física, Universidade Federal de Pelotas, Caixa Postal 354-CEP 96010-900 Pelotas-RS-Brasil.
E-mail: fabio.dias@ufpel.edu.br

[3] Edificio Modular del Parc Científic de Barcelona, C/ Baldiri i Reixac, 10-12, 08028 Barcelona, España.
E-mail: goncins@ub.edu

[4] Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Caixa Postal 15051-CEP 91501-970 Porto Alegre-RS-Brasil.
E-mail: schaf@if.ufrgs.br

RESUMEN

Se implementa un método para indentar superficies rígidas a niveles nanométricos utilizando un microscopio de fuerzas atómicas (*Atomic Force Microscopy-AFM*), empleando el modo de espectroscopia de fuerzas (*Force Spectroscopy-FS*), el cual nos permite generar un movimiento vertical de la punta sin producir fuerzas laterales. Uno de los factores más críticos durante este estudio ha sido caracterizar la máxima fuerza aplicada por el AFM la cual no produce deformación remanente, esto se ha obtenido a partir del factor de sensitividad de la palanca del AFM, así como de la correcta determinación del radio de curvatura (r) de la punta antes y después de la indentación. A partir de las curvas de fuerza-penetración (F *vs.* h_e) obtenidas a 200 nN de carga aplicada, y utilizando un modelo de contacto Hertziano, se ha podido determinar el módulo de Young (E) del material cuando se encuentra sometido a un campo de deformación totalmente elástico.

ABSTRACT

An implementation of the method for surface indentation based on Atomic Force Microscopy (*AFM*), is presented in this work. The implementation was done using the Force Spectroscopy (*FS*) mode, which allows vertical movement of the AFM tip indenter without lateral forces. Determination of the sensitivity factor of the AFM cantilever was necessary to accurately quantify the maximum applied force which does not produce plastic deformation, as well as a correct tip apex radius (r) determination before and after the indentation process. Young's modulus (E) was calculated from Force versus separation curves (F *vs.* h_e) obtained at 200 nN of applied load by means of Hertz contact model when no plastic deformation was produced to the sample.

PALABRAS CLAVE: $YBa_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-\delta}$ (YBaSrCuO), Picoindentación, módulo de Young.

1. INTRODUCCIÓN

Recientemente, el microscopio de fuerzas atómicas (AFM) [1,2] se ha convertido en un instrumento muy versátil, ya que permite realizar imágenes topográficas de un amplio rango de materiales (desde materiales biológicos hasta materiales cerámicos) y cuantificar diferentes propiedades mecánicas, tales como el módulo de Young del material (E), coeficientes de fricción (μ), entre otras [3-6]. La técnica de indentación empleando un AFM se conoce como espectroscopia de fuerzas (*Force Spectroscopy, FS*) [7-10].

La FS consiste en adquirir una curva de fuerza en función del movimiento del piezoeléctrico (Δz) que aproxima la punta a la muestra y permite su análisis en un punto determinado. Las principales ventajas que presenta esta técnica son;

i) inmediatamente antes y después de la adquisición de la curva, se puede obtener una imagen de alta resolución pudiendo observar la huella residual producida, y
ii) la carga aplicada puede ser del orden de los nN (10^{-9} N) o pN (10^{-12} N). Por consiguiente se puede determinar de forma correcta el *E* del material, ya que se pueden obtener curvas totalmente elásticas sin producir deformaciones permanentes en el material.

En este trabajo se presenta el estudio del *E* de una muestra de óxido superconductor dopada con estroncio ($YBa_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-\delta}$, YBaSrCuO) utilizando un microscopio de AFM convencional que puede operar en modo FS. Esta metodología se conoce como picoindentación. La determinación del *E*, se ha realizado a temperatura ambiente cuando la muestra de estudio se encontraba sometida a una fuerza uniaxial de 200 nN (*fuerzas tangenciales igual a cero*). Finalmente, a partir de las curvas fuerza-penetración elástica (F-h_e), se ha determinado el valor del *E* a partir de las ecuaciones de Hertz.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

El principal problema que presentan las técnicas de caracterización mecánica a nano- y picoescala, es la correcta determinación del punto de contacto indentador-muestra para el material de estudio [5]. En la actualidad, el punto de contacto puede ser determinado a partir de la aplicación de diferentes modelos;

a) el modelo de Hertz [4],
b) el modelo de Jonson, Kendall y Roberts (JKR) [6] y
c) el modelo de Derjaguin, Müller y Toporov (DMT) [7].

El modelo más utilizado es el Hertziano, desarrollado en 1881 por el físico alemán Heinrich Hertz y presentado en un trabajo basado en el mecanismo de contacto de sólidos elásticos titulado "*On the contact of elastic solids*" [4]. Este modelo se basa en diferentes expresiones las cuales nos determinan el valor del punto de contacto, *a*, para dos esferas de radio R_1 y R_2. Debido a que el extremo de la punta de AFM presenta unas dimensiones tan pequeñas (del orden de los nm), la cual puede ser modelada como una esfera de radio, *R*.

El modelo de Hertz presenta varias consideraciones tales como;

a) las dos esferas se encuentran prácticamente juntas,
b) no se deforman plásticamente y
c) las interacciones indentador-muestra tales como fuerzas de Van de Waals, fuerzas hidrofílicas, etc; son menospreciables.

No obstante, el modelo Hertziano no tiene en cuenta otros efectos debidos principalmente a la geometría ni a la deformación inelástica que pueden ser importantes para los procesos de nanoindentación; de hecho la teoría de Hertz es reemplazada por un análisis de la indentación de medio elástico tal como fue desarrollado por Sneddon [9], el cual encontró relaciones directas entre la profundidad de penetración elástica, h_e, y la fuerza aplicada, *F*, para diferentes geometrías de indentador, obtenidas a partir de la siguiente expresión;

$$F = \frac{\zeta \cdot E}{\left(1-\upsilon^2\right)} \cdot h^m \qquad (1)$$

dónde ζ es una constante que depende de la geometría de contacto, *E* es el módulo de Young del material indentado, υ es el coeficiente de Poisson del material indentado y *m* es un exponente de la ley de potencias determinado a partir del ajuste de la curva F-h_e. Para el comportamiento característico de un cilindro plano, m = 1, para un paraboloide de revolución m = 1,5 y para un cono m = 2 [10].

Mediante las ecuaciones de Hertz, la expresión 1 para un indentador esférico se puede rescribir como;

$$F = \left(\frac{3}{4} E_{eff} \sqrt{R}\right) h_e^{3/2} \qquad (2)$$

dónde *R* es el radio de curvatura de la punta de indentación y E_{eff} es el módulo de Young efectivo o reducido, el cual se calcula a través de la siguiente expresión;

$$\frac{1}{E_{efff}} = \frac{\left(1-\upsilon^2\right)}{E} + \frac{\left(1-\upsilon_i^2\right)}{E_i} \qquad (3)$$

dónde *E* es el módulo de Young. El subíndice *i* hace referencia al modulo de Young y al coeficiente de Poisson del indentador, SiO_2; 76 GPa [11] y 0,17 [12] respectivamente.

2.2. Curva F-h_e

Utilizando un AFM en modo FS, se pueden obtener las curvas de fuerza en función de la profundidad de penetración elástica, se puede diferenciar una etapa de acercamiento (*carga*) y una etapa de alejamiento (*descarga*) entre la punta y la muestra de estudio (ver figura 1).

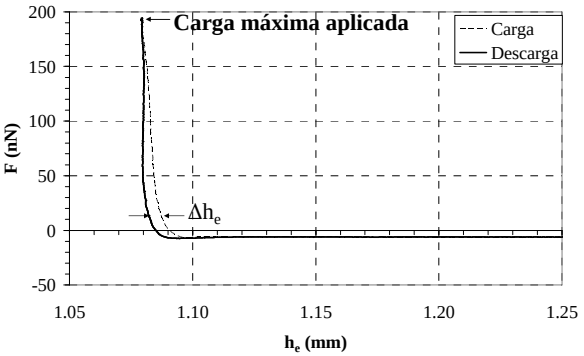


Figura 1. Curva F-h_e.

En la figura 1, se puede observar la curva de carga, la curva de descarga, la carga máxima aplicada, así como la profundidad de penetración elástica máxima, Δh_e; este valor corresponde a la diferencia de profundidad de penetración entre la curva de carga y la de descarga.

Durante la curva de carga, se produce un régimen atractivo en el momento en que la punta y la muestra se encuentran a distancias del orden de los nanómetros; este fenómeno se conoce como *jump to contact* (figura 2) y es producido básicamente durante el proceso de carga debido mayormente a las fuerzas atractivas de Van de Waals y a interacciones hidrofílicas derivadas de la formación de un menisco acuoso entre las dos superficies [10].

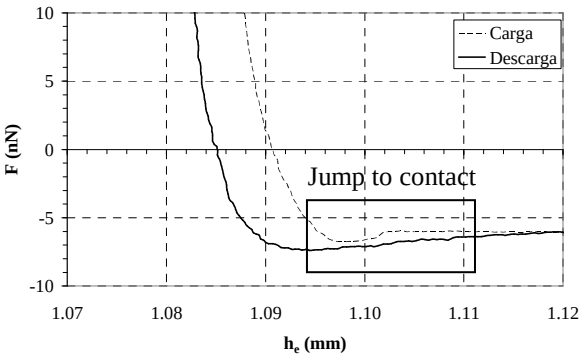


Figura 2. Jump to contact producido durante el proceso de contacto indentador-muestra.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Procesado de las muestras

Los monocristales de YBCO dopados con Sr ($YBa_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-\delta}$, YBaSrCuO) han sido obtenidos a partir de la técnica de autoflujo [8]. El material de estudio ha sido obtenido a partir de la mezcla de los siguientes precursores; Y_2O_3, Ba_2CO_3, $SrCO_3$ y CuO utilizando una proporción de cada uno de los cationes que constituyen el material de estudio de 1:3,5:0,5:10 de Y, Ba, Sr y Cu respectivamente. Cada uno de estos cationes se ha ido depositando en la parte superior de un monocristal de ZrO_2 el cual se encontraba inclinado con un ángulo de 15º. El tratamiento térmico empleado para generar monocristales de YBCO dopados con Sr, se divide en dos etapas; la primera de ellas, donde se realiza el proceso de crecimiento de las muestras (estructura tetragonal, no superconductora), y en segundo lugar, una etapa de oxigenación que nos permite realizar la transformación cristalina de tetragonal a ortorrómbica.

A continuación, se puede observar de manera detallada el proceso de crecimiento del monocristal;

a) calentamiento en atmósfera de aire desde temperatura ambiente hasta 1020ºC a una velocidad de calentamiento de 250ºC/h,
b) isoterma a 1020ºC durante 1 h,
c) enfriamiento uniforme hasta 980ºC durante 48h (*velocidad de enfriamiento de 0,8 ºC/h*),
d) enfriamiento lento del horno hasta los 700ºC de manera paulatina, y
e) enfriamiento rápido (*velocidad de enfriamiento del horno*) hasta temperatura ambiente.

Finalmente, la muestra con estructura tetragonal se ha introducido en el interior de un horno donde se ha realizado el proceso de oxigenación. Éste consiste en hacer pasar un flujo constante de oxígeno de alta pureza a 450ºC durante 10 días. Una vez transcurrido este período de tiempo, la muestra se enfría hasta temperatura ambiente y se observa mediante difracción de rayos X (DRX), así se determina la orientación cristalina del material obtenido para corroborar que el material es el esperado.

3.2. Detalle experimental, AFM

Se han evaluado muestras de 2 mm x 0,2 mm de YBCO dopadas con Sr obtenidas a partir de la técnica de autoflujo (*ver apartado 3.1*). Estas muestras han sido preparadas metalográficamente con el objetivo de tener una superficie plano paralela (*evitando tener la contribución de fuerzas laterales y cerciorándonos de tener únicamente componente vertical*) y poder realizar ensayos de picoindentación con un AFM.

El sistema AFM utilizado para realizar este estudio es un instrumento multitarea MFP 3D (Asylum Research, Santa Barbara, CA), y las sondas comerciales de Si escogidas son palancas rectangulares con una constante de muelle nominal de 42nN/nm (ACT-W, AppNano, Santa Clara, CA).

Antes y después de realizar las curvas de fuerza se caracteriza el radio de curvatura de la punta de indentación a partir de un patrón de óxido de níquel, NiO (presenta una estructura facetada con un altura máxima de 20 nm). Posteriormente, se realiza la reconstrucción de la punta mediante el programa *"Scanning Probe Image Processor, SPIP 3D"* y se obtiene el radio de curvatura de la punta de AFM.

Se han realizado matrices de cuarenta curvas de fuerza con un indentador puntiagudo de SiO_2 aplicando una carga constante de 200 nN. A partir de las curvas de carga, el radio de indentación y las ecuaciones de Hertz se ha determinado el *E* de diferentes muestras de YBCO dopadas con Sr.

4. RESULTADOS y DISCUSIÓN

La figura 3, nos muestra el difractograma del material de estudio. Éste, no presenta ninguna fase secundaria después del proceso de crecimiento y oxigenación.

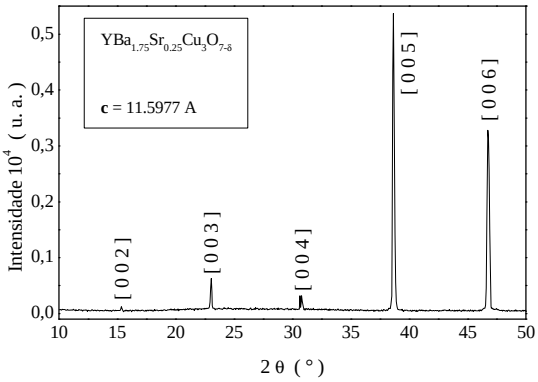


Figura 3. Difractograma de rayos X.

El espectro obtenido para la muestra de estudio concuerda con los resultados reportados en la bibliografía [13-15].

Posteriormente, la muestra ha sido observada mediante luz polarizada, permitiéndonos visualizar los diferentes planos de maclas presentes en esta muestra, ver figura 4.

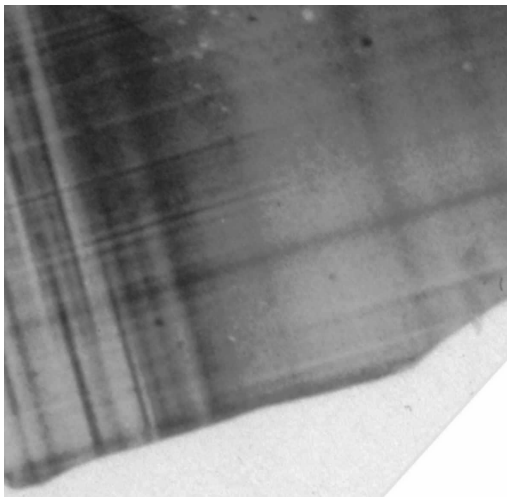


Figura 4. Micrografía de la superficie del monocristal obtenida por microscopia de luz polarizada.

Finalmente, para corroborar que el proceso de oxigenación es el adecuado, se ha calculado la evolución de la magnetización (H) como una función de la temperatura (T) para un campo aplicado de 10 O_e perpendicular al eje c (H // c), ver figura 5.

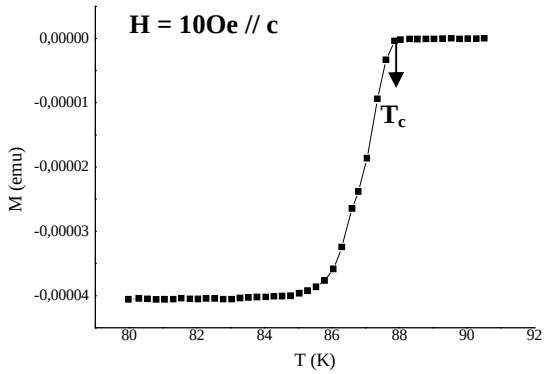


Figura 5. Representación gráfica de la magnetización (H) respecto la temperatura (T).

Tal y como se puede apreciar en la figura 5, las muestras de YBCO dopadas con Sr presentan una T_c alrededor de los 88K. Estos resultados concuerdan con los valores encontrados en la bibliografía [13-15].

La figura 6, nos muestra las diferentes reconstrucciones de la punta de Si utilizada para realizar las medidas de AFM a partir del software informático SPIP.

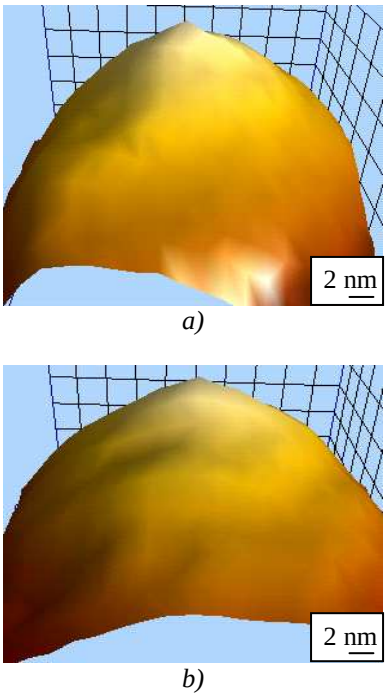


Figura 6. Reconstrucción de la punta de indentación a partir del patrón de NiO, a) antes ensayar y b) después del ensayo.

La imagen 6, nos muestra que durante el proceso de indentación, el extremo de la punta de SiO_2 no se deforma y mantiene su integridad estructural. A partir de diferentes algoritmos de cálculo inherentes en el SPIP, se ha determinado el radio de curvatura tanto inicial

como final del indentador; presentando un valor constante de 10 nm.

La figura 7, nos muestra una imagen de fase de AFM de la región de estudio con las posiciones exactas donde se han realizado las picoindentaciones aplicando una carga uniaxial de 200 nN. Ésta nos muestra una elevada porosidad debida principalmente a la presencia de Sr.

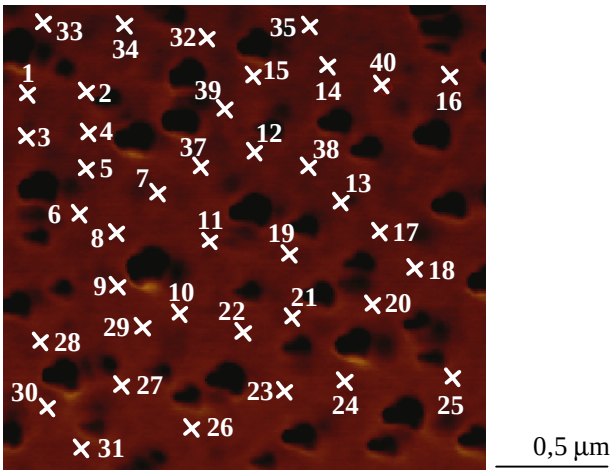


Figura 7. Imagen de fase de AFM de las distintas indentaciones realizadas a 200 nN.

Una vez realizado los diferentes ensayos, se ha realizado la representación gráfica de la fuerza aplicada durante el proceso de carga en función de la profundidad de penetración elástica considerando un comportamiento Hertziano, ver figura 8. En ella, se puede apreciar que todas las curvas presentan la misma pendient. Las curvas individuales han sido equiespaciadas en el eje X para una mejor visualización de las mismas.

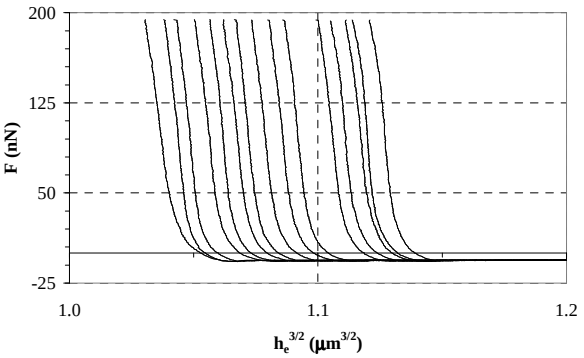


Figura 8. Evolución de la F vs. $h_e^{3/2}$.

A partir del tramo lineal de fuerzas (50 nN ≤ F ≤ 200 nN) y con la ecuación 2, se puede determinar el E_{eff} del material. Una vez determinado el E_{eff} considerando un comportamiento Hertziano, y utilizando la expresión 3, se ha encontrado que las muestras de YBCO dopadas con Sr presentan un E = 106 ± 4 GPa. Para poder corroborar que nos encontrábamos en un régimen de deformación prácticamente elástico se ha calculado el Δh_e para las curvas de F-h_e del YBCO dopado con Sr, obteniendo un valor de 7,1 ± 0,8 nm. En trabajos previos [16], se ha encontrado que la transición elasto-plástica para materiales de YBCO se encuentra para valores de deformación plástica alrededor de los 150 nm de profundidad de penetración, por consiguiente el E para materiales de YBCO dopados con Sr se encuentra en un régimen de deformación totalmente elástico.

5. CONCLUSIONES

Durante los últimos años, la técnica de picoindentación o indentación utilizando espectroscopia de fuerzas ha sido ampliamente utilizada para caracterizar muestras blandas, mayormente biológicas. Mediante el presente trabajo se ha puesto a punto un equipo de AFM para poder hallar el módulo de Young de materiales cerámicos de YBCO dopados con Sr.

A partir del patrón de NiO, se ha podido corroborar que durante los ensayos de picoindentación, el indentador de SiO_2 no se deforma plásticamente, ya que el radio inicial y final, presenta el mismo radio de curvatura.

Se ha podido corroborar que para cargas tan pequeñas, las curvas de F-h_e son totalmente reproducibles.

El módulo de Young para el material de estudio se ha determinado a partir de las curvas F-h_e y las ecuaciones de Hertz, dando un valor de 106 ± 4 GPa produciendo un campo de deformación elástica de unos 7,1 ± 0,8 nm enter la curva de carga y la de descarga.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el presente trabajo a la Xarxa de Referència en Materials Avançats per a l'Energia (XaRMAE, Generalitat de Catalunya) por el soporte económico.

J. J. Roa quiere agradecer al "comissionat per la Universitat i la Investigació del Desenvolupament d'innovació Universitari i d'Empresa de la Generalitat de Catalunya i el Fons Social Europeu".

REFERENCIAS

[1] Muller, K. A., Takashige, M. and Bednorz, J. G., *Flux trapping superconductive glass state in barium-containing lanthanum copper oxide $(La_2Cu)_{4-y}$:Ba)*, Phys. Rev. Lett., 58 (11) pp. 1143-1146 (1987).

[2] Fischer Cripps, A. C., "Nanoindentation (Mechanical engineering series)", *ISBN 0-387-22045-3*, Springer, New York, 2004.

[3] Carpick, R. W., *The Study of Contact, Adhesion and Friction at the Atomic Scale by Atomic Force Microscopy*, PhD. Thesis, 81 pag., Materials

Sciences Division Center for Advanced Materials, Ernest Orlando Lawrence Berkeley National Laboratory, California, 1997.

[4] Hertz, H., *On the contact of elastic solids*, Journal Reine Angew. Math. 92, 156 (1881).

[5] Mazzucco, D., and Spector, M., *Contact area as a critical determination in the tribology of metal-on-polyethylene total joint arthroplasty*, Journal of Tribology-Transactions of the Asme, 128, pp. 113-121 (2006).

[6] Johnson, K. L., Kendall, K. and Roberts, A. D., *Surface Energy and Contact of Elastic Solids*, Proceedings of the Royal Society of London Series A-Mathematical and Physical Sciences, 324, 301 (1971).

[7] Derjaguin, B. V., Muller, V. M. and Toporov, Y. P., *Effect of Contact Deformations on Adhesion of Particles*, Journal of Colloid and Interface Science, 53 (1975) pp. 314-326.

[8] Vieira, V. N. and Schaf, J., *Anisotropic iorreversibility of the Abrikosov and Josephson flux dynamic in $YBa_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-\delta}$ single crystals. Bose-glass and vortex-glass features.* Phys. Rev. B 65 144531 (2002).

[9] Sneddon, I. N., *The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussines problem for a punch of arbitrary profile*. International Journal of Engineering Science, ISSN 0020-7225, 3(1), 47-57 (1965).

[10] Franco, M. A., *Nanoindentation based on force spectroscopy with an atomic force microscope*. Ingeniería y Ciencia, ISSN 1794-9165, 4 (8), 85-98(2008).

[11] Namazu, T. and Isono, Y., *Quasi-static bending test of nano-scale SiO_2 wire at intermediate temperatures using AFM-based technique*. Sensors and Actuators A 104 78-85 (2003).

[12] Oliver, W. C. and Pharr, G. M. *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, (1992).

[13] Golben, J. and Vlasse, M., *Study of bulk single crystal yttrium barium strontium copper oxide ($YBa_{2-x}SrCu_3O_{7-\delta}$) superconducting materials.* Superconductor Science and Technology, 5, pp. 231 (1991).

[14] Licci, F., Gauzzi, A., Marezio, M., Radaelli, G. P., Masini, R. and Chaillout-Bougerol, C., *Structural and electronic effects of Sr substitution for Ba in $Y(Ba_{1-x}Sr_x)_2Cu_3O_w$ at varying w.* Phys. Rev. B 58 15208 (1998).

[15] Kakihana, M., Eriksson, S. G., Börjesson, L., Johansson, L. G., Ström, C. and Käll, M., *Charge-transfer and compression effects of isomorphous substitutions in yttrium barium copper oxide ($YBa_2Cu_3O_7$)*, Phys. Rev. B 47, 5359 (1993).

[16] Roa, J. J., Jiméne-Piqué, E., Capdevila, X. G., and Segarra, M., *Nanoindentation with spherical tips of single crystals of YBCO textured by Bridgman technique: determination of indentation stress-strain curves*, J. Mater. Research (2009) Submitted.

CURVA TENSIÓN-DEFORMACIÓN MEDIANTE INDENTACIÓN ESFÉRICA PARA MATERIALES CERÁMICOS SUPERCONDUCTORES DE YBCO-TSMG

J. J. Roa, M. Morales, M. Martínez, X. G. Capdevila, M. Segarra

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química,
Universidad de Barcelona, C/ Martí i Franquès, 1,
08028 Barcelona, España.
E-mail: joanjosep_roa@ub.edu

RESUMEN

Los materiales superconductores, son ampliamente utilizados en el campo de la medicina (RMN, SQUID), para el transporte de corriente (limitadores de corriente), etc. El desconocimiento de sus propiedades mecánicas tales como el límite elástico, σ_e, la tensión máxima a cizalla, τ_{max} o la tensión a tracción en la zona colindante de la indentación, σ_t conlleva un incremento económico del proceso de fabricación. Por ello, en este estudio, nos hemos centrado en la determinación de la transición elasto-plástica y la obtención el σ_e, τ_{max} y σ_t mediante nanoindentación esférica así como conocer los diferentes mecanismos de deformación plástica activados durante el proceso de indentación mediante microscopia electrónica de transmisión (TEM) para materiales cerámicos de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) texturados mediante la técnica de crecimiento inducido por semilla, (Top-seeded-melt-growth, TSMG). Se ha determinado que la presión media de contacto para la cual se produce la transición elasto-plástica y el módulo de Young calculado a partir de las ecuaciones de Hertz son 3,93 y 120 ± 5,2 GPa, respectivamente.

ABSTRACT

Superconductor materials have been widely employed in the medicine field (as RMN, SQUID), in the current transport (flywheels), and others. The unknown of its mechanical properties, such as the yield strength, σ_e, the maximum shear stress, τ_{max} and the tensile stress, σ_t produce an economic increase during the manufacturing process. For this reason, in this study, we would like to deeply study the elasto-plastic transition and obtain the σ_e, τ_{max} and σ_t by spherical nanoindentation as well as the different mechanisms of the plastic deformation, which are activated during the indentation process by transmision electron microscope (TEM) for brittle ceramics of $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) manufactured by Top-seeded-melt-growth technique, TSMG. The mean pressure for initiation of elasto-plastic deformation is 3.93 GPa, and the elastic modulus calculated using the Hertzian equations equals E = 120 ± 5.2 GPa.

PALABRAS CLAVE: Superconductores, Indentación esférica, Curva Tensión-Deformación.

1. INTRODUCCIÓN

La superconductividad es un estado en el que algunos materiales, en ciertas condiciones de temperatura, campo magnético aplicado e densidad de corriente eléctrica, presentan resistencia eléctrica nula al paso de corriente y excluyen de manera parcial o totalmente el campo magnético del interior del material.

Los materiales superconductores de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) son ampliamente utilizados en medicina (RMN, SQUID), en el transporte de corriente (limitadores de corriente, cables), en el confinamiento magnético (ITER), etc. Estos materiales pueden ser conformados tanto en forma másica como en forma de capas delgadas o cintas. Durante los últimos años los materiales superconductores en forma másica han caído en desuso propiciando la comercialización de cintas superconductoras en forma de bobinas. Estas últimas, presentan muchos problemas durante el proceso de manufacturado, debido a que el desconocimiento de algunas propiedades mecánicas tales como el límite elástico, la tensión a cizalla o el radio máximo de curvatura del material; puede propiciar la generación de tensiones o microgrietas durante el proceso de conformación.

Los materiales másicos superconductores de YBCO, pueden obtenerse mediante la técnica de crecimiento inducido por semilla (*Top-seeded-melt-growth, TSMG*) o la técnica Bridgman. Estos materiales másicos, para ser funcionales, deben presentar una dispersión de finas partículas aislantes, (en nuestro caso de Y_2BaCuO_5, Y-211) heterogéneamente distribuidas en el interior de la matriz superconductora (Y-123). El tamaño promedio

de estas partículas, suele fluctuar entre 1-5 μm [1], dependiendo de la técnica de conformado utilizada.

Durante los últimos 20 años, la técnica de nanoindentación se ha convertido en una herramienta de trabajo fundamental para poder comprender el comportamiento mecánico de los materiales a pequeña escala.

La nanoindentación o indentación instrumentada, es una técnica ampliamente empleada en el estudio de las propiedades mecánicas a escala submicrométrica. Es una herramienta no destructiva, que nos permite realizar indentaciones selectivas en un amplio rango de cargas, de 50 nN hasta 650 mN. La principal ventaja que presenta esta técnica recae en la obtención de las propiedades mecánicas de forma directa o quasi directa, a partir de las curvas de penetración (*carga-descarga*), o también conocidas como curvas *P-h*.

En el presente trabajo, se han estudiado las propiedades mecánicas del YBCO másico conformado mediante la técnica TSMG en un régimen de deformación elástico y elasto-plástico mediante indentación esférica. A partir de las curvas *P-h* proporcionadas por el equipo y las ecuaciones de Hertz [2] se ha obtenido la curva tensión (σ) –deformación (ε), y a partir de ésta se ha encontrado la presión media de contacto (p_o), el límite elástico del material (σ_e), la tensión máxima a tracción (σ_t) en la zona colindante a la indentación así como la tensión máxima a cizalla (τ_m).

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

El mecanismo de contacto entre dos cuerpos (ver figura 1), fue descrito inicialmente por Hertz en el año 1882, y las ecuaciones que describen este comportamiento se conocen como ecuaciones Hertzianas [2-5].

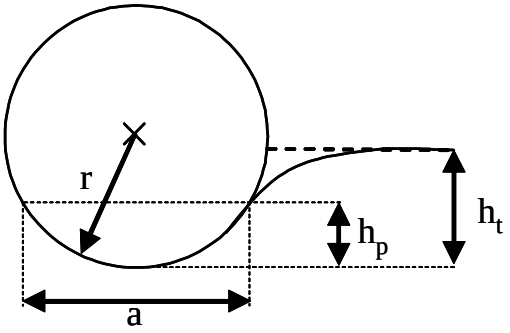


Figura 1. Esquema del contacto entre un indentador esférico y el material de estudio.

Hertz [6], encontró que el punto de contacto de un indentador esférico, *a*, se encuentra relacionado con la carga aplicada, *P*, el radio del indentador, *R*, y del módulo de Young efectivo, E_{eff}, mediante la siguiente expresión;

$$a^3 = \frac{3}{4} \cdot \frac{P \cdot R}{E_{eff}} \tag{1}$$

dónde E_{eff}, se puede reescribir como [7]:

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-\upsilon_i^2}{E_i} + \frac{1-\upsilon^2}{E} \tag{2}$$

dónde υ es el coeficiente de Poisson y *E* es el módulo de Young. El subíndice *i* hace referencia a los valores del indentador. Para un indentador de diamante, E_i = *1141 GPa y* υ *= 0.07* [7].

Para poder determinar de manera correcta la curva σ–ε, es preciso expresar la ecuación 1 como función de *P-h*;

$$P = \left(\frac{4}{3} \cdot E_{eff} \cdot \sqrt{R} \right) \cdot h^{3/2} \tag{3}$$

Realizando un ajuste del tipo $P \propto h^{3/2}$ del tramo elástico de la curva de carga *P-h*, y conociendo el radio del indentador, es posible obtener el valor del módulo de Young del material utilizando la expresión 2 [7].

A partir de los datos experimentales obtenidos en los diferentes ensayos de indentación (*P-h*) se han determinado los valores de la presión media de contacto, p_o, correspondientes a cada deformación producida durante el proceso de indentación, *a/R*, mediante la siguiente ecuación;

$$p_o = \frac{P}{A} = \frac{P}{\pi \cdot a^2} \tag{3}$$

dónde *A* es el área de contacto.

Tanto a escala macro-, micro- como nanométrica existe una relación directa en un régimen de deformación elástica entre la tensión aplicada y la deformación producida en un material. Esta relación, se puede observar en la ecuación 4.

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \tag{4}$$

Empleando las ecuaciones de Hertz [6], la ecuación de la curva σ–ε se puede rescribir como;

$$p_o = \frac{4}{3} \cdot \frac{E_{eff}}{\pi} \cdot \left(\frac{a}{R} \right) \tag{5}$$

dónde la p_o corresponde a la presión media de contacto también conocida como la relación de Meyer's [8] y la relación (*a/R*) indica la deformación del material producido durante el ensayo de indentación. A partir de la representación gráfica de la curva σ–ε, se puede determinar la presión media de contacto por debajo de la cual nos encontramos en un campo de deformación elástico y por encima en un campo de deformación

plástico. A partir de este valor de p_o se puede determinar el σ_e, σ_t y la τ_{max}, mediante las siguientes ecuaciones [6]:

$$p_o = 1{,}1 \cdot \sigma_e \quad (6)$$

$$\sigma_t = \frac{1}{2} \cdot (1 - 2 \cdot \upsilon) \cdot p_o \quad (7)$$

$$\tau_{máx} = 0.46 \cdot p_o \quad (8)$$

La ecuación 8, se conoce como criterio de Tresca. Éste, es un criterio de plasticidad que es función de las tensiones principales (máxima y mínima) de nuestro sistema. El criterio de Tresca, se puede escribir como;

$$\tau_{máx} = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} \quad (9)$$

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Procesado de las muestras

El material empleado en este estudio, con una composición del 69% w/w Y-123, 30% w/w Y-211 y un 1% w/w CeO_2 ha sido obtenido amediante la técnica de atropamiento catiónico con alcohol polivinílico [9]. Para obtener el tamaño de partícula deseado se realizó un proceso de molienda, tanto manual como mecánica en morteros de ágata.

Los elementos superconductores en verde han sido obtenidos por compresión uniaxial en frío aplicando una carga de 600 MPa. A continuación, se coloca una semilla de $NdBa_2Cu_3O_7$ en la parte superior de la pastilla que actuará como plantilla cuando la temperatura en el proceso de texturación se encuentre por debajo de la temperatura peritéctica del YBCO (T_p = *1010ºC*). La reacción que conduciría la generación de un monocristal de YBCO es una reacción peritéctica, en la que la matriz se va solidificando a partir de un frente de solidificación rico en Ba y Cu ($BaCuO_2$ + CuO) y una fase policristalina sólida preexistente, Y-211.

Finalmente, las muestras han sido sometidas a un proceso de oxigenación en un horno horizontal con un flujo constante de O_2 de 0,4 l/min a una temperatura de 450ºC durante 240h [9].

2.2. Propiedades mecánicas

Los ensayos de nanoindentación, han sido realizados con un Nano Indenter® XP System (Agilent Technologies) utilizando un CSM (*continuous stiffness measurements, con un desplazamiento harmonico de 2 nm y una frecuencia de vibración de 45 Hz*). La velocidad de deformación durante el ensayo de indentación se ha mantenido constante con un valor de 0,05 s^{-1}.

Los ensayos de nanoindentación, fueron realizados en el plano cristalográfico (001) mediante un indentador esférico de diamante de 25 μm de diámetro y aplicando una carga máxima de 650 mN.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Posteriormente al ensayo de indentación, se han observado las diferentes huellas residuales mediante microscopia electrónica de barrido de alta resolución (*Field Emission Scaning Electron Microscope, FE-SEM*).

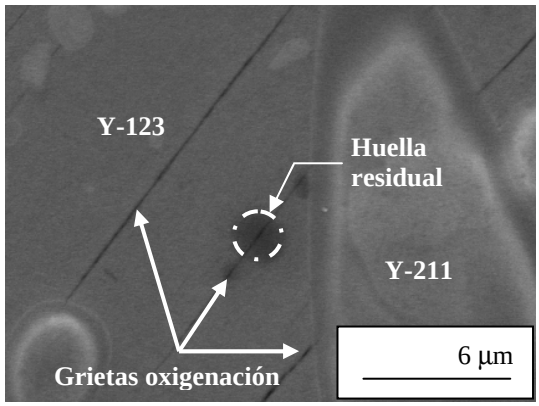


Figura 2. Micrografía de una huella residual de indentación esférica mediante FE-SEM.

En la figura 2, se muestra una micrografía FE-SEM de la huella residual donde se observa una distribución heterogénea de partículas de Y-211 en una matriz de Y-123. Así como que alrededor de la huella no existe ningún mecanismo de fractura, lo que puede atribuirse básicamente a: tensión aplicada se encuentra repartida en una mayor superficie de contacto, por lo que la profundidad de penetración es menor, y la energía necesaria para la generación de microgrietas alrededor de la huella residual se utiliza para poder cerrar las grietas de texturación/oxigenación. Este mismo fenómeno se ha podido observar en trabajos previos con este tipo de materiales [10] pero con técnicas de texturación diferentes.

Uno de los mayores problemas que presenta la utilización de esta técnica para la obtención de la curva σ–ε, es la correcta determinación del punto de contacto indentador-muestra, ya que el punto de contacto, depende de manera considerable de la rugosidad superficial, así como de las grietas producidas durante el proceso de texturación/oxigenación. Teóricamente, la representación gráfica de *S-a*, sigue la expresión de Sneddon ($S=2 \cdot E_{eff} \cdot a$) [11].

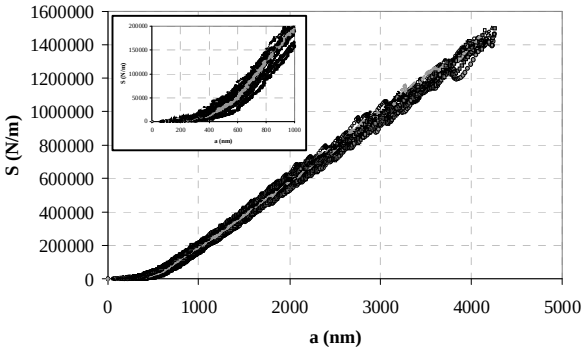
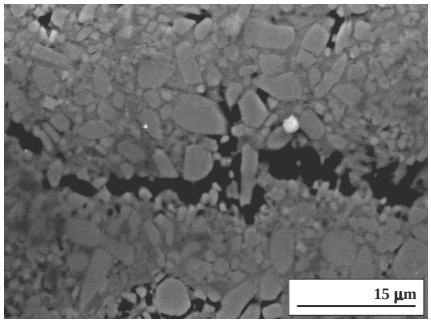


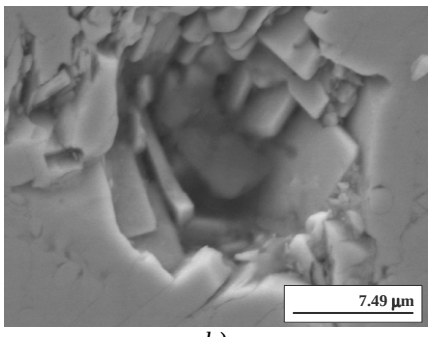
Figura 3. Representación gráfica de un mal contacto indentador-muestra (S-a).

Como se puede observar en la figura 3, la curva *S-a* presenta una doble tendencia; parabólica para valores de a < 500 nm y lineal para valores de a ≥ 500 nm así como una enorme dispersión de valores, debido a: macrogrietas/microgrietas producidas durante el proceso de solidificación y oxigenación de las muestras [12], distribución heterogénea de las partículas (Y-211) en la matriz (Y-123) [13], y un incremento de la porosidad debido al proceso de oxigenación [12].

En la figura 4, se muestran unas micrografías obtenidas mediante FE-SEM, de algunos defectos superficiales que presentan las muestras de YBCO texturadas mediante la técnica TSMG.



a)



b)

Figura 4. Micrografía FE- SEM de diferentes defectos superficiales presentes en el plano (001), a) macrogiretas de texturación y b) porosidad.

Las macrogrietas observadas mediante FE-SEM (figura 4.a) han sido producidas durante el proceso de solidificación del YBCO debido a una diferencia apreciable entre los coeficientes de expansión térmica entre las partículas (Y-211) y la matriz (Y-123) [14], así como una gran densidad de poros (figura 4b), los cuales han sido producidos durante el proceso de oxigenación de las muestras de estudio. Tanto la elevada densidad de microgrietas como de poros presentes en el plano cristalográfico (001) nos interfieren a la hora de obtener un buen punto de contacto indentador-muestra, por este motivo la representación de *S vs. a*, nos proporcionan una tendencia atípica durante los primeros nm de contacto indentador-muestra.

Para determinar de manera correcta el punto de contacto indentador-muestra, en la actualidad, existen diferentes métodos para poderlo determinar [8]. La figura 5, nos muestra una buena estimación del punto de contacto empleando el método de Barsoum et al. [8], el cual se basa en la linealización de *S vs. a* a partir de la relación de Sneddon.

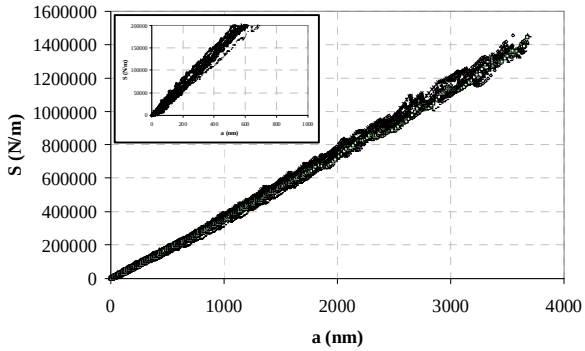


Figura 5. Representación gráfica de un buen contacto indentador-muestra (S-a).

Como se puede observar en la figura 5, la representación gráfica de la *S-a*, presenta una tendencia lineal, tal y como lo prevé la relación de Sneddon [11]. Realizando un ajuste lineal de las diferentes curvas representadas en la figura 5 y utilizando la relación de Sneddon, se puede encontrar el valor del *E* para este tipo de muestras. Cabe destacar que los valores calculados a partir de la relación de Sneddon concuerdan con los valores bibliográficos [10].

Una vez determinado el punto de contacto, se puede representar la curva σ–ε a partir de los valores experimentales (*S-a corregidos)* y de la ecuación 5, ver figura 6.

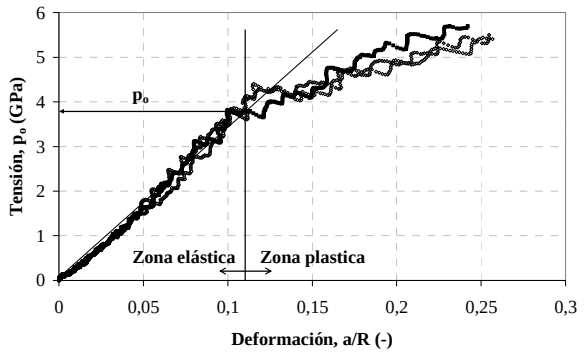


Figura 6. Curva σ–ε para materiales de YBCO texturados mediante la técnica TSMG.

La figura 6, nos presenta la curva σ–ε para el YBCO texturado mediante la técnica TSMG. En ella, se puede apreciar tres zonas claramente diferenciadas;

i) Inicialmente, a deformaciones (*a/R*) inferiores a 0,12; el material presenta un comportamiento lineal; encontrándonos en un régimen de deformación elástico.

ii) A una determinada deformación, se pierde esta linealidad. En este punto nos encontramos en una zona de transición, conocida como transición elasto-plástica. En este punto, la $p_o = 3{,}93 \pm 0{,}11$ *GPa.*

iii) Finalmente, para deformaciones superiores a *0,12*; nos encontramos en un régimen de deformación totalmente plástico.

La p_o, se ha podido extraer a partir de la zona de intersección entre el campo de deformación elástico y plástico de la curva σ–ε, figura 6.

La tabla 1, nos muestra los diferentes valores de σ_e, σ_t y τ_{max} obtenidos a partir de la p_o y empleando las ecuaciones 6, 7 y 8.

Tabla 1. Valores del σ_e, σ_t y τ_{max} para el YBCO obtenidos a partir de indentación esférica.

Parámetro	Valor (GPa)
σ_e	3,58 ± 0,10
σ_t	0,79 ± 0,02
τ_{max}	1,81 ± 0,05

Los valores que se presentan en la tabla 1, tienen un error asociado inferior al 3%.

El σ_e del YBCO para materiales texturados mediante la técnica TSMG concuerda con el valor reportado en la bibliografía para materiales de YBCO conformados con la técnica Bridgman [9]. Por consiguiente, el σ_e del YBCO no varía con el proceso de texturación.

Mediante microscopia electrónica de transmisión (TEM), se ha observado que el plano cristalográfico de estudio presenta una gran densidad de dislocacions, mayormente ubicadas entre las partículas de Y-211 y la matriz superconductora, Y-123 (*ver figura 7*).

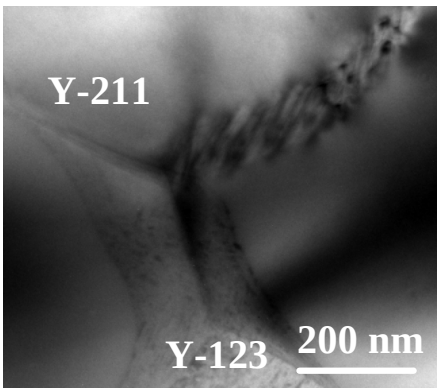


Figura 7. Micrografía TEM del plano cristalográfico (001).

Por consiguiente, se prevé que la transición elasto-plástica (*para valores de $p_o > 3{,}93 \pm 0{,}11$ GPa*) para este tipo de materiales será debido al movimiento de dislocaciones, el cual nos deformará plásticamente este tipo de materiales.

5. CONCLUSIONES

La indentación esférica permite realizar de manera precisa el estudio de las propiedades elásticas así como elasto-plásticas del material. El principal inconveniente que presenta esta técnica es la correcta determinación del punto de contacto indentador-muestra.

El módulo de Young para el material de estudio se ha determinado a partir de las curvas *P-h* y las ecuaciones Hertzianas, siendo éste de 120 ± 5,2 GPa.

La transición elasto-plástica para el material de estudio, se ha podido observar a partir de la representación gráfica de la curva tensión-deformación. En ella, se muestran claramente dos zonas; una zona inicial donde el campo de deformación producido es elástico cuando la tensión aplicada es inferior a la presión media de contacto, p_o (p_o = 3,93 ± 0,11 GPa). Por el contrario, cuando se supera la p_o, nos encontramos en un campo de deformación plástico y se puede observar huella residual después del proceso de indentación. El límite elástico del material (σ_e) y la presión media de contacto son directamente proporcionales tal y como nos muestra la ecuación 6. El valor del σ_e para el YBCO es de 3,58 ± 0,10 GPa. Mediante microscopía de transmisión, se ha observado que la transición elasto-plástica se debe mayormente a un movimiento de dislocaciones producido en el plano cristalográfico (001).

A partir del límite σ_e, se puede determinar de manera directa la τ_{max} y σ_t, siendo estos valores 1,81± 0,05 GPa y 790 ± 20 MPa, respectivamente.

Este trabajo muestra una metodología a seguir para poder determinar propiedades mecánicas en régimen elástico/elasto-plástico de cualquier tipo de materiales de manera correcta y fácil.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el presente trabajo a la Xarxa de Referència en Materials Avançats per a l'Energia (XaRMAE, Generalitat de Catalunya) por el soporte económico.

A Emilio Jiménez-Piqué (ETSEIB-UPC), por su ayuda a la hora de la realización de los ensayos y su posterior discusión de los resultados.

J. J. Roa quiere agradecer al "comissionat per la Universitat i la Investigació del Desenvolupament d'innovació Universitari i d'Empresa de la Generalitat de Catalunya i el Fons Social Europeu".

REFERENCIAS

[1] Isfort, D., Chaud, X., Tournier, R. and Kapelski, G., *Cracking and oxygenation of YBaCuO bulk superconductors: application to c-axis elements for current limitation*, Physica C, 390 (2003) pp. 341-355.

[2] Oliver, W. C. and Pharr, D. M., *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology*, Journal of Materials Research, 19 (1) (2004) pp. 3-20.

[3] Field, J. S. and Swain, M. V., *Determining the mechanical properties of small volumes of materials from submicrometer spherical indentations*, Journal of Materials Research, 10(1) (1995) pp. 101-112.

[4] Field, J. S. and Swain, M. V., *A simple predictive model for spherical indentation*, Journal of Material Research, 8(2) (1993) pp. 297-306.

[5] Pharr, G. M., *Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation*, Materials Science & Engineering, A : Structural Materials : Properties, Microstructure and Processing, A253 (1-2) (1998) pp. 151-159.

[7] Jiménez-Piqué, E., Gaillard, Y. and Anglada, M., *Instrumented indentation of layered ceramic materials*, key Enginnering Materials, 333 (2007), pp. 107-116.

[6] Fischer-Cripps, A. C., *The Hertzian contact surface*, Journal of Materials Science, 34 (1) (1999), pp. 129-137.

[8] Basu, S., Moseson, A., and Barsoum, M. W., *On the determination of spherical nanoindentation stress-strain curves*, Journal of Material Research, Vol. 21 (10) (2006) pp. 2628-2637.

[9] Serradilla, I. G., Calleja, A., Capdevila, X. G., Segarra, M., Mendoza, E., Teva, J., Granados, X. G., Obradors, X. and Espiell, F., *Synthesizing the Y-123/Y-211 composite by the PVA method*, Superconductor Science and Technology, 15 (2002) pp. 566-571.

[10] Roa, J. J., Jiménez-Piqué, E., Capdevila, X. G and Segarra, M., *Nanoindentation with spherical tips of single crystals of YBCO textured by Bridgman technique: determination of indentation stress-strain curves*, Journal Material Research, Submitted, 2009.

[11] Moseson, A. J., Basu, S., and Barsoum, M. W., *Determination of the effective zero point of contact for spherical nanoindentation*, Journal Material Research, Vol. 23 (1) (2008) pp 204-209.

[12] Roa, J. J., Capdevila, X. G. Y Segarra M., *Estudio de los mecanismos de fractura durante la oxigenación del YBCO*, Anales de Mecánica de la fractura, Vol. 1 (2008) pp. 55-60. I.S.S.N: 0213-3725.

[13] Roa, J. J., Capdevila, X. G., Martínez, M., Espiell, F. And Segarra, M., *Nanohardness and Young's modulus of YBCO samples textured by Bridgman technique*, Nanotechnology, 18 (2008) pp. 701-706.

[14] Sandiumenge, F., Piñol, S., Obradors, X., Snoeck, E. And Roucau, C., *Microstructure of directionally solidified high-critical-current $YBa_2Cu_3O_7$-Y_2BaCuO_5 composites*, Physical Review B, 50 (1994) pp. 7032-7045.

OBTENCIÓN MEDIANTE EL ENSAYO SMALL PUNCH DE LAS PROPIEDADES DE TRACCIÓN DE MATERIALES METÁLICOS

R. Lacalle, J. García, J.A. Álvarez, y F. Gutiérrez-Solana

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales
E.T.S de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria
Avenida de los Castros s/n 39005 Santander

E-mail: lacaller@unican.es

RESUMEN

El ensayo de tracción pasa por ser uno de los más empleados en el campo de la caracterización de materiales. Las propiedades de tracción -módulo de Young, límite elástico y tensión de rotura-, son algunos de los parámetros más característicos del comportamiento mecánico de los materiales y sin duda los más utilizados en diseño o evaluaciones de integridad estructural. Como consecuencia de la necesidad de caracterizar situaciones en las que no es posible mecanizar probetas convencionales para la realización de estos ensayos, en los últimos tiempos se han desarrollado técnicas alternativas basadas en el empleo de probetas miniatura.

En este trabajo se proponen tres metodologías para la obtención de los tres parámetros de tracción citados, a partir exclusivamente de ensayos Small Punch que se basan en el empleo de probetas de reducidas dimensiones. Para ello, se han revisado las formulaciones disponibles en la bibliografía, proponiendo nuevas expresiones que tratan de solventar algunas de las deficiencias de las actuales aproximaciones. Estas nuevas metodologías han sido validadas mediante el ensayo de cuatro materiales distintos: tres aceros que cubren un amplio rango de resistencias mecánicas y una aleación de aluminio.

PALABRAS CLAVE: Small Punch, propiedades de tracción, materiales metálicos

ABSTRACT

The tensile test is one of the most used tests in the field of materials characterisation. Tensile properties, -Young's Modulus, Yield Stress or Ultimate Tensile Strength-, are some of the most characteristic parameters of mechanical behaviour of materials, and without any doubt, the most used ones in design tasks or structural integrity assessments. As a consequence of the need of characterising situations in which is not possible to machine conventional tensile specimens, in last days alternative techniques based on the use of miniature samples have been developed.

In this paper three methodologies for the estimation of the three mentioned tensile parameters are proposed based on Small Punch tests which use small dimensions specimens. With this aim, the available formulations in literature have been reviewed, and then proposing new expressions avoiding some of the limitations of in-use approaches. These new methodologies have been validated by testing four different materials: three steels covering a wide range of mechanical strengths and an aluminium alloy.

KEYWORDS: Small Punch, tensile properties, metallic materials

1. INTRODUCCIÓN

Dentro del campo de la caracterización mecánica de materiales, el ensayo de tracción ocupa un lugar destacado, probablemente debido a la relación entre su simplicidad y la valía de la información que de él se obtiene. Así, parámetros como el límite elástico, tensión de rotura o módulo de elasticidad, directamente obtenidos de un ensayo de tracción, permiten definir casi por completo la capacidad resistente de un material y constituyen al mismo tiempo todos los datos sobre el material necesarios en un cálculo estructural clásico.

Las técnicas convencionales para la caracterización a tracción de los materiales [1], requieren por lo general de apreciables muestras de material para el mecanizado de probetas normalizadas sobre las que realizar los ensayos. En los últimos tiempos, sin embargo, la necesidad de caracterizar situaciones particulares como las distintas partes de uniones soldadas [2] o simplemente la imposibilidad para mecanizar probetas convencionales en algunos escenarios [3] ha conducido al desarrollo de técnicas alternativas para la

caracterización de las propiedades de tracción de materiales metálicos.

Una de estas técnicas, que por las reducidas dimensiones de las probetas que emplea y por su relativa simplicidad puede ser aplicada con éxito en la obtención de los parámetros de tracción de materiales metálicos, es el ensayo miniatura de punzonado o ensayo "Small Punch". De tal forma, han sido diversos los autores que han propuesto correlaciones entre los resultados del ensayo "Small Punch" y parámetros característicos del comportamiento a tracción de materiales metálicos como el módulo de Young [4,5] el límite elástico [6-9] o la tensión de rotura [5,10].

En este trabajo, tras revisar las metodologías existentes en la bibliografía para la obtención de estos tres parámetros a partir del ensayo "Small Punch", se proponen nuevas expresiones que solventan algunas de las deficiencias de las formulaciones disponibles en la literatura para la estimación de límite elástico, tensión de rotura y módulo de elasticidad. Las nuevas aproximaciones han sido validadas mediante el ensayo de cuatro materiales distintos: tres aceros que cubren un amplio rango de resistencias mecánicas y una aleación de aluminio.

2. EL ENSAYO "SMALL PUNCH"

El ensayo "Small Punch" consiste básicamente en punzonar una probeta plana de pequeñas dimensiones, deformándola hasta rotura. La figura 1 muestra un esquema del útil empleado en este trabajo, donde se indican sus dimensiones características en mm. Por otro lado, las probetas empleadas presentaron una sección cuadrada de 10x10 mm y un espesor de 0.5 ± 0.01 mm.

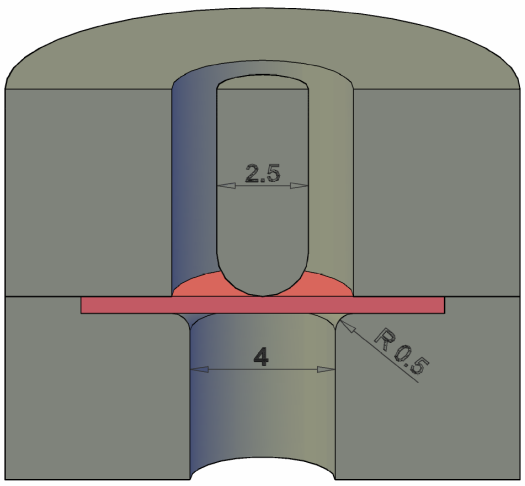


Figura 1. Esquema del dispositivo empleado

Durante el ensayo, se registra de forma continua la carga frente al desplazamiento experimentado por el punzón, dando como resultado una curva con el aspecto que refleja la figura 2.

En la curva de la figura 2, es fácil observar distintas regiones que se corresponden con otros tantos comportamientos de la probeta durante el ensayo:

Etapa I: El inicio de la curva responde a la suma de dos comportamientos superpuestos, la indentación sufrida por la probeta en su contacto con el punzón de cabeza esférica más el comportamiento elástico como placa de la probeta, que queda enmascarado por el primero (Figura 3).

Etapa II: El primer cambio en la convexidad de la curva (figura 3) viene necesariamente motivado por el inicio de la plastificación de la probeta, que marca el comienzo de esta segunda zona de plastificación generalizada de la probeta.

Etapa III: Tras el segundo cambio en la convexidad de la curva, las deformaciones en la probeta se localizan mayoritariamente en torno a un anillo en lo que podría considerarse en cierto modo el equivalente a la estricción en un ensayo uniaxial.

Etapa IV: El nuevo cambio en la tendencia de la curva indica el comienzo de la inestabilidad y la aparición de grietas que conducirán a la rotura final de la probeta.

Etapa V: Finalmente, los defectos comienzan a crecer provocándose el colapso final de la probeta una vez sobrepasada la carga máxima en el ensayo.

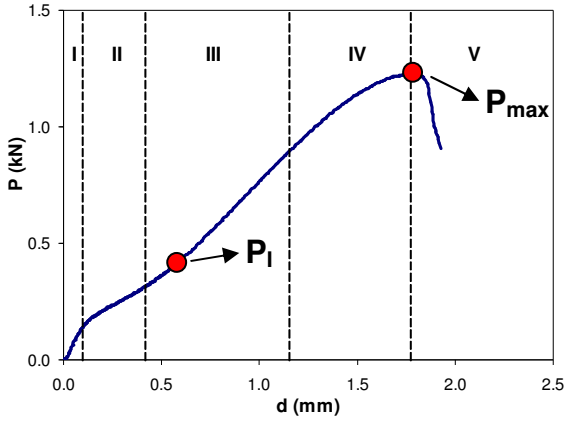


Figura 2. Curva obtenida en ensayo "Small Punch"

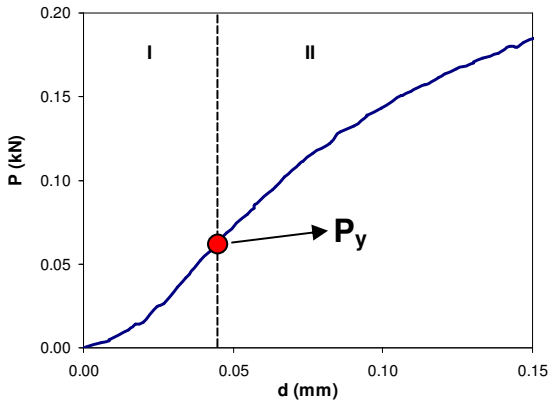


Figura 3. Región inicial de la curva

3. MATERIALES

En este trabajo han sido empleados cuatro materiales: un acero ordinario de construcción naval Grade A, dos aceros estructurales S460N y E690, además de una aleación Al-Cu-Mg. La tabla 1 resume los valores de composición química de los cuatro metales empleados. Por su parte, en la figura 4 se muestran las curvas de tracción, obtenidas por métodos convencionales [1] de cada uno estos materiales, apareciendo resumidos en la tabla 2 los parámetros característicos estimados tras estos ensayos. Las curvas de la figura 4 y por tanto también los valores de la tabla 2, corresponden a ensayos realizados con probetas mecanizadas sobre la orientación L, si bien se han realizado en todos los casos ensayos sobre la orientación T no observándose diferencias significativas de comportamiento.

Tabla 1. Composiciones químicas

	Grade A	S460N	E690	Al-Cu-Mg
C	0.13	0.18	0.135	-
Si	0.24	0.41	0.241	0.20
Mn	0.66	1.54	1.1	-
Ni	<0.02	0.47	1.518	0.97
Cr	<0.02	-	0.496	-
Mo	<0.005	-	0.465	-
Cu	<0.02	-	0.18	2.44
Sn	-	-	0.009	-
Al	0.006	0.071	0.078	93.5
V	<0.005	0.143	<0.003	
Ti	<0.005	-	0.003	0.03
Mg	-	-	-	1.53
Zn	-	-	-	0.1
B	-		0.0026	-
Fe	Balance	Balance	Balance	0.99

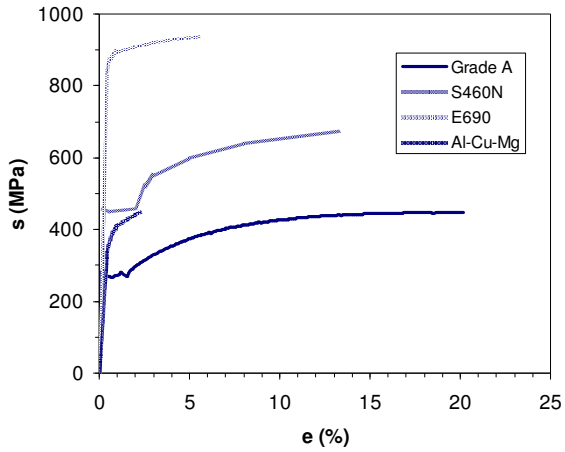


Figura 4. Curvas de tracción

Tabla 2. Parámetros característicos de tracción

	Grade A	S460N	E690	Al-Cu-Mg
s_y (MPa)	288	460	840	350
s_u (MPa)	450	675	940	425
E (GPa)	210	190	200	76

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Con el objetivo de desarrollar las metodologías para la obtención del módulo de Young, límite elástico y tensión de rotura de materiales metálicos, se realizaron cuatro ensayos "Small Punch" por cada uno de los materiales descritos en el apartado 3, empleándose una probeta para la determinación del módulo de Young (apartado 5) y las tres restantes para la estimación del límite elástico (apartado 6) y de la tensión de rotura (apartado 7). Todas las probetas fueron mecanizadas según la disposición LT [11]. La figura 5 muestra conjuntamente, a modo de comparación, una curva "Small Punch" de cada uno de los materiales considerados.

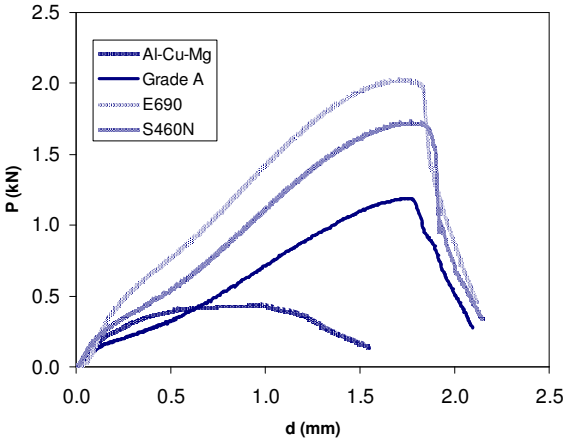


Figura 5. Curvas "Small Punch"

5. MÓDULO DE YOUNG (E)

La mayoría de los intentos [4,5] para relacionar alguna de las variables de los ensayos Small Punch con el valor del módulo de Young se basan en el establecimiento de una correlación entre la pendiente del tramo elástico de la curva Small Punch, *k*, y el valor del módulo de elasticidad, E, según la forma de la ecuación (1), donde A es un coeficiente empírico dimensional.

$$E = A \cdot k. \qquad (1)$$

Sin embargo, no existe un valor único de pendiente en el tramo inicial, hecho fundamentalmente motivado por la superposición del comportamiento elástico como placa de la probeta y de las componentes plástica y elástica de la indentación del punzón sobre la probeta. Por ello, en este trabajo se propone una nueva metodología basada en la realización de descargas elásticas en el primer tramo de la curva con lo que evitar el efecto de la indentación plástica, correlacionando entonces la pendiente de descarga con el módulo de Young. La figura 6 muestra el primer tramo de la curva obtenida en uno de estos ensayos, donde se observan las mencionadas descargas elásticas. De esta manera, la nueva formulación para la estimación del módulo de Young a partir de ensayos Small Punch, para las condiciones de ensayo de este trabajo, viene definida

por la expresión (2), donde k' es la pendiente de las descargas que debe expresarse en N/mm para obtener E en MPa.

$$E = 36 \cdot k'. \qquad (2)$$

En la figura 7 se representan los valores obtenidos mediante ensayos convencionales junto con los estimados según la aproximación propuesta, verificándose su buen comportamiento.

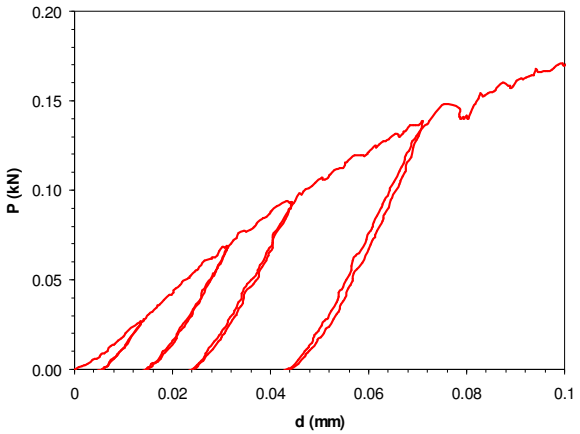


Figura 6. Cargas y descargas elásticas durante ensayo Small Punch

6. LÍMITE ELÁSTICO (s_y)

La bibliografía general sobre el ensayo Small Punch [6-9], admite que entre P_y (definida como la carga que marca el inicio de la plastificación en el ensayo "Small Punch"), y s_y existe una relación del tipo (3).

$$s_y = \alpha \frac{P_y}{t^2} \qquad (3)$$

En (3), α es un coeficiente empírico adimensional y t es el espesor de la probeta.

En [8] se propone una formulación basada en la teoría de placas para el cálculo del límite elástico del material reproducida en la expresión (4) y que conserva la esencia de la ecuación (3).

$$s_y = \frac{3 \cdot P_y (1+\nu)}{2\pi t^2} . \ln \frac{a}{r'} \qquad (4)$$

En (4) ν es el coeficiente de Poisson, a es el radio de la matriz inferior del utillaje y r' es el radio de contacto entre bola y probeta.

La principal limitación de estas formulaciones reside en la arbitrariedad para determinar la carga P_y. Algunos autores proponen su cálculo como la intersección entre la curva de ensayo y una paralela al tramo elástico inicial de la curva desplazada un determinado valor [6,8,12]. Sin embargo, debido a la indentación sufrida por la probeta (figura 3), especialmente acusada en la primera región de la curva, no se puede hablar de un tramo de pendiente constante. No obstante, en esta primera región se ha observado la existencia de un punto de inflexión, ligado necesariamente, y como se ha comentado, al inicio de la plastificación en la probeta. De este modo, si se define P_y como la carga correspondiente a ese punto de inflexión, es posible obtener una expresión (5), que basada en (3) y (4), relaciona el valor de P_y con el valor del límite elástico del material.

$$s_y = 1.16 \frac{P_y (1+\nu)}{t^2} \qquad (5)$$

Sustituyendo en (5) el valor del espesor normalizado de 0.5 mm empleado, se obtiene la ecuación (6), en la que si P_y se expresa en N, s_y es obtenido en MPa.

$$s_y = 4.64 \cdot P_y (1+\nu) \qquad (6)$$

La adecuación de la aproximación propuesta queda de manifiesto en la figura 8, donde se representa el valor estimado mediante el procedimiento propuesto (calculado como la media entre las medidas de las tres probetas empleadas) frente al valor real del límite elástico de cada uno de los cuatro materiales analizados.

7. TENSIÓN DE ROTURA (s_u)

Algunos autores [5,10] proponen expresiones del tipo (7) para correlacionar la carga máxima del ensayo SP con la tensión de rotura del material.

$$s_u = \alpha \frac{P_{max}}{t} \qquad (7)$$

En (7), P_{max} es la carga máxima registrada durante el ensayo y α es un coeficiente empírico dimensional. Aplicando la relación (7) a los materiales de este trabajo y realizando el mejor ajuste para la determinación del parámetro α, se obtiene el resultado mostrado en la figura 9. Como se observa, la predicción no ofrece resultados excesivamente satisfactorios.

Teniendo en cuenta la normalización de la curva de ensayo planteada en [11], se propone la expresión (8) para la determinación de la tensión de rotura a partir de la carga máxima del ensayo Small Punch y de la carga P_I, correspondiente al punto de inflexión que marca la frontera entre los regímenes de plastificación generalizada y plastificación localizada (figura 2).

$$s_u = \alpha \frac{P_I}{t^2} + \beta \cdot \frac{P_{max} - P_I}{t} \qquad (8)$$

Nuevamente sustituyendo el valor de t por el espesor normalizado de 0.5 mm y con el mejor ajuste de los

parámetros α y β, se llega a la fórmula (9), donde P_I y P_{max} deben ser expresados en N para que s_u sea obtenido en MPa.

$$s_u = 0.92 \cdot P_I + 0.18 \cdot (P_{max} - P_I) \quad (9)$$

La figura 10 muestra las predicciones de (9) junto con los valores reales de la tensión de rotura de los materiales analizados, comprobándose la mejora experimentada con esta nueva alternativa planteada.

8. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La tabla 3 muestra conjuntamente los resultados de los ensayos de tracción convencionales junto con los valores de módulo de Young, límite elástico y tensión de rotura estimados a partir de ensayos Small Punch, empleando las metodologías desarrolladas. Queda patente, comparando estos valores, el buen comportamiento de las metodologías propuestas.

9. CONCLUSIONES

En este trabajo han sido propuestas tres metodologías para la estimación del módulo de Young, límite elástico y tensión de rotura de materiales metálicos a partir de ensayos Small Punch. Estas metodologías, que tratan de mejorar y simplificar algunas de las formulaciones disponibles en la literatura, han sido validadas mediante el ensayo de tres aceros distintos y una aleación de aluminio, obteniéndose resultados razonablemente satisfactorios. Resulta de interés remarcar además el pequeño número de ensayos necesarios para la consecución de una caracterización fiable, lo que, unido a las reducidas dimensiones de las probetas empleadas, hace de este ensayo un candidato competitivo para la determinación de las propiedades de tracción en situaciones con escasa disponibilidad de material.

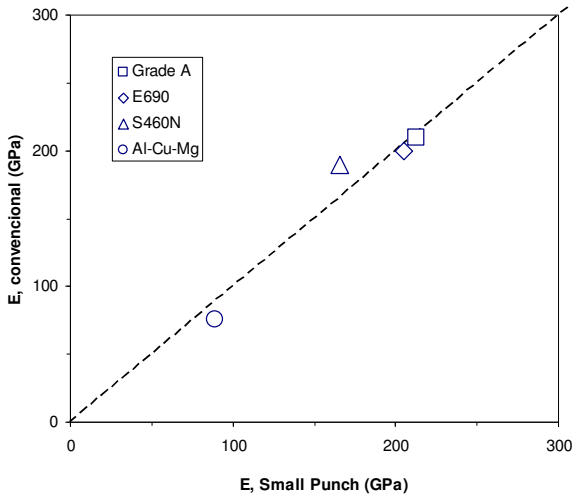


Figura 7. Módulo de Young, E

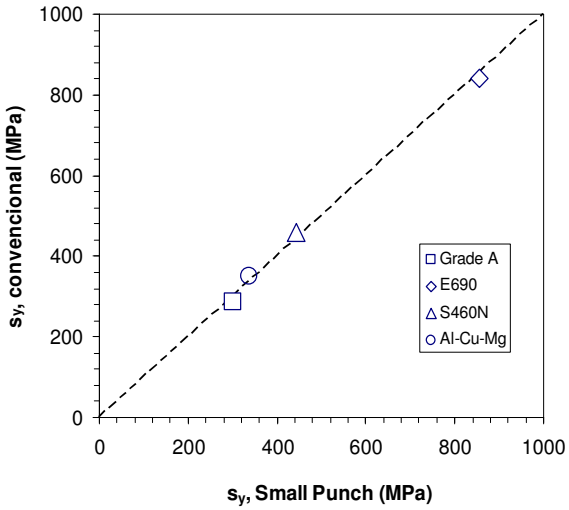


Figura 8. Límite elástico, s_y

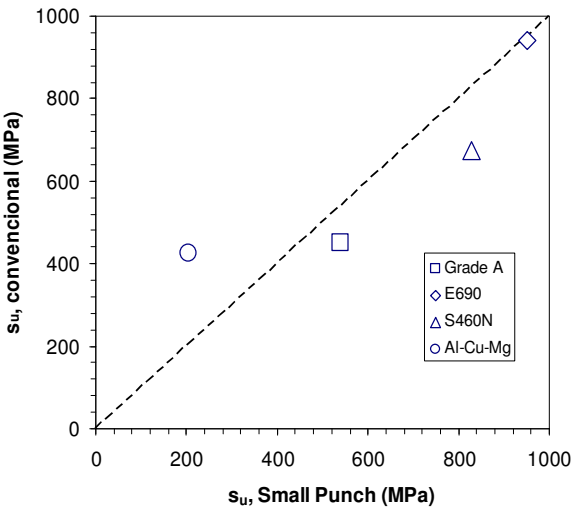


Figura 9. Tensión de rotura, s_u (literatura)

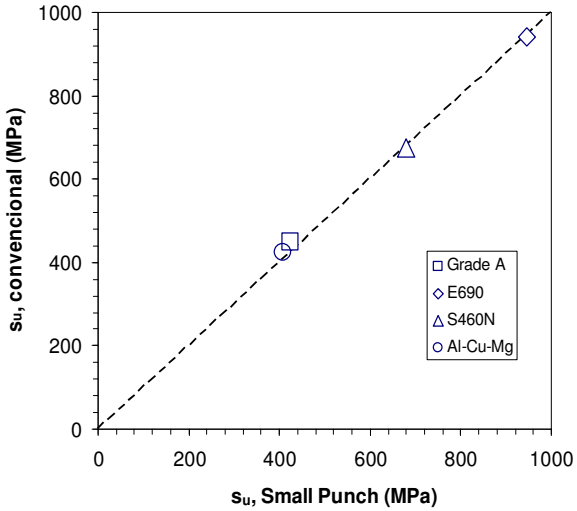


Figura 10. Tensión de rotura, s_u (alternativa propuesta)

Tabla 3. Comparación de resultados de Ensayos Convencionales vs. Ensayos Small Punch

	s_y (MPa)		s_u (MPa)		E (GPa)	
	Convencional	Small Punch	Convencional	Small Punch	Convencional	Small Punch
Grade A	288	301	450	425	210	212
E690	840	856	940	945	190	165
S460N	460	443	675	679	200	206
Al-Cu-Mg	350	337	425	408	76	88

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo quieren agradecer al MCT la financiación al proyecto MAT-2004-06992-C02-02: "Estudio y validación del ensayo Small Punch para la obtención de las propiedades de fractura de materiales metálicos", de cuyos resultados se deriva este artículo.

REFERENCIAS

[1] ASTM E8-00, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials", Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01, 2000.

[2] J.W. Kim, K. Lee, J.S. Kim, T.S. Byun, "Local mechanical properties of Alloy 82/182 dissimilar weld joint between SA508 Gr.1a and F316 SS at RT and 320ºC", Journal of Nuclear Materials, Vol. 384, 2009, pp. 212-221.

[3] N.F. Panayotou, R.J. Puigh, E.K. Opperman, "Miniature Specimen Tensile Data for High Energy Neutron Source Experiment", Journal of Nuclear Materials, Vol. 103 & 104, 1981, pp. 1523-1526.

[4] T.R. Malow, C.C. Koch, "Mechanical Properties in Tension of Mechanically Attried Nanocrystalline Iron by the Use of the Miniaturized Disk Bend Test", Acta Materalia, 46, 1998, pp.6459-6473.

[5] M.A. Contreras, "Validación del Ensayo Miniatura de Punzonado para el Estudio de Propiedades Mecánicas de Materiales", Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, 2007.

[6] X. Mao, H. Takahashi, "Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk (ø 3 mm) small punch tests" Journal of Nuclear Materials 150 (1987) pp. 42-52.

[7] V. Vorlivek, L.F. Exworthy, P.E. Flewitt, "Evaluation of a miniaturized disc test for establishing the mechanical properties of low-alloy ferritic steels", Journal of Material Science 30 (1995), pp. 2936-2943.

[8] M. Eskner, R. Sandström, "Mechanical property using the small punch test", Journal of Testing and Evaluation, vol 32, Nº 4, January 1995, pp. 282-289.

[9] D. Finarelli, M.Roedig, F.Carsughi, "Small Punch Test on Austenitic and Martensitic Steels Irradiated in a Spallation Environment with 530 MeV Protons" Journal of Nuclear Materials, 328, 2004, pp. 146-150.

[10] K. Milicka, F.Dobes, "Small Punch Testing of P91 Steel", Pressure Vessels and Piping, 83, 2006, pp. 625-634.

[11] R. Lacalle, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana, "Analisys of Key Factors for the Interpretation of Small Punch Test Results", Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 31, 2008, pp. 841-849.

[12]J. Autillo, M.A. Contreras, C. Betegón, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, "Utilización del Ensayo Miniatura de Punzonamiento (Small Punch Test) en la Caracterización Mecánica de Aceros", Anales de Mecánica de la Fractura Nº 23 (2006), pp.77-83.

CRACK VELOCITIES IN HIGH-STRENGTH CONCRETE AT A WIDE RANGE OF LOADING RATES

XiaoXin Zhang[1,2], Gonzalo Ruiz[1], Rena C. Yu[1], Manuel Tarifa[1], Miguel Camara[1]

[1] E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real, Spain
E-mail: zhangxiaoxinhrb@gmail.com

[2] Harbin Engineering University, Harbin 150001, China.

RESUMEN

Este artículo presenta unos resultados muy recientes de un programa experimental dirigido a revelar el efecto de la velocidad de solicitación (velocidad de desplazamiento) en la velocidad de propagación de la fisura en hormigón de alta resistencia. Se han realizado diez y ocho ensayos de flexión en tres puntos, utilizando una máquina servo-hidráulica y un dispositivo de impacto tipo torre de caída de diseño propio. Se usaron cuatro bandas extensométricas, montadas a lo largo del ligamento de la probeta, para medir la velocidad de propagación de la fisura a seis velocidades de solicitación, desde 10^{-4} mm/s a 10^{3} mm/s, denominadas como baja velocidad de solicitación (5.50×10^{-4} mm/s, 5.50×10^{-1} mm/s and 1.74×10^{1} mm/s), y altas velocidades de solicitación (8.81×10^{2} mm/s, 1.76×10^{3} mm/s and 2.64×10^{3} mm/s). De los resultados experimentales se observa que, a bajas velocidades de solicitación, la fisura principal comienza a propagarse de forma estable para terminar propagándose de forma inestable, resultando mucho más alta la velocidad de propagación inestable que la estable. El punto de inflexión se corresponde con el momento en el que la carga aplicada en la probeta alcanza el pico máximo. Sin embargo, a altas velocidades de solicitación, la fisura se propaga de forma inestable, con lo que no se produce punto de inflexión durante el proceso de carga. Además, dentro del rango de bajas velocidades de solicitación, la velocidad de propagación de la fisura aumenta con incrementos en la velocidad de solicitación, mientras que este aumento es muy suave a altas velocidades de solicitación.

ABSTRACT

The paper presents very recent results of an experimental program aimed at disclosing the loading rate (displacement rate) effect on the crack velocity of high-strength concrete (HSC). Eighteen three-point bending tests have been conducted using both a servo-hydraulic machine and a self-designed drop-weight impact device. Four strain gauges mounted along the ligament of the specimen were used to measure the crack velocity at six different loading rates, from 10^{-4} mm/s to 10^{3} mm/s, namely, low loading rates (5.50×10^{-4} mm/s, 5.50×10^{-1} mm/s and 1.74×10^{1} mm/s) and high loading rates (8.81×10^{2} mm/s, 1.76×10^{3} mm/s and 2.64×10^{3} mm/s). From the experimental results, it is clear that the main crack propagates from stable to unstable states under low loading rates, the crack velocity in an unstable way is much greater than that in a stable way. The turning point corresponds to the state when the load applied on the specimen reaching the peak. However, under high loading rates, the crack propagates in an unstable way, i.e. it does not have a turning point during the loading process. Moreover, under low loading rates, the crack velocity increases with an increase in loading rates, the loading rate effect is pronounced, whereas loading rate effect on the crack velocity is slight under high loading rates.

Key words: Crack velocity, high-strength concrete, loading rates.

1. INTRODUCTION

Under both static and dynamic loading conditions, crack propagation in concrete is a continuous process, occurs relatively slowly [1], unlike fracture in metals and polymers. Yon et al. [2,3] have verified the existence of low crack velocities in concrete by using a displacement-controlled dynamic fracture test system, the strain rate of the crack tip is as high as 0.24 s^{-1}, the average crack velocity reached 152 m/s. Mindess [4] has measured crack velocity in plain concrete under impact loading by using a high-speed video camera (1000 frames per second). The results show that the crack velocities were all in excess of 254 m/s for the plain concrete under impact loading conditions, impact velocities were from 2.99 m/s to 4.72 m/s, here, 254 m/s

was the limit of measurement for these tests. Nevertheless, relatively little is know about the physical process of crack development during dynamic loading.

The present work, three-point bending tests of a HSC were performed at a wide rang of loading rates, from 10^{-4} mm/s to 10^{3} mm/s. Two testing devices were adopted, one was a hydraulic serve-controlled testing machine, and the other was a self-designed drop-weight impact device. Four strain gauges attached on the specimen in sequence were used to measure the crack velocity during the loading. Thus, the loading rate effect on the crack velocity in the HSC was determined. Namely, the loading rate effect is remarkable under low loading rates, whereas it is slight under high loading rates.

The paper is structured as follows: the experimental procedure is given in section 2, in section 3 the results are presented and discussed. Finally, in section 4 some conclusions are drawn.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1 Material characterization

A single high strength concrete was used throughout the experiments, made with a Porphyry aggregate of 12 mm maximum size and ASTM type III cement, I42.5L/SR. Microsilica fume slurry and super plasticizer (Glenium ACE 325, B255) were used in the concrete composition. The mixing proportions by weight were 1:0.336:3.52:1.62:0.3:0.043 (cement: water: coarse aggregate: sand: microsilica fume slurry: super plasticizer).

There was a strict control of the specimen-making process, to minimize scattering in test results. All of the specimens were cast in steel molds, vibrated by a vibrating table, wrap-cured for 24 hours, demolded, and stored for 4 weeks in a moist chamber at 20℃ and 98% relative humidity until they were tested.

Table 1 Mechanical properties of the HSC

	f_c (MPa)	f_t (MPa)	E_c (GPa)
1	102.8	4.6	30.1
2	74.8	4.8	23.3
3	104.4	5.8	32.3
4	101.0	5.9	30.5
Mean	96	5.3	29
Std. Dev	14	0.7	4

Compressive tests were conducted according to ASTM C39 and C469 on 75 mm×150 mm (diameter × height) cylinders. Brazilian tests were also carried out using cylinders of the same dimensions and following the procedures recommended by ASTM C496. We made 8 cylinders, 4 for compression tests and 4 for splitting tests. Table 1 shows the characteristic mechanical parameters of the concrete as determined in the various characterization and control tests. And the mass density of the material is 2368 kg/m^3.

2.2 Three-point bending fracture tests

In order to study the loading rate effect on the crack velocity of the HSC, three-point bending tests on notched beams were conducted over a wide loading rate range, from 10^{-4} mm/s to 10^{3} mm/s. Two testing machines were adopted to carry out tests, one was a hydraulic servo-controlled testing machine, and the other was a self-designed drop-weight impact instrument.

The dimensions of the test beams were 100×100 mm^2 (B×D) in cross section, and 400 mm (L) in total length. The initial notch-depth ratio (a/D) was approximately 0.5, and the span (S) was fixed at 300 mm during the tests, as shown in Fig. 1.

Each specimen was removed form the moist room one day before the test and it was restored in the chamber again after bonding the strain gauges. The surface of the specimen was polished and all four strain gauges (SG01-SG02) were bonded to that surface, the distance between two gauge neighbours was 10 mm. Since a running crack in concrete is often deflected by any aggregate in its path, the four strain gauges (Model: LY 11-6/120A, 6 mm in length and 2.8 mm in width) were bonded 10 mm offset the centerline of the beam, as shown in Fig. 1. Those strain gauges provided not only the strain history on the bonded positions but also the time which the crack tip of the fracture process zone (FPZ) passed the strain gauges.

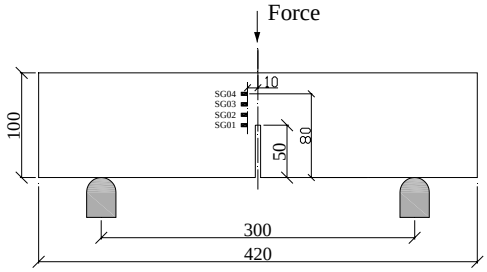


Fig. 1. Schematic diagram of specimen and strain gauges

2.2.1 Tests under loading rates from 10^{-4} mm/s to 10^{1} mm/s

In this low loading rate range, the tests were performed using the hydraulic serve-controlled testing machine. The tests were conducted in position-control. Three loading rates were applied during the test from quasi-static level (5.50×10^{-4} mm/s) to rate dependent levels

(5.50×10^{-1} mm/s and 1.74×10^{1} mm/s). Three specimens were tested at each loading rate.

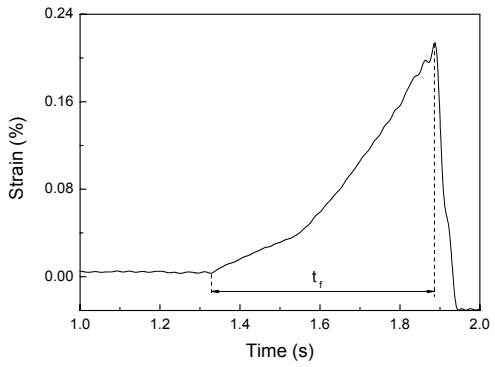


Fig. 2. Typical strain history of SG01 at loading rate

A HBM MGCplus (stain amplifier and oscilloscope are integrated) data acquisition system was used to acquire the dada from strain gauges, the sample rate was set 2.4 KHz.

2.2.2 Tests under loading rates from 10^2 mm/s to 10^3 mm/s

In this high loading rates range, all impact tests were conducted using the instrumented, drop-weight impact apparatus designed and constructed in the Laboratory of Materials and Structures of Universidad de Castilla–La Mancha. It has the capacity of dropping 316 kg mass from heights of up to 2.6 m, and can accommodate flexural specimens with spans up to about 1.6 m. In this study, an impact hammer weighing 120.6 kg was used and three drop heights were adopted, 40, 160 and 360 mm, respectively. The corresponding impact velocities were 8.81×10^2 mm/s, 1.7×610^3 mm/s and 2.64×10^3 mm/s, respectively. Three specimens were tested at each impact velocity.

A detailed description of the instrument is given in reference [5]. The impact force between the hammer tup and the specimen is measured by a piezoelectric force sensor. Moreover, the reaction force between the support and the specimen is determined by another two force sensors.

A strain amplifier DEWETRON-30-8 and two oscilloscopes TDS3014B were used to acquire the data from strain gauges, the sample rate was set 250 KHz.

2.2.3 Crack velocities

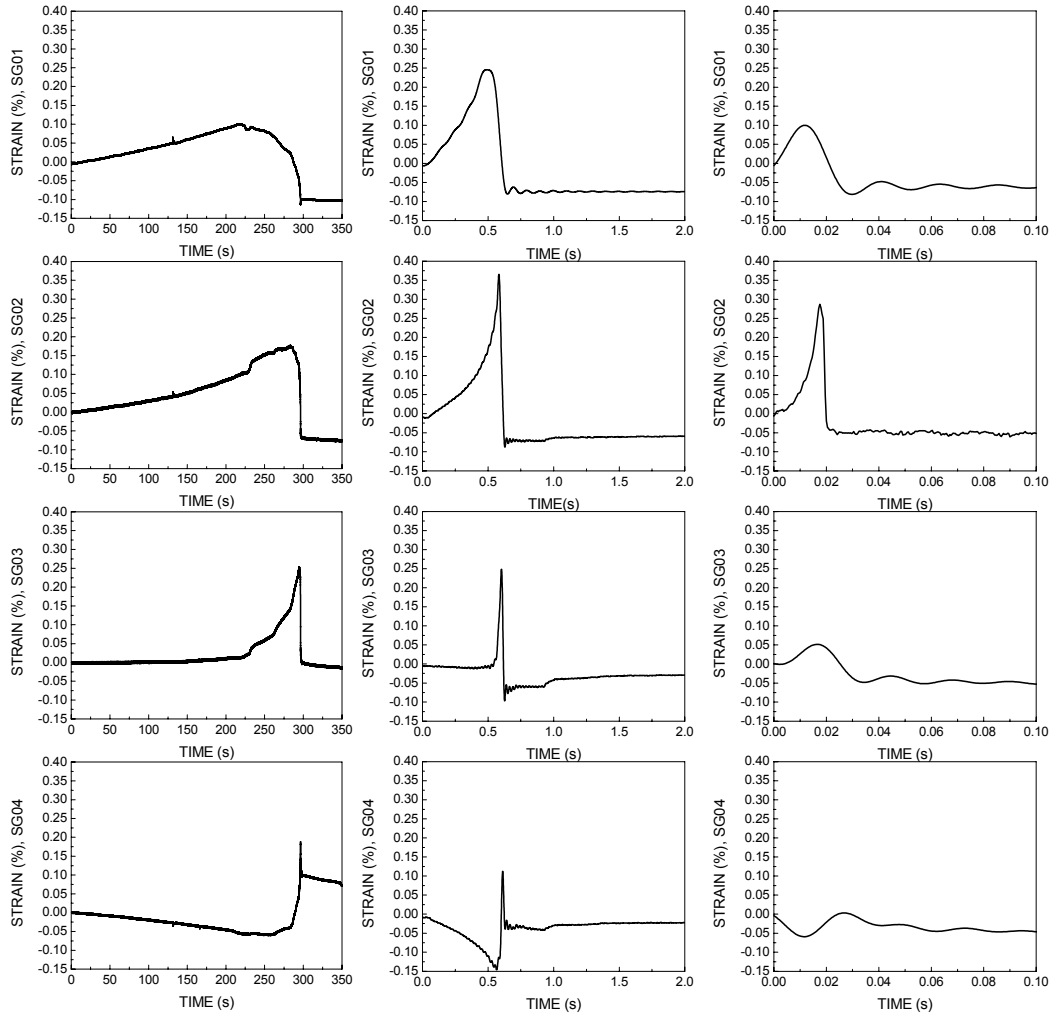
The onset time of crack initiation was measured by the strain gauge SG01 as shown in Fig. 1. when the fracture initiates, the unloading stress wave is generated and travels to the strain gauge, the sudden decrease of strain as a function of time corresponds to the crack initiation time, as shown in Fig. 2. The time interval (t_f) corresponds to the crack initiation time. Here, time of the unloading stress wave propagating from the crack tip to the SG01 is not taken into account due to the stress wave velocity is much greater than the crack propagation velocity [2]. Average crack velocity between two strain gauge neighbours can be determined by the time interval of corresponding peak signals recorded by strain gauges.

3 RESULTS AND DISCUSSION

Fig.3 shows the typical strain histories for gauges, SG01, SG02, SG03 and SG04 at low loading rates, namely, the tests were performed using the servo-hydraulic machine. Fig. 4 displays the typical strain histories for gauges as well at high loading rates, i.e., the tests were conducted using the self-designed drop-weight impact machine.

It is clear, the strain peaks decrease with increases in loading rates, moreover, the strain peaks under high loading rates are much less than that under low loading rates. For instance, at loading rate 5.50×10^{-4} mm/s and 8.81×10^2 mm/s, the strain peak for SG01 is 0.1% and 0.005%, respectively, the latter is only 5% of the former. This reflects the behaviour change from a domination by aggregate crack-bridging force for the fully developed FPZ at low loading rates to a mechanism involving only a partially developed at high loading rates. i.e., the FPZ does not have enough time to fully develop at impact loading conditions compared with that at quasi-static loading conditions.

Furthermore, the signals of SG04 at each loading rate are negative initially, and then go to positive. This describes the process of crack propagation during the loading, at initial loading state, the position of the SG04 attached is in compressive zone, whereas it is in tensile zone when the crack passes this position.



(a) (b) (c)

Fig. 3 Strain history at low loading rates (a) 5.50×10^{-4} mm/s (b) 5.50×10^{-1} mm/s (c) 1.74×10^{1} mm/s

Table 2 provides the typical experimental results at different loading rates. Under impact loading conditions, peak loads were measured by the piezoelectric force sensor between the hammer and the specimen. The table shows the peak load increases with increases in loading rates, under low loading rates, the rate effect is slight, while it is pronounced under high loading rates.

It is obvious that the main crack has formed and propagated before the load applied on the specimen reaching the peak at all loading rates. This is consistent with the knowledge normally accepted. For instance, in compression, for stresses up to about 30% of the ultimate, little additional microcracking is observed. Bond microcracking begins to increase at stresses above 30 to 40% of the compressive strength. At above 70% of the compressive strength, cracks begin to form through the mortar constituent of the concrete, bridging bond cracks on individual aggregate particles [6].

Table 2 Typical experimental results at a wide range of loading rates

		Loading rates (mm/s)					
		5.50×10^{-4}	5.50×10^{-1}	1.74×10^{1}	8.81×10^{2}	1.76×10^{3}	2.64×10^{3}
Peak load (kN)		4.4	5.9	6.3	30.3	63.4	109.9
Time to peak load (s)		494	0.53	0.021	0.0002	0.000172	0.00012
Time of crack initiation (s)		432	0.49	0.016	0.000168	0.000128	0.000108
Crack velocity (m/s)	SGO1-SGO2	1.6×10^{-4}	0.11	6.0	357	357	417
	SGO2-SGO3	8.3×10^{-4}	0.52	6.0	250	277	417
	SGO3-SGO4	6.0×10^{-3}	1.09	24.0	208	357	357
	Average	-	-	-	272	330	397

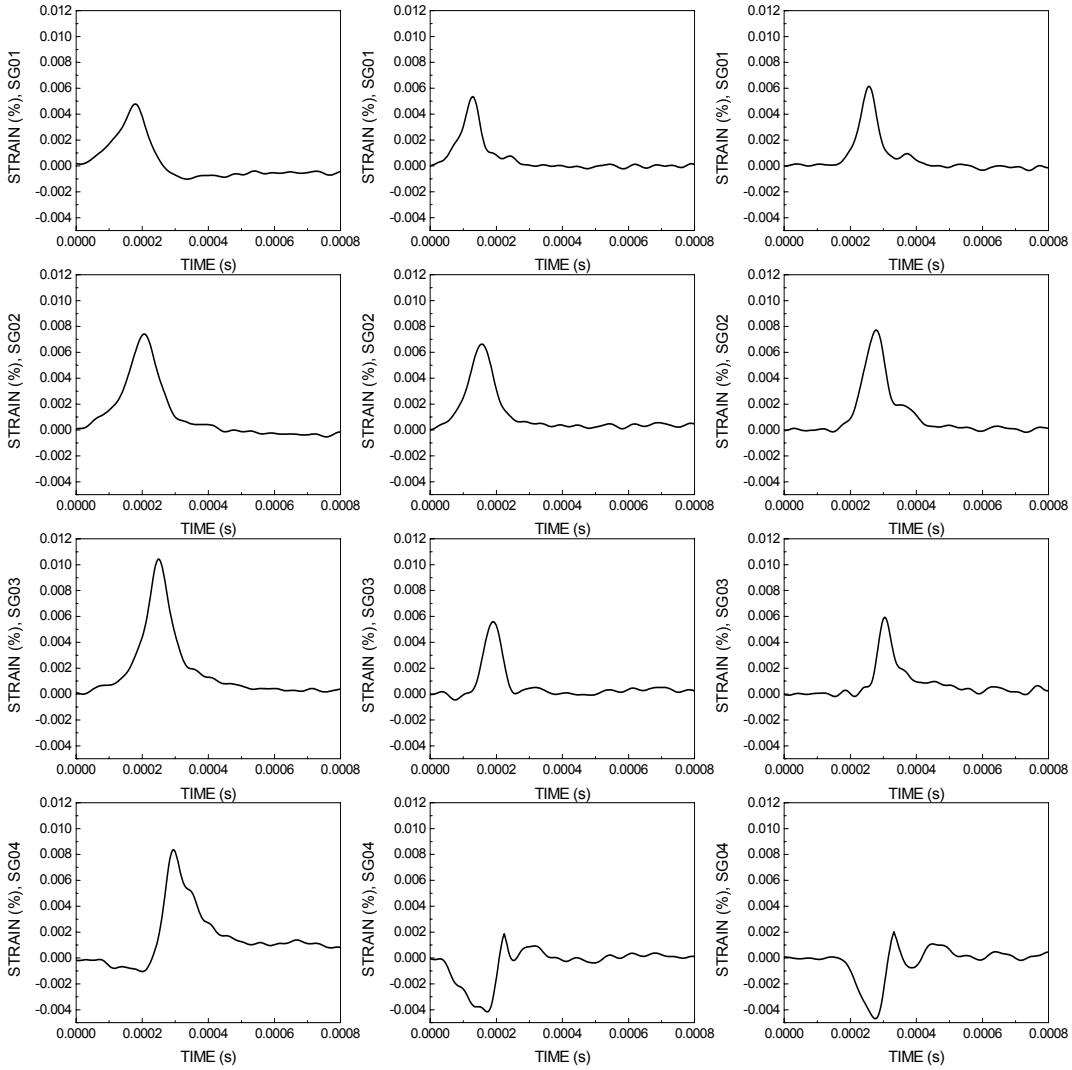


Fig. 4 Strain history at high loading rates (a) 8.81×10^{2} mm/s (b) 1.76×10^{3} mm/s (c) 2.64×10^{3} mm/s

In regard to crack velocities, it is quite relevant with the loading rates. Under low loading rates, the main crack propagates from stable to unstable states, and the crack velocity in an unstable way is much greater than that in a stable way. For example, at loading rate 5.50×10^{-4} mm/s, the crack velocity in stable way is 0.11 m/s, while it is 0.52 m/s and 1.09 m/s in an unstable way, the turning point of both states correspond to the time when the load applied on the specimen reaching the peak. Crack velocity is not consistent in post-peak stage, it could be due to the distribution of aggregates is not uniform. In this loading rate range, crack velocity in both states increases with an increase in loading rate, the increase scale factor is similar with that of loading rates.

However, under high loading rates, the crack velocity does not have a change of the order in magnitude, the order is 10^{2} m/s, and also it does not have two states as that under low loading rates, and the loading rate effect on the crack velocity is slight.

In short, the crack go through a stable-to-unstable transition at low loading rates, however, the whole process is unstable.

4. CONCLUSIONS

Crack velocities in a high-strength concrete at a wide range of loading rates were measured. The loading rates varied considerably from a quasi-static level to dynamic level, the order of magnitude changed from 10^{-4} mm/s to

10^3 mm/s. As a result of the study, the following conclusions can be drawn.

(1) The peak load is sensitive to the loading rate. Under low loading rates, the rate effect is slight, while it is pronounced under high loading rates.

(2) Under low loading rates, the main crack propagates from stable to unstable state, the crack velocities in unstable state is quite greater than that in stable state, the rate effect on the crack velocity is remarkable. However, the main crack propagates in an unstable way under high loading rates, the rate effect on crack velocity is slight.

REFERENCES

[1] Mindess, S., and Bentur, A., A preliminary study of the fracture of concrete beams under impact loading, using high speed photography. *Cement and Concrete Research*, **15**, pp. 474-484, 1985.

[2] Yon, J. H., Hawkins, N. M., and Kobayashi, A. S., Strain-rate sensitivity of concrete mechanical properties. *ACI Materials Journal*, **89**, pp. 146-153, 1992.

[3] Du, J., Yon, J. H., Hawkins, N. M., Arakawa, K., and Kobayashi, A. S., Fracture process zone for concrete for dynamic loading. *ACI Materials Journal*, **89**, pp. 252-258, 1992.

[4] Mindess, S., Crack velocities in concrete subjected to impact loading. *Canada Journal of Physics*, **73**, pp. 310-314, 1995.

[5] Zhang, X. X., Ruiz, G., and Yu, R. C., A new drop-weight impact machine for studying fracture processes in structural concrete. *Strain*, **(in press)**, 2008.

[6] Mindess, S., Young, J. F., and Darwin, D., *Concrete*. Prentice Hall, Pearson Education, Inc. United States of America. United States of America, 2003.

FRACTURE ENERGY OF HIGH-STRENGTH CONCRETE UNDER DIFFERENT LOADING RATES

Gonzalo Ruiz[1], XiaoXin Zhang[1,2], Manuel Tarifa[1], Rena C. Yu[1], Miguel Camara[1]

[1] E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real, Spain
E-mail: Gonzalo.Ruiz@uclm.es

[2] Harbin Engineering University, Harbin 150001, China.
zhangxiaoxinhrb@gmail.com

RESUMEN

Hemos realizado ensayos de flexión a tres puntos en vigas entalladas, fabricadas con hormigón de alta resistencia, utilizando una máquina servo-hidraúlica y un dispositivo de impacto tipo torre de caída de diseño propio. Hemos medido la energía de fractura y el pico de carga a un rango muy amplio de velocidades de desplazamiento del punto de carga (para simplificar, lo llamaremos velocidad de solicitación), abarcando ocho órdenes de magnitud. A bajas velocidades de solicitación, desde 10^{-4} mm/s a 10 mm/s, realizamos los ensayos con la máquina servohidraúlica; y desde 10^{2} mm/s a 10^{3} mm/s, utilizamos la máquina de impacto tipo torre de caída. Los resultados muestran que tanto la energía de fractura como el pico de carga aumentan con el incremento de la velocidad de solicitación. Sin embargo, esta tendencia es relativamente suave a bajas velocidades de solicitación, fenómeno atribuible a efectos viscosos originados principalmente por la presencia de agua en la red de poros. A altas velocidades de solicitación, los incrementos de la energía de fractura y el pico de carga son espectaculares debido al efecto de la inercia.

ABSTRACT

Three-point bending tests on notched beams of a high-strength concrete have been conducted using both a servo-hydraulic machine and a self-designed drop-weight impact device. The fracture energy and the peak load were measured over a wide range of loading point displacement rates (for simplicity, it is substituted by loading rates), spanning eight orders of magnitude. Under low displacement rates, from 10^{-4} mm/s to 10 mm/s, the tests were performed with the servo-hydraulic machine; from 10^{2} mm/s to 10^{3} mm/s we used the drop-weight impact machine. The results show that the fracture energy and the peak load increase as the loading rate increases. Nevertheless, such a trend is relatively slight under low rates and can be attributed to viscous effects mainly originating from the presence of water in the pore structure. Under high rates the increases in the fracture energy and in the peak load are dramatic due to the effect of inertia.

KEYWORDS: high-strength concrete; loading rates; drop-weight impact machine; fracture energy; dynamic increase factor

1. INTRODUCTION

Nowadays high strength concrete (HSC) is very often used in modern complicated structures of considerable height and span, such as skyscrapers, high towers and large bridges. These are more vulnerable to damages caused by earthquakes, wind and blast loading owing to the fact that HSC is more brittle than normal strength concrete (NSC). As a result, the dynamic fracture properties of HSC are more important than those of NSC with regard to safety assessment and the design of modern structures.

Over the past few decades, compared with the extensive research into the static fracture behaviour of HSC [1-16], much less information is available on its dynamic fracture behaviour. With said area we can cite for instance, Müeller [17] has published a state of the art report on properties of HSC. Schuler et al. [18] measured the tensile strength and the fracture energy of high performance concrete (HPC) with spalling tests, and Mindess et al. [19] obtained dynamic mechanical properties of HSC and NSC using a drop weight impact machine. More detailed information about these results will be given later, in the section comparing our results with data already published. Nevertheless, experimental data on the rate sensitivity of the fracture properties of HSC are very scarce.

Thus, in order to get additional insights into the loading rate effect on the fracture properties of HSC, in this paper we present three-point bending tests conducted at a wide range of loading rates, from 10^{-4} mm/s to 10^{3} mm/s, using both a hydraulic servo-controlled testing machine and a drop-weight impact instrument. The results show that both the fracture energy and the peak load increase with increases in loading rates. Under low loading rates, such tendency is slight, while under high loading rates it is significant. This paper also provides formulations for the rate-dependency of the fracture energy and of the peak load, these will be helpful when simulating such rate dependency numerically.

This paper is structured as follows: the experimental procedure is given in section 2, in section 3 the results are presented and discussed. Finally, in section 4 some conclusions are drawn.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1 Material characterization

A single high strength concrete was used throughout the experiments, made with a Porphyry aggregate of 12 mm maximum size and ASTM type I cement, I52.5R. Microsilica fume slurry and super plasticizer (Glenium ACE 325, B225) were used in the concrete composition. The mixing proportions by weight were 1:0.187:2.12:0.445:0.3:0.065 (cement: water: coarse aggregate: sand: microsilica fume slurry: super plasticizer).

There was a strict control of the specimen-making process, to minimize scattering in test results. All of the specimens were cast in steel molds, vibrated by a vibrating table, wrap-cured for 24 hours, demolded, and stored for 4 weeks in a moist chamber at 20ºC and 98% relative humidity until they were tested.

Table 1 Mechanical properties of the high-strength concrete

	f_c (MPa)	f_t (MPa)	E_c (GPa)
1	115.6	6.8	44.5
2	133.7	5.7	44.9
3	119.7	5.9	40.4
4	138.9	6.8	43.3
Mean	127.0	6.3	43.3
Std. Dev	11.1	0.6	2.0

Compressive tests were conducted according to ASTM C39 and C469 (which is analogous to EN 12390-3) on 75 mm×150 mm (diameter × height) cylinders. Brazilian tests were also carried out using cylinders of the same dimensions and following the procedures recommended by ASTM C496. We made 8 cylinders, 4 for compression tests and 4 for splitting tests. Table 1 shows the characteristic mechanical parameters of the concrete as determined in the various characterization and control tests. The classification of the concrete is C100/115 in reference to EN 206-1, and the mass density of the material is 2400 kg/m^3.

2.2 Three-point bending fracture tests

In order to study the loading rate effect on the fracture behaviour of the HSC, three-point bending tests were conducted on notched beams over a wide loading rate range, from 10^{-4} mm/s to 10^{3} mm/s. Two testing machines were adopted to carry out the tests, one was a hydraulic servo-controlled testing machine, the other was a self-designed drop-weight impact instrument.

The dimensions of the test beams were 100×100 mm^2 (B×D) in cross section, and 400 mm (L) in total length. The initial notch-depth ratio (a/D) was approximately 0.5, and the span (S) was fixed at 300 mm during the tests.

2.2.1 Tests under loading rates from 10^{-4} mm/s to 10^{1} mm/s

In this low loading rate range, the tests were performed using the hydraulic serve-controlled testing machine.

In regard to the measuring method for the work of fracture (W_F), we followed the procedures devised by Elices, Guinea and Planas [20-23]. The tests were performed in position-control. Three loading rates were applied during the test from quasi-static level (5.50×10^{-4} mm/s) to rate dependent levels (5.50×10^{-1} mm/s and 1.74×10^{1} mm/s). Three specimens were tested at each loading rate.

2.2.2 Tests under loading rates from 10^{2} mm/s to 10^{3} mm/s

In this high loading rates range, all impact tests were conducted using the instrumented, drop-weight impact apparatus designed and constructed in the Laboratory of Materials and Structures of the Universidad de Castilla–La Mancha. It has the capacity to drop a 316 kg mass from heights of up to 2.6 m, and can accommodate flexural specimens with spans of up to approximately 1.6 m. In this study, an impact hammer weighing 120.6 kg was used and three drop heights were adopted, 40, 160 and 360 mm, respectively. Three specimens were tested at each drop height.

A detailed description of the instrument is given in reference [24]. The impact force between the hammer tup and the specimen is measured by a piezoelectric force sensor. In addition, the reaction force between the support and the specimen is determined by a further two force sensors.

An accelerometer attached to the impact hammer was used to measure acceleration and displacement during

the impact process. In assuming that the hammer displacement was essentially equal to the specimen

deformation, the velocity and the loading point displacement could be evaluated using the following equations [25].

The initial impact velocity of the hammer, $\dot{u}_h(0)$ is

$$\dot{u}_h(0) = \sqrt{2aH} \qquad (2)$$

where a is the corrected gravitational acceleration ($9.71 \pm 0.14 m/s^2$), H stands for the hammer drop height. During the impact process, the velocity of the hammer can be obtained using Eq. 3.

$$\dot{u}_h(t) = \dot{u}_h(0) + \int_0^t \ddot{u}_h(t)dt \qquad (3)$$

where $\ddot{u}_h(t)$ is the acceleration recorded by the accelerometer attached to the hammer. Then, the displacement of the hammer, $u_h(t)$ and also the loading point displacement of the specimen is calculated by Eq. 4.

$$u_h(t) = \int_0^t \left[\dot{u}_h(0) + \int_0^t \ddot{u}_h(t)dt \right] dt \qquad (4)$$

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Experimental results

Fig. 1 shows the comparison of the typical load-displacement curves at different loading rates. It is clear that the peak load increases in line with increases in loading rates. However, the stiffness of the beam does not show a similar tendency, which is due to the sensitivity of the elastic flexibility of the beam to the boundary conditions during the application of the concentrated load [27].

Table 2 provides detailed information about the experimental results. The data in the parenthesis are the standard deviation. The dynamic increase factor (*DIF*), is defined by the ratios of peak load (P_{max}) and of the fracture energy to their corresponding quasi-static values. Here, the lowest loading rate ($\dot{\delta} = 5.50 \times 10^{-4}$ mm/s) is taken as the quasi-static loading condition. *H* stands for the drop height of the hammer under impact loading conditions.

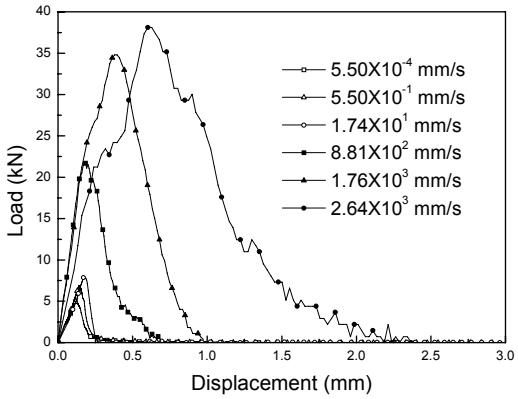


Fig. 1. Load-displacement curves at different loading rates.

Fig. 2 shows the loading rate effect on the fracture energy. It is clear that the fracture energy increases with increases in loading rates, it should also be noted that beyond a certain threshold (7.04×10^2 mm/s) the rate effect becomes more pronounced and a significant increase is observed. A prediction equation for the loading rate effect on the fracture energy is derived from the test data.

$$\begin{cases} G_F = G_F^S(1 + m\dot{\delta}^r) = 147.5(1 + 0.34\dot{\delta}^{0.17}) \ [\text{N/m}], \\ \text{for} \quad \dot{\delta} < 7.04 \times 10^2 \,\text{mm/s} \\ G_F = -26171.16 + 9296.4 log\dot{\delta} \ [\text{N/m}], \\ \text{for} \quad \dot{\delta} \geq 7.04 \times 10^2 \,\text{mm/s} \end{cases} \qquad (5)$$

where G_F^S is the static fracture energy. Exponents *m* and *r* are adjusting parameters, $\dot{\delta}$ is the loading rate given in mm/s.

Table 2 Experimental results at different loading rates

Testing machine	*H* (mm)	$\dot{\delta}$ (mm/s)	P_{max} (kN)	*DIF* for P_{max}	W_F (N/m)	*DIF* for W_F
Hydraulic servo-controlled device	-	5.50×10^{-4}	5.33 (0.33)	1	148 (9)	1
	-	5.50×10^{-1}	7.20 (0.30)	1.35	205 (12)	1.39
	-	1.74×10^{1}	8.22 (0.37)	1.54	226 (19)	1.53
Drop-weight impact instrument	40	8.81×10^{2}	23.87 (3.10)	4.48	1205 (24)	8.14
	160	1.76×10^{3}	34.34 (2.73)	6.44	3968 (653)	26.81
	360	2.64×10^{3}	38.07 (7.65)	7.14	5658 (885)	38.23

Eq. 5 can be used to efficiently predict the loading rate effect on the fracture energy and could also be helpful when performing numerical simulations. It is worth noting that 147.5 N/m obtained by fitting the

experimental data is the static value of the fracture energy, and that this could only be obtained by a strictly static test [28].

Under low loading rates, those less than the threshold, the rate effect is slight, and it can be attributed to viscous effects mainly originated by the presence of free water in voids and porous structures. The fact that dry concrete exhibits very little rate sensitivity, except at very high strain rates, provides further justification for our explanation of this tendency [29].

However, under impact loading rates, greater than the threshold, the rate effect is remarkable due to the inertia effect [30-32]. Furthermore, the high increase in the fracture energy is caused by many micro-cracks that develop under impact loading [30; 33; 34]. Namely, at high loading rates the mechanism of failure is characterized by the propagation of many micro-cracks at the same time, these micro-cracks do not have sufficient time to search for paths of minimum energy or lowest resistance. Thus, they are forced to propagate along the shortest path with higher resistances, this leads us straight to the conclusion that the fracture energy should increase as a function of the loading rate.

Fig. 3 shows the loading rate effect on the peak load, the trend is similar to that of the fracture energy. i.e., under low loading rates, the tendency is moderate, while under high loading rates it is dramatic. The maximum *DIF* for the peak load is 7.14, compared with 38.23 for the fracture energy. It could be that the fracture energy is more sensitive to micro-cracks than the peak load under high loading rates. This also makes it possible to use only one exponential function to describe the behavior of peak load versus loading rates. Fig. 3 presents the function as well, namely,

$$P_{\max} = P_{\max}^{S}(1 + k\dot{\delta}^{n}) = 5.88(1 + 0.10\dot{\delta}^{0.51}) \qquad (6)$$

where $P_{\max}^{S}$ is the static peak load, exponents *k* and *n* are adjusting parameters. It is noteworthy that the fitting also gives the static value of the peak load, 5.88 kN.

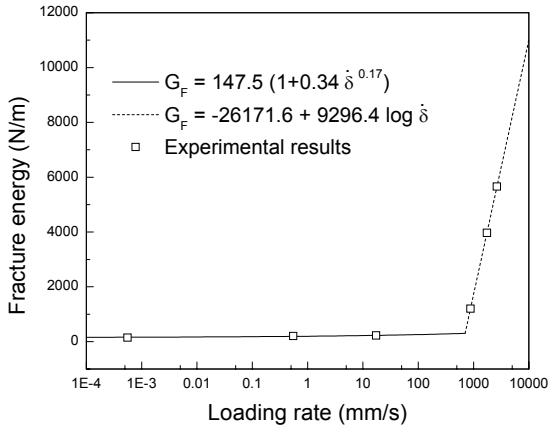


Fig. 2. Loading-rate dependence of the fracture energy

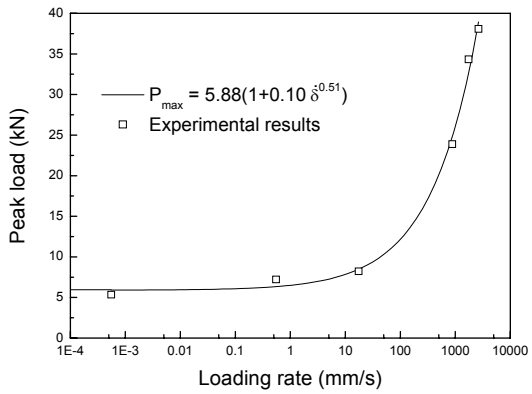


Fig. 3. Loading rate dependence of the peak load

3.2 Comparison with data already published

As mentioned before, compared with the extensive research into the quasi-static fracture behaviour of HSC, much less information is available on its rate-sensitivity behaviour. Table 3 provides a comparison of some impact experimental results from Mindess et al. [19] and the results presented in this paper. The definition of high-strength concrete continues to change as advances in concrete technology make it easier to achieve increasingly higher strengths using conventional construction practices, thus, the compressive strength of the HSC in the paper is around two times as that used in reference [19].

Table 3 Comparison of experimental results

	Exp results from Mindess et al. [19]	Exp results in this paper
Compressive strength (MPa)	62	127
Dimensions of the beam (width × depth × length) (mm)	100×125×1400	100×100×400
Span (mm)	960	300
Drop height of the hammer (mm)	150	160
Weight of the hammer (kg)	345	120.6
DIF for the peak load	2.96	6.44
DIF for the fracture energy	21.38	26.74

From this table it is clear that the trend of the loading rate effect on the mechanical properties of both high strength concretes is similar, however a big difference is found in the *DIF* for the peak load. It could be that this is more relevant due to the differences in the span/width ratio during the tests. In general, the weight of the hammer, the impact energy and the dimensions of the beams do affect the experimental results. Nevertheless, the results from different drop-weight impact machines are comparable.

Schuler et al. [18] measured the tensile strength and the fracture energy (fracture energy) of High Performance Concrete (HPC) at high strain rates between 10 /s and 100 /s with spalling tests. A *DIF* of 3 was observed at a crack opening velocity of 1.7 m/s for the fracture energy. This is quite different in comparison to the experimental results with drop-weight impact tests, perhaps this can partly be attributed to the inconsistency among the methods of loading and associated errors.

Furthermore, under low loading rates, the rate sensitivity of the fracture energy is slight compared with the fracture energy variation at high loading rates. This leads some authors to conclude that the fracture energy is constant and rate independent at low loading rates [35-37].

4. CONCLUSIONS

The fracture behaviour of a high strength concrete under dynamic loading conditions was investigated in this study. The loading rates varied considerably from a quasi-static level to a dynamic level, the order of magnitude changed from 10^{-4} mm/s to 10^{3} mm/s. As a result of the study, the following conclusions can be drawn.

(1) The fracture energy is sensitive to the loading rate. Under low loading rates, below 7.04×10^{2} mm/s, the rate effect is slight, and can be attributed to viscous effects mainly originated by the presence of free water in voids and porous structures. However, the rate effect is pronounced when the loading rate goes beyond the threshold of 7.04×10^{2} mm/s.

(2) The peak load and the fracture energy both increase with increases in loading rates, however, under high loading rates the effect on the fracture energy is even more pronounced than that on the peak load.

(3) Finally, two prediction-equations for the rate sensitivity of the fracture energy and the peak load are proposed. These formulas are helpful in numerical simulations that evaluate the rate dependence of fracture behaviour.

ACKNOWLEDGEMENTS

Funding from the *Ministerio de Ciencia e Innovación*, Spain, under grant MAT2006-09105 and from the *Consejería de Educación y Ciencia*, JCCM, Spain, under grant PAI08-0196, is gratefully acknowledged.

REFERENCES

[1] Yan, A., Wu, K. R., Zhang, D., and Yao, W., Effect of fracture path on the fracture energy of high-strength concrete. *Cement and Concrete Research*, **31**, pp. 1601-1606, 2001.

[2] Einsfeld, R. A., and Velasco, M. S. L., Fracture parameters for high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, **36**, pp. 576-583, 2006.

[3] Zhang, J., Liu, Q., and Wang, L., Effect of coarse aggregate size on relationship between stress and crack opening in normal and high strength concretes. *Journal of Materials Science and Technology*, **21**, pp. 691-700, 2005.

[4] Sagar, R. V., Dinesh, S. V., and Santosh, A. C., Fracture energy of normal and hsc beams. *Indian Concrete Journal*, **79**, pp. 37-42, 2005.

[5] Bharatkumar, B. H., Raghuprasad, B. K., Ramachandramurthy, D. S., Narayanan, R., and Gopalakrishnan, S., Effect of fly ash and slag on the fracture characteristics of high performance concrete. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, **38**, pp. 63-72, 2005.

[6] Chen, B., and Liu, J., Effect of aggregate on the fracture behavior of high strength concrete. *Construction and Building Materials*, **18**, pp. 585-590, 2004.

[7] Appa Rao, G., and Raghu Prasad, B. K., Strength and fracture toughness of interface in high strength concrete. *Journal of Structural Engineering (Madras)*, **30**, pp. 153-161, 2003.

[8] Wittmann, F. H., Crack formation and fracture energy of normal and high strength concrete. *Sadhana - Academy Proceedings in Engineering Sciences*, **27**, pp. 413-423, 2002.

[9] Rao, G. A., and Prasad, B. K. R., Fracture energy and softening behavior of high-strength concrete. *Cement and Concrete Research*, **32**, pp. 247-252, 2002.

[10] Wu, K. R., Chen, B., Yao, W., and Zhang, D., Effect of coarse aggregate type on mechanical properties of high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, **31**, pp. 1421-1425, 2001.

[11] Dong, Z., and Keru, W., Fracture properties of high-strength concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **13**, pp. 86-88, 2001.

[12] Darwin, D., Barham, S., Kozul, R., and Luan, S., Fracture energy of high-strength concrete. *ACI Materials Journal*, **98**, pp. 410-417, 2001.

[13] Li, Q., and Ansari, F., High-strength concrete in uniaxial tension. *ACI Structural Journal*, **97**, pp. 49-57, 2000.

[14] Gettu, R., Garcia-Álvarez, V. O., and Aguado, A., Effect of aging on the fracture characteristics and brittleness of a high-strength concrete. *Cement and Concrete Research*, **28**, pp. 349-355, 1998.

[15] Marzouk, H., and Chen, Z. W., Fracture energy and tension properties of high-strength concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **7**, pp. 108-116, 1995.

[16] Gettu, R., Bazant, Z. P., and Karr, M. E., Fracture properties and brittleness of high-strength concrete. *ACI Materials Journal*, **87**, pp. 608-618, 1990.

[17] Müeller, H., Constitutive modelling of htigh strength / high performance concrete - state of the art report, CEB FIP Bulletin 42, 2008.

[18] Schuler, H., and Hansson, H., Fracture behaviour of high performance concrete (hpc) investigated with a hopkinson-bar. Journal De Physique. IV : JP. 8th International Conference on Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dyanmic Loading, pp. 1145-1151, 2006.

[19] Mindess, S., Banthia, N., and Yan, C., Fracture toughness of concrete under impact loading. *Cement and Concrete Research*, **17**, pp. 231-241, 1987.

[20] Guinea, G. V., Planas, J., and Elices, M., Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests .1. Influence of experimental procedures. *Materials and Structures*, **25**, pp. 212-218, 1992.

[21] Planas, J., Elices, M., and Guinea, G. V., Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests .2. Influence of bulk energy-dissipation. *Materials and Structures*, **25**, pp. 305-312, 1992.

[22] Elices, M., Guinea, G. V., and Planas, J., Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests .3. Influence of cutting the p-delta tail. *Materials and Structures*, **25**, pp. 327-334, 1992.

[23] Elices, M., Guinea, G. V., and Planas, J., On the measurement of concrete fracture energy using three-point bend tests. *Materials and Structures*, **30**, pp. 375-376, 1997.

[24] Zhang, X. X., Ruiz, G., and Yu, R. C., A new drop-weight impact machine for studying fracture processes in structural concrete. *Strain*, **(in press)**, 2008.

[25] Sukontasukkul, P., Nimityongskul, P., and Mindess, S., Effect of loading rate on damage of concrete. *Cement and Concrete Research*, **34**, pp. 2127-2134, 2004.

[26] Banthia, N., Mindess, S., Bentur, A., and Pigeon, M., Impact testing of concrete using a drop-weight impact machine. *Experimental Mechanics*, **29**, pp. 63-69, 1989.

[27] Planas, J., Guinea, G. V., and Elices, M., Stiffness associated with quasi-concentrated loads. *Materiaux et constructions*, **27**, pp. 311-318, 1994.

[28] Ruiz, G., Zhang, X. X., Del Viso, J. R., Yu, R. C., and Carmona, J. R., Influence of the loading rate on the measurement of the fracture energy of a high strength concrete. *Anales de Mecánica de la Fractura*, **25**, pp. 793-798, 2008.

[29] Mindess, S., Young, J. F., and Darwin, D., *Concrete*. Prentice Hall, Pearson Education, Inc. United States of America. United States of America, 2003.

[30] Brara, A., and Klepaczko, J. R., Fracture energy of concrete at high loading rates in tension. *International Journal of Impact Engineering*, **34**, pp. 424-435, 2007.

[31] Weerheijm, J., and Van Doormaal, J. C. A. M., Tensile failure of concrete at high loading rates: New test data on strength and fracture energy from instrumented spalling tests. *International Journal of Impact Engineering*, **34**, pp. 609-626, 2007.

[32] Rossi, P., and Toutlemonde, F., Effect of loading rate on the tensile behaviour of concrete : Description of the physical mechanisms. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, **29**, pp. 116-118, 1996.

[33] Bischoff, P. H., and Perry, S. H., Compressive behaviour of concrete at high strain rates. *Materiaux et constructions*, **24**, pp. 425-450, 1991.

[34] Vegt, I., Breugel, V. K., and Weerheijm, J., Failure mechanisms of conrete under impact loading. Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures, pp. 579-587, 2007.

[35] Birkimer, D., and Lindemann, R., Dynamic tensile test of concrete materials. *ACI Materials Journal*, **68**, pp. 47-49, 1971.

ANALISIS DE LA CONCENTRACION CRITICA DE CLORUROS EN LA VIDA UTIL DE LAS ESTRUCTURAS

C. Alonso y M. Sanchez

Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja
c/ Serrano Galvache 4, 28033 Madrid
(mcalonso@ietcc.csic.es)

RESUMEN

Los modelos de vida útil consideran que las armaduras en el hormigón comienzan a corroerse cuando una cierta cantidad de cloruros alcanza la superficie de la armadura. Por este motivo, la llamada concentración crítica de cloruros para despasivación es un parámetro esencial para evaluar la probabilidad de corrosión, y se convierte en un dato necesario para introducir en los modelos de predicción de la vida útil. Sin embargo a pesar de los numerosos esfuerzos realizados para establecer el valor de concentración crítica de cloruros en el inicio de la corrosión, no se ha alcanzado un acuerdo debido a que no existe un valor único y se ha encontrado una amplia variabilidad de este parámetro aun en condiciones de ensayo y exposición similares.

La nueva EHE 2008, ha adoptado como valor crítico prescriptivo el de 0,6 % de cloruros totales a introducir en los modelos de cálculo de la vida útil. El presente trabajo recoge una recopilación de los valores críticos de concentración de cloruros existentes en la literatura y se hace un análisis de la variabilidad de este parámetro. A partir de los histogramas de frecuencia para las distintas formas de obtención de la concentración crítica de cloruros se pretende identificar las variables críticas que afectan al mismo. Este tipo de distribuciones pretende contribuir a poder introducir con criterios más racionales el parámetro de concentración crítica de cloruros en modelos de predicción de la vida útil de las estructuras.

ABSTRACT

Service life models consider that corrosion of reinforced concrete begins when certain amount of chloride reaches the surface of the reinforcement. So, the critical chloride concentration for depasivation is a relevant parameter to evaluate the probability of corrosion and then becomes a significant data to introduce in the models. In spite of the numerous studies performed to establish the critical chloride level for the onset of corrosion, a wide range of chloride threshold values have been suggested, which makes no feasible to define a unique and representative value. Thus, a reliable quantification of the critical chloride content is considered a prerequisite in service life calculation.

The new EHE-08 has adopted, as critical chloride concentration, a prescriptive value of 0.6 % of total chloride to introduce in thee model for service life prediction proposed. Present paper includes analysis of the variability of the chloride threshold values published in the literature. Data from mortar or concrete and from laboratory and field exposure are compiled and included in the analysis. The influence of the testing method used for determination is considered. The final goal is to contribute to select a critical chloride threshold from a more rational approach.

PALABRAS CLAVE: Corrosión de armadura, concentración crítica de cloruros, variabilidad, vida útil.

1. INTRODUCCIÓN

La penetración de los iones cloruro procedentes del uso de sales de deshielo o por exposición de la estructura a la acción del ambiente marino son las causas más habituales de degradación de las estructuras y responsables de la mayor parte de las inversiones realizadas en reparación. Por esta razón se están haciendo importantes esfuerzos tanto en normativa como en los códigos de construcción con el fin de introducir criterios racionales que ayuden al cálculo de estructuras durables. También se están haciendo importantes avances en el desarrollo de modelos, deterministas y probabilistas, que contribuyan a un cálculo cada vez más riguroso de la vida útil. La mayoría de estos modelos están basados en el modelo de vida útil de Tutti [1], esquematizado en la figura 1, que considera que el proceso de corrosión tiene lugar en dos etapas sucesivas. La primera comienza con la penetración del agresivo y termina con el inicio de la corrosión de la armadura. La segunda etapa considera la propagación de la corrosión y su final coincide con el final de la vida útil cuando la estructura ha perdido sus prestaciones funcionales y los requisitos de seguridad.

Si se considera el final de la primera etapa del modelo de Tutti, tras la llegada del agresivo el denominado tiempo de transporte (t_{transp}) en la figura 1, son muchas las incertidumbres que aparecen asociadas a la determinación del inicio de la corrosión. Se deben producir cambios en las propiedades electroquímicas de la capa pasiva capaces de aumentar la cinética de corrosión en la armadura que conducirían a pérdidas de sección significativas. La razón de estos cambios se atribuye a los cambios químicos que se producen en el entorno de la armadura, generalmente relacionados con pérdida generalizada de la alcalinidad del hormigón (carbonatación) y la presencia de cloruros. De este modo, desde la llegada del agresivo a la armadura hasta que se inicia la corrosión de la misma transcurre un periodo de tiempo, que la figura 1 aparece indicado como periodo de despasivación (t_{desp}).

Los modelos de vida útil consideran que en el hormigón armado expuesto a ambientes ricos en cloruros, el inicio de la corrosión tiene lugar cuando cierta cantidad de cloruros alcanza la superficie de la armadura y se altera la estabilidad y cinética de la capa pasiva. La concentración crítica de cloruros se considera un parámetro esencial para estimar la probabilidad de corrosión de la armadura y se convierte en uno de los parámetros críticos para hacer predicciones en los modelos de vida útil, lo que hace que sea fundamental el desarrollo de métodos de ensayo y expresiones matemáticas para introducir en los modelos.

Sin embargo, aún no están bien establecidas las condiciones específicas que permiten a los cloruros alcanzar el límite para iniciar la corrosión, por lo que no es posible introducir un valor riguroso y representativo en los modelos. A pesar de que se han realizado numerosos estudios para determinar el nivel crítico de cloruros a nivel de la armadura capaz de iniciar la corrosión es muy amplio el rango de variación sugerido, lo que dificulta la posibilidad de poder definir un valor único. Así pues se hace necesaria una cuantificación fiable del contenido crítico de cloruros como pre-requisito al cálculo de la vida útil.

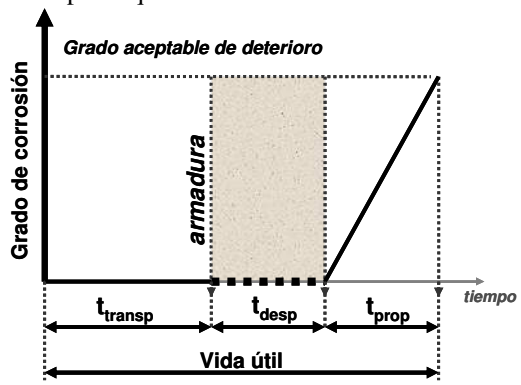


Figura 1. Modelo de vida útil de Tutti destacando el periodo de despasivación.

El presente trabajo incluye un análisis de la variabilidad en la concentración crítica de cloruros realizado a partir de datos tomados de la literatura en mortero y hormigón.

2. IMPORTANCIA DE LOS METODOS DE DETERMINACION DE LA CONCENTRACION CRÍTICA DE CLORUROS

La concentración crítica de cloruros se identifica con el contenido en cloruros a nivel de la armadura capaces de iniciar la corrosión. Dicha concentración crítica puede expresarse en diferentes formas: 1) % de cloruros totales, 2) % cloruros libres, ambos generalmente expresados en peso de cemento, 3) relación $[Cl^-]/[OH^-]$.

Independientemente de cómo se exprese la medida de la concentración crítica de cloruros, este parámetro siempre esta referido al inicio de la corrosión. La expresión en $[Cl^-]/[OH^-]$ parece ser la forma mas rigurosa, ya que incluye no solo la concentración crítica, sino también informa de la capacidad del hormigón para mantener pasiva a la armadura e inhibir el comienzo de la corrosión. Sin embargo, debido a las dificultades asociadas a la medida del $[OH^-]$ en el hormigón, se emplean más habitualmente las expresiones en forma de cloruros libres o totales. De hecho los códigos prefieren usar el % de cloruros totales; así la EHE-08 ha adoptado el valor del 0.6% en cloruros totales.

Uno de los aspectos principales a considerar es la metodología empleada para la determinación de la concentración crítica en el laboratorio, que a su vez va a depender de la técnica empleada para determinar el inicio de la corrosión. Los métodos más empleados se pueden agrupar en dos tipos básicamente: 1) Métodos naturales y 2) Métodos acelerados.

Como métodos naturales se incluyen todos aquellos que consideran el desarrollo de la corrosión sin que actúe ninguna acción exterior que modifique las condiciones de pasivación de la armadura [2-22], considerando tanto cloruros que penetran desde el exterior como cloruros adicionados en el amasado. Se han empleado distintos tipos de técnicas para detectar el inicio de la corrosión, aunque las más habituales están asociadas con un descenso del potencial o un incremento de la velocidad de corrosión [23].

Como métodos acelerados se considera cualquier acción externa al sistema, generalmente eléctrica, que actúa sobre las condiciones electroquímicas de la superficie de la armadura y que puede acelerar el transporte del cloruro y reducir considerablemente el tiempo de ensayo [24-37]. Los métodos acelerados para determinar la concentración crítica de cloruros, se dividen a su vez en dos tipos: 1) Potenciostático y 2) Migración. El método potenciostático se basa en la polarización de la armadura a un potencial predeterminado, generalmente por encima de -250mV (SCE). La despasivación se detecta por un incremento de la corriente que pasa por el

sistema. El método de migración se basa en la aplicación de un gradiente de potencial entre dos electrodos situado en sendos electrolitos, el cátodo contiene la disolución de cloruros. Existen dos variantes, en una de ellas la armadura embebida esta situada entre ambos electrodos (migración-1), mientras que en el tipo migración-2 el ánodo se sitúa al mismo nivel que la armadura. Durante el ensayo se registra la polarización inducida sobre la armadura y la intensidad que pasa por el sistema.

3. ANALISIS DE LA VARIACION DE LA CONCENTRACION CRÍTICA DE CLORURO

En la mayor parte de los análisis sobre la variabilidad de la concentración crítica de cloruros el objetivo ha sido la identificación de las distintas variables que afectan a este parámetro [38-41], como: el tipo y contenido en cemento, las condiciones de exposición, el tipo de acero, el potencial eléctrico, la disponibilidad de oxígeno a nivel de la armadura, el % de huecos de aire, la humedad relativa, la presencia de fisuras, etc.

Otro de los factores que puede tener su influencia es la metodología empleada para detectar la despasivación y el parámetro utilizado para su identificación. En general se observa una falta de análisis exhaustivo de la variabilidad asociada al conjunto de datos de la literatura lo que lleva a una gran incertidumbre a la hora de plantear la elección de un valor representativo.

Los escasos estudios dirigidos a analizar la dispersión encontrada en la determinación de la concentración crítica de cloruro, incluso en situaciones aparentemente idénticas, han aportado bien datos aislados o valores medios, pero raramente se ha recurrido a hacer un análisis estadístico de los resultados, o este se ha centrado en a los resultados exclusivos de su propio trabajo o variable concreta estudiada [42-44] .

En el presente estudio, el análisis de la variabilidad de la concentración crítica de cloruros se ha realizado a partir de la recopilación de datos de la literatura. Se han tenido en cuenta 520 datos como %cloruros totales, 350 datos en % cloruro libre y 320 en forma de $[Cl^-]/[OH^-]$.

En la figura 2 se presenta el conjunto de datos de cloruros totales y cloruros libres encontrados en la literatura. Se observa una amplia variación para ambos parámetros. Es posible observar variaciones de hasta un orden de magnitud (%cloruros totales 0,3-4, % cloruros libres de 0,1 a 2,5).

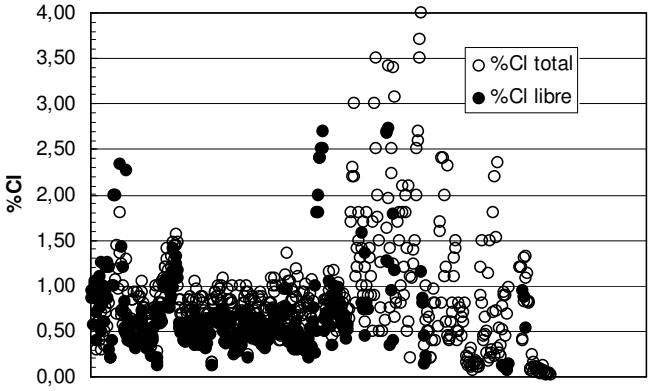


Figura 2. Datos de variación de la concentración crítica de cloruros expresados el % de cloruros totales y cloruros libres.

Al analizar la influencia que el tipo de ensayo puede tener en el parámetro de concentración crítica de cloruros, se ha realizado un análisis de comparación estudiando la distribución de frecuencias para los distintos tipos de ensayo.

En el caso de los ensayos naturales, figura 3, el rango de dispersión es muy amplio. Para una frecuencia acumulada del 95%, se registran valores inferiores a 2,2 para el % de cloruros totales. Esta amplia variación encontrada en la concentración crítica de cloruros con ensayos naturales, va a estar asociada no solo a variaciones en el entorno de la armadura, como las características del hormigón, sino además a una mayor incertidumbre en la homogeneidad de la capa pasiva.

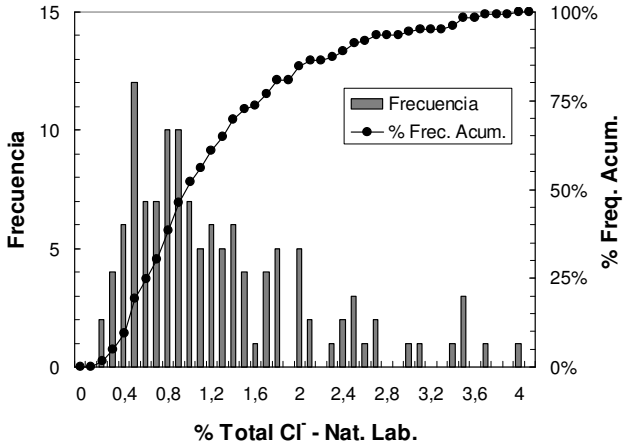


Figura 3. Distribución de frecuencias para la concentración crítica de cloruro, % Cl totales, en ensayo natural.

Al comparar si existen diferencias significativas entre considerar cloruros adicionados en el momento del amasado o cloruros que penetren desde el exterior, como en principio cabría esperar ante diferencias en

edad y propiedades de la capa pasiva, se ha visto que la dispersión de la concentración crítica de cloruros para iniciar la corrosión persiste en ambos casos, como se puede apreciar en los histogramas presentados en la figura 4, y es además similar, con valores medios para Cl nat. = 1,24%, Cl pent= 1.35% y Cl add= 1,17%.

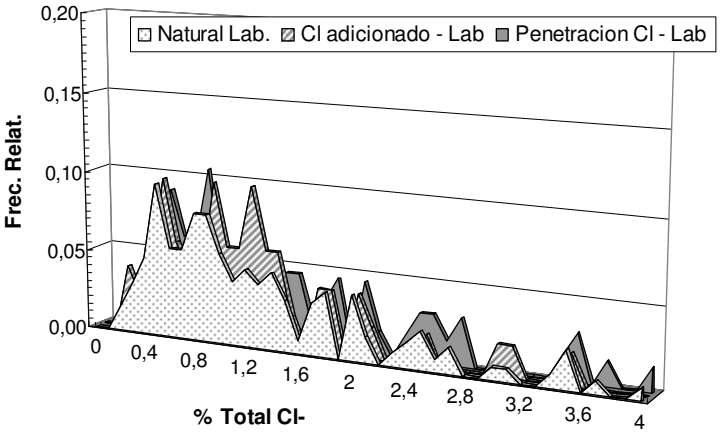


Figura 4. Histogramas de distribución de concentración critica de Cl^-, para ensayo natural con cloruros adicionados y que penetran desde el exterior.

Sin embargo si se analiza la distribución de frecuencias para el caso del ensayo potenciostático la dispersión de los resultados es mucho menor que en el caso natural. En el caso del ensayo potenciostático, para una frecuencia acumulada del 95% se registran valores inferiores a 1.4% cloruros totales, como se deduce de la figura 5. Los ensayos de migración también presentan una menor dispersión, dando valores de concentración crítica de cloruro inferiores a los encontrados en ensayos naturales, como refleja la figura 6. No obstante, el caso que más se aleja es el de migración-2 que aporta los

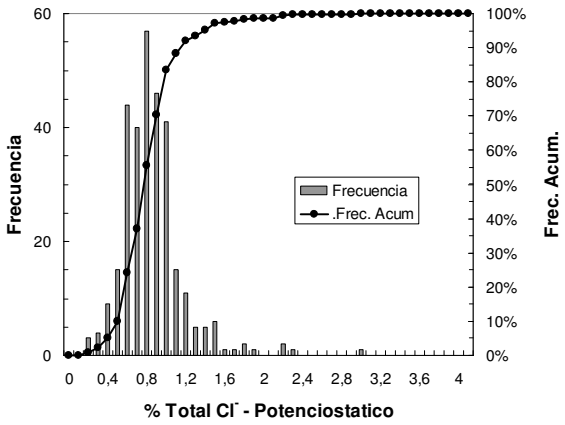


Figura 5. Distribución de frecuencias para la concentración crítica de cloruro, % Cl totales, en ensayo potenciostático..

Finalmente en la figura 6 se aprecia con más claridad las diferencias en la concentración crítica de cloruros con el tipo de ensayo, los métodos naturales dan un valor promedio de concentración crítica superior al resto pero con un mayor rango de dispersión. Los ensayos potenciostáticos y migración-1 aportan valores muy similares, mientras que el ensayo de migración-2 se aleja de significativamente del resto.

Así pues, el método de ensayo no parece ser un parámetro independiente en la determinación de la concentración crítica de cloruros, que deberá ser tenido en cuenta.

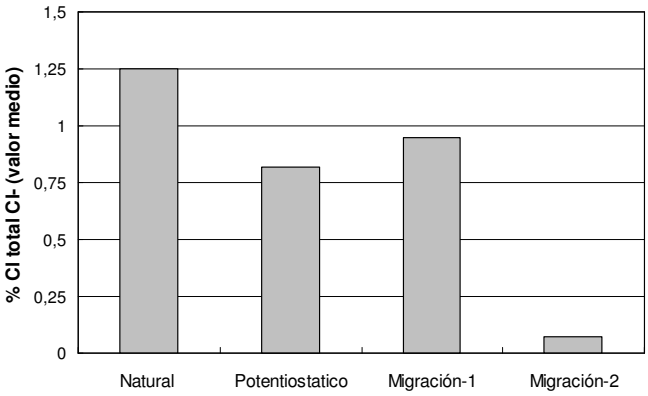


Figura 6. Promedios de concentración critica de cloruros en % cloruros totales en función del tipo de ensayo.

CONCLUSIONES

- El análisis de los datos de concentración crítica de cloruros en la literatura indica la gran variabilidad que existe en la determinación del parámetro.
- El tipo de ensayo empleado contribuye a esta variabilidad
- En ensayo natural, la adición de cloruros o la penetración de los mismos presentan rangos de variación similares para este parámetro.
- Algunas variables deben analizarse de forma separada por su específica influencia sobre el factor de concentración crítica de cloruros.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto BIA2007-65394 por la financiación concedida..

REFERENCIAS

1. K. Tuutti, Corrosión of steel in concrete, Tesis, CBI research, Estocolmo 1982

2. K. Petterson, Corrosion threshold value and the corrosion rate in reinforced concrete, CBI report 2:92 (1993).

3. K. Petterson, Chloride threshold value and corrosion rate in reinforced concrete, Int Cong on Corrosion and corrosion protection of steel in concrete, edt R.N. Swamy, Shefield, (1994)461-471.

4. C. Andrade and C.L. Page, Pore solution chemistry and corrosion in hydrated cement systems containing chloride salts: a study of cation, Br. Corros. J., v 21,n1 (1986)49-53.

5. C. Alonso, C. Andrade, M. Castellote and P. Castro, Chloride threshold values to depassivate reinforcing bars embedded in a satandardized OPC mortar, Cem. and Conc. Rs., v30 (2000) 1047-1055.

6. P. Sandberg and K. Petterson and O. Jorgensen, Field studies of chloride transport into high-performance concrete, 3rd CANMET/ACI Int Conf. Performance of concrete in marine environment (1996) 233-254

7. P. Sandberg, K. Petterson, H.E. Sorensen and H. Arup, Critical chloride concentrations for the onset of active corrosion, Rilem Int WS on Chloride penetration into concrete, edt L.O. Nilsson and J.P. Olivier (1995) 453-459.

8. K. Tuutti, Effect of cement type and different additions on service life, Int. Conf. on Concrete 2000, edt. R.K. Dhir, M.R. Jones and E.F.N. Spon, London , v2 (1993)1285-1295.

9. P. Lambert, C.L. Page and P.R.W. Vassie, Investigations of reinforcement corrosion. 2. Electrochemical monitoring of steel in chloride contaminated concrete, Mat. And Struct., v24 (1991)351-358.

10. O.A. Kayyali and M.N. Haque, The Cl-/OH- ratio in chloride contaminated concrete. A most important criterion. Magz of Conc. Rs., v47,n 172 (1995) 235-242.

11. S.E. Hussain, Rasheduzzafar, A. AlMusallan and A.S. Al-Gahtani, Factors affectin threshold chloride for reinforcement corrosion in concrete. Cem. And Conc. Rs., v25, n7 (1995)1543-1555.

12. B.B. Hope and A.K.C. Ip, Chloride corrosion threshold in concrete. ACI Mat. J. n42 M32 (1987)306-314.

13. C. Alonso, F.J. Recio and M. Sanchez, Transporte de cloruros en elementos de hormigón pretensado. Anales de Mec. de fractura, 25 v2 (2008) 599-604.

14. M. Manera, O. Vennesland and L. Bertolini, Chloride threshold for rebar corrosion in concrete with addition of silica fume. Corros. Sc., v50 (2007)554-560.

15. M. Manera, O. Vennesland and L. Bertolini, Effect of silica fume on the initiation of chloride induced corrosion in reinforced concrete. Int Rilem WS on Itegral service life modelling of concrete structures, Guimaraes (2008)369-393.

16. W. Morris, A. Vico and M. Vazquez, Chloride induced corrosion of reinforcing steel evaluated by concrete resistivity measurements. Elct. Acta v49 (2004)4447-4453

17. P.B. Bamforth and J.F. Chapman-Andrews, Long term performance of RC elements under UK coastal exposure conditions. Int Conf on Corrosion and corrosion protection of steel in concrete, edt. R.N. Swamy, Shefield v1, (1994) 139-156.

18. Y. Azuma, S.Miyazato, K. Miitani, K. Yamadfa and S. Tokumitu, Influence of chloride ion content and stress on steel corrosion in cement paste grout. 32th Conf. on Our world in concrete and structures, (2007) 143-148.

19. K. Thangavel and N.S. Rengaswamy, Relationship between chloride/hydroxide ratio and corrosion rate of steel in concrete. Cem. And Conc. Comp., v20 (1998) 283-292.

20. B.H. Oh, S.Y. Jang and Y.S. Shin, Experimental investigation of the threshold chloride concentration for corrosion initiation in reinforced concrete structures. Magz. Of Conc. Rs., v55, n2 (2003)117-124.

21. B. Reddy, G.K. Glass, P.J. Lim and N.R. Buenfeld, On the corrosion risk presented by chloride bound in concrete. Cem. And Conc. Comp., v24 (2002)1-5.

22. B. Elsener and H. Böhni, Corrosion of steel in mortar studied by impedance measurements. Electrochm. Methods for corrosion research, edt. M. Duprat, Trans Techn. Publ. Ltd., v8 (1986)363-372.

23. COST 521, final report, corrosion of steel in reinforced concrete structures, **2003**, 101.

24. C. Hansson and B. Sorensen, The threshold concentration of chloride in concrete for the initiation of reinforcement corrosion. ASTM

SP1065, Corrosion rates of steel in concrete, edt. S. Berke, V. Chaker, D. Whiting (1990) 3-16

25. W. Breit and P. Schisessl, Time to depassivation depending on concrete composition and environmental conditions, Rilem Int WS on chloride penetration into concrete, edt L.O. Nilsson and J.P. Ollivier, p44 (1995) 441-452

26. W. Breit and P. Schiesl, Investigations on the threshold value of the critical chloride content. ASTM SP 170-18 Concrete Durability. (1996) 363-377

27. L. Bertolini, F. Bolzoni, T. Pastore and P. Pedeferri, New experiences on cathodic prevention of reinforced concrete structures, Int. Symp. on corrosion of reinforcement in concrete construction, edt. C.L. Page, P.B. Bamforth and J.W. Figg, SCI, Cambridge (1996) 389-398

28. M. Gutierrez, Estudio de la corrosion de armaduras provocada por cloruros. Límite umbral de despasivación Cl-/OH-, Master Thesis, Univ Comp. Of Madrid (1995)

29. C. Alonso, M. Castellote and C. Andrade, Chloride threshold dependence of pitting potential of reinforcements, Elct. Acta v 47 (2002) 3469-

30. V.K. Gouda and W.Y. Halaka, Corrosion and corrosion inhibition of reinforcing steel. II-Embbeded in concrete, Br. Corros. J., v5 (1970) 204-208.

31. H. Arup, A new method for determining chloride thresholds as a function of potential in field exposure tests, Durability of concrete in saline environment, Cementa (1996)107-112.

32. P.V. Nygaard and M.R. Geiker, A method for measuring the chloride threshold level required to initiate reinforcement corrosion in concrete. Mat and Strct. V 38 (2005) 489-494.

33. M. Castellote, C. Andrade and C. Alonso, Accelerated simultaneous determination of chloride depassivation threshold and of the non-stationary diffusion coefficients values, Corros. Sc. V 44 (2002) 2409-2424.

34. P.G. de Viedma, M. Castellote and C. Andrade, Comparisson between several methods for determining the depassivation threshold value for corrosion onset, J. of Physique IV, France, v 136 (2006) 79-88.

35. C. Alonso, F.J. Recio, M. Sanchez and C. Andrade, Chloride threshold determination in prestressing steel beams, Int. Symp on Durability of building materials and components, edt A. Nil and S. Ozkan, Stambul (2008) 463-470.

36. D. Trejo and R. G. Pillali, Accelerated chloride threshold testing: part I- ASTM A615 and A 706 reinforcement, ACI Mat. J., v 100, n 6 (2003) 519-527.

37. D. Trejo and P. J. Monteiro, Corrosion performance of conventional (ASTM A615) and low-alloy (ASTM A706) reinforcing bars embedded in concrete and exposed to chloride environments, Cem and Conc. Rs., v 35, (2005) 562-571.

38. P. Sandberg, Critical evaluation of factors affecting chloride initiated reinforcement corrosion in concrete. Report TVTBM-7088, Univ of Lund (1995).

39. G.K. Glass and N.R. Buenfeld, The presentation of the chloride threshold level for corrosion of steel in concrete. Corros. Sc., v 39, n 5 (1997) 1001-1013.

40. K. Y. Ann and Ha-Won Song, Chloride threshold level for corrosion of steel in concrete. Corros. Sc, vol 49 (2007) 4113-4133.

41. U. Angst and O. Vennesland, Critical chloride content in reinforced concrete. State of the art. Int Conf on Concrete repair, rehabilitation and retrofitting II, Cape Town Nov (2008) 311-317.

42. D.A. Hausmann, A probability model of steel corrosion in concrete, Mat Performance, v37, n10 (1998) 64-68

43. J. M Frederiksen, Chloride threshold values for service life design. Report of HETEK project. (1997) 2-18.

44. D. Izquierdo, C. Alonso, C. Andrade and M. Castellote, Potentiostatic determination of chloride threshold values for rebar depassivation statistical study

ANÁLISIS DE FACTORES QUE INFLUYEN EN LA FATIGA EN MATERIAL TERMOPLÁSTICO REFORZADO: APLICACIÓN DE TERMOGRÁFICA

M. Canales[1], C. Gómez[1], M. Laspalas[1], A. Cajal[1], J.L. Núñez[1]

[1] Laboratorio de Materiales y Seguridad Funcional del Área de Investigación,
Desarrollo y Servicios Tecnológicos,
Instituto Tecnológico de Aragón, C/ Maria de Luna 8, 50018 Zaragoza, España
E-mail: mcanales@ita.es

RESUMEN

La detección del límite de fatiga mediante técnicas no destructivas como la Termografía por Infrarrojo ha sido estudiada desde décadas en materiales metálicos con resultados satisfactorios. Mientras que en el caso de material metálico, la correlación entre los resultados de límite de fatiga obtenido a partir de técnicas tradicionales (curvas S-N) y los resultados obtenidos a partir de termografía ha sido estudiada exhaustivamente, en el caso de material termoplástico no, debido a propiedades inherentes a estos materiales como la viscoelasticidad. En este sentido, el presente estudio analiza la influencia de diversos factores en el valor del límite de fatiga sobre probetas planas de un termoplástico: orientación de fibra, frecuencia de ensayo, geometría y grado de concentradores de tensiones. Estos factores no sólo afectarán a los gradientes de tensión sino también a las temperaturas generadas. En cualquiera de los cuatro parámetros planteados, además de analizar su influencia en el valor del límite de fatiga obtenido, también se analizó la variación de los mapas térmicos superficiales observados en cada caso a partir de la termografía.

ABSTRACT

The fatigue limit detection by means of non-destructive techniques like Infrarred Thermography has been studied in metallic materials since decades obtaining good results. While the correlation between results obtained from traditional techniques (curves S-N) and the results from thermography in the metallic material case has been carefully analysed, the thermoplastic material no due to the inherent viscoelastic properties of these materials. This study analyses the influence on the fatigue limit of several factors in sheet specimens: fiber orientation, test frequency, geometry and the level of stress concentrators. These factors not only will influence on the stress gradients, but also in the reached temperatures. In the any planned factors, the variation in the surface thermal maps observed from thermography was analysed beside their influence on the fatigue limit obtained.

PALABRAS CLAVE: Termografía, Termoplástico, Fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

La termografía es una técnica de medida de no contacto que permite determinar rangos de temperatura o mapas térmicos en zonas superficiales como consecuencia de la aplicación de incrementos de tensiones, según distintas formas de mecanismos de fractura. Desde 1921, se han aplicado técnicas térmicas tales como termopares colocados en la superficie del material para detectar cambios en la temperatura. Durante las últimas décadas del siglo XX y al inicio del siglo XXI, varios autores han utilizado las técnicas termográficas para predecir la vida a fatiga (uniaxial) por medio de diferentes metodologías. Luong [1] en 1998 propuso la técnica de termografía por infrarrojo para evaluar el límite de fatiga en metales y Risitano [2] en el 2000 estableció una metodología para la determinación rápida del límite de fatiga en materiales y componentes industriales.

En trabajos anteriores se ha aplicado esta técnica en material metálico, concretamente en un acero estructural S355 J2G3 [3] y en material termoplástico, un PET reforzado con fibra de vidrio corta al 35% en peso [4]. Si bien el límite de fatiga en aceros se determina tradicionalmente a partir de la asíntota en las curvas S-N, en el caso de los plásticos esta definición no es tan clara, ya que no se observa dicha tendencia [5]. Curvas de caracterización a fatiga en material plástico de características similares a los materiales objeto de este estudio presentan tendencias diferenciadas según el tipo de material y modo de aplicación de la carga, pudiendo observarse desde tendencias lineales hasta curvas sin estabilización en ciclos del orden 10^6 (Tracción) ó 10^7 (Flexión). Por lo tanto, el parámetro que se va a analizar en este trabajo es la tensión a partir de la cual se produce daño en el material debido al proceso de fatiga en tracción y que, de ahora en adelante se denominará, límite de fatiga o resistencia a fatiga. Este fenómeno se

manifiesta por un aumento drástico de la temperatura superficial del material cuando éste es sometido a una amplitud de tensión próxima al denominado límite de fatiga [1,2].

Los resultados procedentes del estudio en el material termoplástico anteriormente mencionado condujeron a una serie de conclusiones. En valores de amplitud de tensión (o tensión máxima) próximas al límite de fatiga del material se produce un incremento de temperatura brusco respecto a niveles inferiores. Este fenómeno informa de la próxima pérdida de rigidez de la probeta detectada como la pérdida de amplitud de desplazamiento en un ensayo cíclico de amplitud de carga constante, criterio que define el fallo por fatiga controlando en carga. El calentamiento en la superficie de la probeta está relacionado con los ciclos de histéresis resultantes de la solicitación cíclica así como de la frecuencia de ensayo [6,7,8].

En el presente estudio se van a analizar una serie de factores que determinan el comportamiento a fatiga y viscoelástico del material PET reforzado con fibra de vidrio corta al 35% en peso. Los factores son la orientación de fibra según la dirección de aplicación de la carga, la frecuencia de ensayo, la geometría de probeta (aumento de la sección transversal) que afectará a la disipación de calor generado durante el ciclado y, por último, la presencia de concentradores de tensiones (agujero con diferentes diámetros en la zona central de la probeta) que afectará a los gradientes de tensión y perfiles de temperatura generados. En cualquiera de los cuatro parámetros planteados, no sólo se analiza su influencia en el valor del límite de fatiga considerado, sino también en la variación de los mapas térmicos superficiales observados en cada caso a partir de la termografía.

Inicialmente se describirán el material y las condiciones de ensayo utilizados en cada uno de los factores de estudio. Posteriormente, se analizarán los resultados obtenidos con el objetivo de establecer relaciones de dichos factores con el límite de fatiga del material termoplástico planteado.

2. MATERIAL DE ENSAYO

Se va a analizar un material base, el polietilen tereftalato (PET) reforzado con fibra corta de vidrio en un 35% en peso, procedente del proveedor Arnite AV 2 370/B natural. Las probetas se mecanizaron a partir de placas de 80x80x2 mm inyectadas según norma UNE-EN ISO 527 (ver figura 1).

Los factores a analizar son los siguientes (ver tabla 1 y 2):

- orientación de fibra (0º, 20º, 45º y 90º),
- frecuencia de ensayo (0.5, 5 y 20 Hz),
- geometría de probeta, G y 2G,
- presencia de concentrador de tensión (diámetro de agujero en la zona central: 1, 2, 3 y 4 mm).

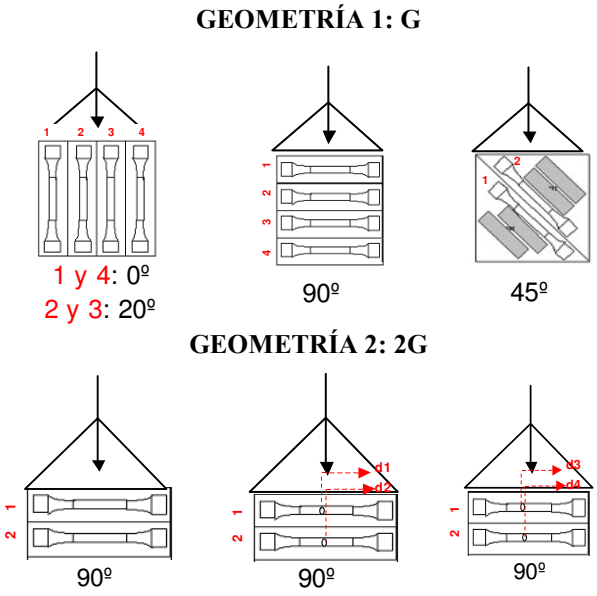


Figura 1. Posición de las probetas mecanizadas a partir de placas de 80x80x2 mm. Orientación respecto del punto de inyección.

Tabla 1. Ensayos según geometría 1: G.

Probeta	Orientación de fibra	Secuencia de amplitud de tensión (MPa)	f (Hz)
71–1	0º	De 16.90 a 48.00	20
73–1	90º	De 8.47 a 33.89	20
71–2	20º	De 12.70 a 44.57	20
74–1	45º	De 12.00 a 40.11	20
73–2	90º	De 8.47 a 33.89	0.5
74–2	45º	De 12.00 a 40.11	0.5
71–4	0º	De 16.90 a 51.00	0.5
71–3	20º	De 12.70 a 44.57	0.5
73–3	90º	De 8.47 a 40.11	5
72–1	0º	De 16.90 a 50.00	5
72–2	20º	De 12.70 a 46.00	5
75–1	45º	De 12.00 a 40.11	5

Tabla 2. Ensayos según geometría 2: 2G. ϕ es el diámetro del agujero de la zona central.

Probeta	Orientación de fibra	Secuencia de amplitud de tensión (MPa)	ϕ (mm)	f (Hz)
76–1	90º	De 16.54 a 66.15	0	20
77–1	90º	De 16.54 a 66.15	0	20
76–2	90º	De 16.54 a 66.15	0	20
78–1	90º	De16.54 a 66.15	1	20
78–2	90º	De 16.54 a 49.61	2	20
79–2	90º	De 16.54 a 49.61	3	20
79–1	90º	De 16.54 a 41.34	4	20
77–2	90º	De 16.54 a 78.30	0	5

3. CONDICIONES DE ENSAYO

Para determinar el límite de fatiga por termografía se realiza un ensayo cíclico sinusoidal de tensión constante (nivel) a diferentes niveles de tensión, fijado un número de ciclos (5000) por cada nivel, aplicado de forma secuencial de menor a mayor en una sola probeta [1,2, 3,4]. El ensayo se monitoriza mediante una cámara termográfica que registra la evolución de las temperaturas alcanzadas por la probeta. Transcurridos los 5000 ciclos, se para el ensayo y se refrigera la probeta antes de aplicar el segundo nivel mediante aire a presión. El límite de fatiga se obtiene de la representación de los incrementos de temperatura (ΔT), obtenidos una vez alcanzado el régimen estacionario, o la tasa de incremento de temperatura por ciclo ($\Delta T/\Delta N$) observados para cada nivel de tensión respecto a dichos niveles de tensión [1,2,3,4].

El ensayo de fatiga axial bajo niveles de amplitud de carga constante y ratio de 0.1 [9,10] (definiéndose elste ratio como la relación entre la carga mínima y la amplitud de carga) se realizó sobre una única probeta por tipo de material, a excepción del caso de orientación de fibra 90º y 20 Hz sin concentrador de tensión, en el que se observó una buena repetibilidad, 48.88 MPa de límite de fatiga promedio con una desviación estándar < 2% para 3 repeticiones. En este tipo de ensayos no es necesario una probeta por nivel de ensayo sino que, la misma probeta se somete a los distintos niveles de tensión de forma secuencial en orden ascendente y a la misma frecuencia de ensayo.

La selección de dichos niveles de tensión (ver tabla 1 y 2) se realizó según los resultados de amplitud de carga y/o tensión seleccionados en ensayos de fatiga S-N realizados en probetas de igual características [4].

Los ensayos se realizaron sobre una máquina universal de ensayos de alta frecuencia, INSTRON 8872 de 25 kN. La captura de imágenes se realizó con una cámara termográfica FLIR Systems modelo P660 cuyo control se llevó a cabo mediante el software de control RESEARCHER con el objetivo de monitorizar el ensayo (ver figura 2). Los valores de los parámetros que hay que fijar en la cámara para visualizar la probeta durante el ensayo, como la emisividad del objeto, ε, que en nuestro caso, por ser material plástico mate no requiere ninguna imprimación para maximizar dicho valor (ideal = 1.0), la temperatura reflejada que coincide con la temperatura atmosférica del medio circundante, la humedad relativa y la distancia que separa el objetivo de la cámara a la probeta, se anotaron para cada uno de los ensayos realizados. Mientras que la distancia y la emisividad se mantuvieron constantes, los valores de temperatura y humedad relativa oscilaron entre 23 $\pm$ 2ºC y 45 $\pm$ 5% HR respectivamente dependiendo del momento del ensayo.

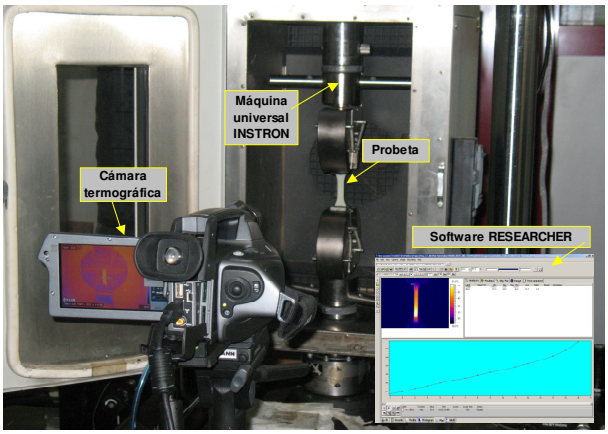


Figura 2. Montaje de ensayo y monitorización de temperatura con cámara P660 Flir Systems.

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Una vez calculados los incrementos de temperatura para cada uno de los niveles de amplitud de tensión (MPa), la metodología para determinar el límite de fatiga del material consiste en representar la tasa de incremento de temperatura respecto de la variación de ciclos, $\Delta T/\Delta N$ (ºC/ciclos) frente a los niveles de tensión cíclica ensayados. También se podría calcular a partir de la variación de temperatura, ΔT (ºC) [1,3,4]. La intersección entre ambas pendientes, definidas por el cambio drástico observado en el gráfico determinará el valor del límite de fatiga (MPa). La figura 3 muestra un ejemplo del cálculo del límite de fatiga (43.25 MPa) en una probeta ensayada a 20 Hz cuya orientación de fibra es de 0º sin concentrador de tensiones.

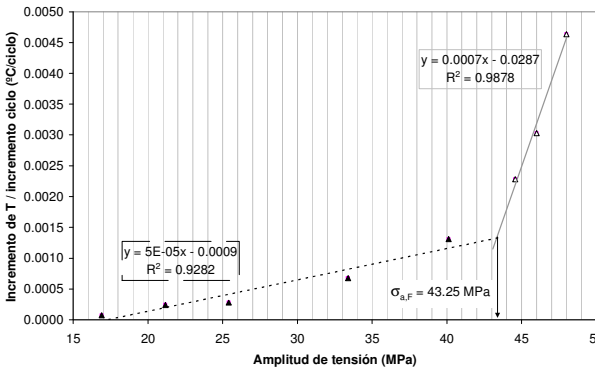


Figura 3. Cálculo del límite de fatiga según 0º de orientación de fibra a 20 Hz sin concentrador de tensiones.

4.1. Influencia de la orientación de fibra y frecuencia de ensayo

Las probetas de geometría 1 (sin concentradores de tensiones) se han mecanizado en distinta dirección respecto al punto de inyección de la placa para introducir el efecto de la orientación de las fibras [10-13] (0º, 20º, 45º y 90º). Para cada orientación se ha analizado el factor de la frecuencia (0.5, 5 y 20 Hz),

obteniéndose la representación gráfica siguiente (ver figura 4):

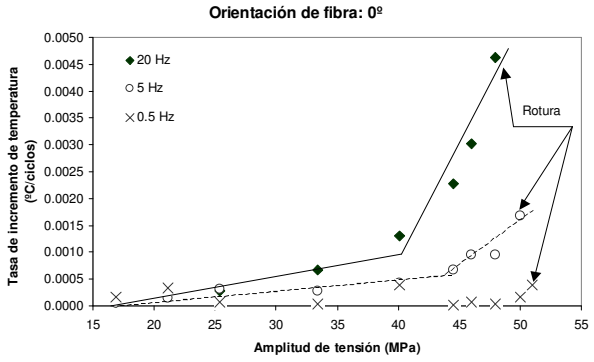


Figura 4. Análisis de la influencia de la orientación de fibra sin concentradores de tensiones.

Como se puede observar en la figura 4, el primer aspecto relevante es el hecho de la no detección del límite de fatiga en el caso de la mínima frecuencia de ensayo considerada (0.5 Hz) ya que no se observa el salto cualitativo en el incremento de temperatura que permite definir este valor. Esto puede ser debido al hecho de que 5000 ciclos no sean suficientes para detectar incrementos de temperatura importantes en el rango de amplitud de tensión considerado. La influencia de la frecuencia podría asemejarse a la influencia de la temperatura en este tipo de material viscoelástico, ya que los valores de la resistencia a fatiga disminuyen igualmente cuando la temperatura del medio que les rodea aumenta [10, 11, 13, 14].

Independientemente de la frecuencia de ensayo, las probetas que mayor límite de fatiga presentan son las que tienen las fibras orientadas longitudinalmente (~ 43 MPa) y las de menor valor, las probetas orientadas transversalmente (~ 25 MPa), resultados acordes con los btenidos según técnicas tradicionales y literatura consultada [10,11,12].

4.2. Influencia de la geometría, G

Para determinar la influencia de la geometría en la detección del límite de fatiga por termografía, se ensayan probetas de mayor sección (2G) a partir de placas de 2 mm inyectadas con el mismo material según orientación de fibra transversal (90º). La selección de esta orientación se debe a las limitaciones de la propia geometría de la placa.

En la figura 5 se representa el límite de fatiga obtenido en las probetas de orientación de fibra transversal para las dos geometrías de estudio. Según lo observado, el límite de fatiga aumenta en un 48 % al aumentar la sección de las probetas.

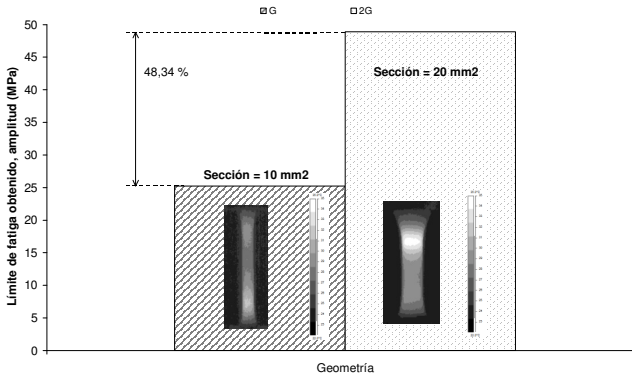


Figura 5. Influencia de la geometría en el límite de fatiga obtenido a 5 Hz según 90º de orientación..

Al igual que en el caso anterior, en esta geometría también se estudia el efecto de la frecuencia de ensayo (ver figura 6), a igual orientación de fibra (90º). Se observa cómo la variación de frecuencia de 5 a 20 Hz supone una variación en el límite de fatiga del orden del 7% de forma análoga a lo que se observaba en la probeta de geometría 1. La diferencia es que, mientras que en la geometría 1 dicha variación se traduce en un aumento del valor del límite al aumentar la frecuencia, en el caso de la geometría 2, se observa lo contrario pudiendo ser debido a la propia incertidumbre del ensayo.

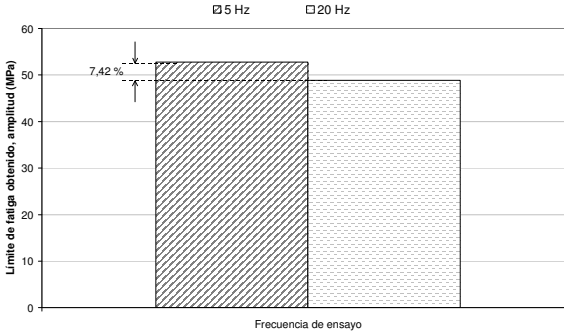
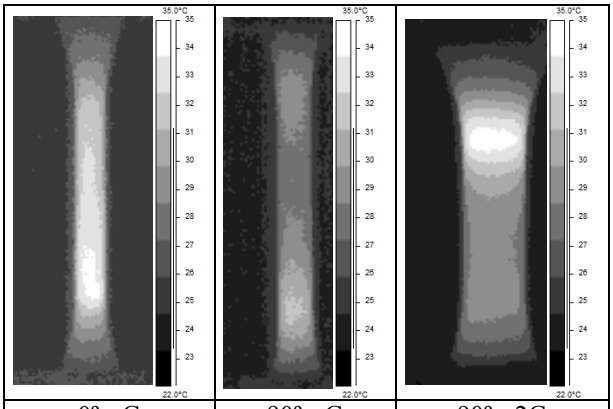


Figura 6. Influencia de la frecuencia en el límite de fatiga obtenido según geometría 2 y 90º de orientación.

Tanto en la figura 5 como en la tabla 3, se observa un cambio en el mapa de temperaturas de la probeta. En los dos casos (orientación transversal) la zona más caliente y por lo tanto, la zona de mayor daño se localiza cercana a uno de los extremos de la probeta, no en la zona central como en el caso de la orientación longitudinal. Esto puede ser debido a la distribución de las fibras debido al proceso de inyección de las placas. Sin embargo, la geometría influye en la distribución de temperaturas de la probeta; mientras que en el primer caso prácticamente toda la probeta se encuentra a la misma temperatura, cuando se duplica la sección se observa una zona considerablemente más caliente que en el resto de la superficie de probeta, localizada en uno de los extremos.

Tabla 3. Imagen termográfica según orientación de fibra (0º y 90º) y geometría de probeta (G y 2G) en la amplitud máxima de tensión ensayada.



0º - G	90º - G	90º - 2G

A la vista de los resultados experimentales, la geometría de la probeta influye en la detección del límite de fatiga por técnicas termográficas. Hay que resaltar el hecho de que el diseño correspondiente a la geometría 2 no sigue las recomendaciones de la norma ISO 527 debido a las limitaciones de la propia placa de inyección a partir de la cual se extrajeron las probetas.

En términos generales, una mayor geometría de probeta en este material hace que la disipación interna del calor generado por el ciclado sea menor, por lo tanto, disminuye la capacidad de transferencia de calor y consecuentemente, el aumento significativo de temperatura bajo las mismas condiciones de carga y ciclos.

4.3. Influencia de concentradores de tensiones

Para analizar la influencia de la existencia de concentradores de tensión en el valor del límite de fatiga por termografía, se mecaniza una entalla consistente en un agujero de diámetro variable (entre 1 y 4 mm) situado en el centro de la zona calibrada de la probeta según geometría 2 (90º). Como se observa en la figura 8, el límite de fatiga prácticamente no se ve afectado cuando existe un defecto en la probeta, aunque se detecta una disminución drástica de los incrementos de temperatura observados en el momento en el que aparece la entalla.

La figura 9 presenta los mapas térmicos observados a lo largo de los ensayos en el nivel máximo de amplitud de tensión justo antes de la rotura. Se observa cómo la probeta alcanza menor temperatura conforme aumenta el diámetro del concentrador de tensión. En todos los casos, la zona de rotura de la probeta está localizada en la zona de entalla iniciándose la grieta a ambos lados de la misma en dirección transversal a la dirección de la aplicación de la carga [15]. Los incrementos de temperatura observados en los mapas térmicos decrecen conforme aumenta el tamaño de entalla, ya que favorece la disipación de calor del material y no permite el calentamiento en la zona calibrada.

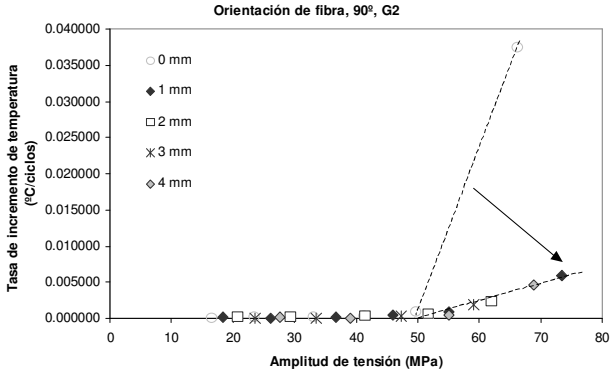


Figura 8. Influencia de la entalla en el límite de fatiga según 90º de orientación de fibra y geometría 2.

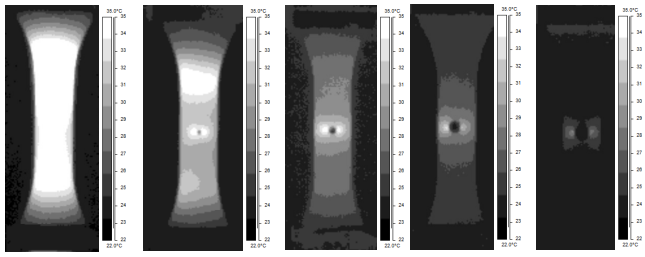


Figura 9. Influencia de la entalla en el mapa térmico observado según 90º de orientación de fibra y geometría 2.

5. CONCLUSIONES

Las principales influencias en el denominado límite de fatiga obtenido en el termoplástico PET reforzado con fibra de vidrio corta al 35% en peso son las siguientes: la orientación de fibra conduce a que, los mayores valores de límite de fatiga se obtienen en probetas con igual o similar orientación a la dirección de aplicación de la carga alternante [10-13], disminuyendo conforme aumenta el grado de orientación. En cuanto a la frecuencia, las variaciones son pequeñas si bien la tendencia observada es que, al aumentar este factor, disminuye la resistencia a fatiga.

La influencia de la geometría (fijada la orientación "90º" y la frecuencia "20 Hz") al duplicar la sección de probeta está relacionada con las ecuaciones básicas de transferencia de calor por conducción, convección y radiación. El término de conducción depende del gradiente térmico y de la conductividad térmica. Manteniendo constante el material y el espesor, según sea la distancia del punto inicial de calentamiento a la superficie de la probeta, la disipación del calor generado variará, provocando que el material mantenga sus propiedades mecánicas o bien se relaje (ablandamiento) disminuyendo su resistencia. Para geometrías de mayor sección, al aumentar la frecuencia de ensayo el límite de fatiga disminuye, aunque no en gran medida (~ 7 %) ya que el material no sufre tanto reblandecimiento al

disponer de mayor cantidad de material que minimiza la transferencia de calor.

La influencia de concentradores de tensiones se estudió en el caso de probetas de geometría 2, sobre las que se mecanizaron agujeros de diferente diámetro en la zona calibrada. El aumento progresivo de dicho diámetro provoca una disminución en los incrementos de temperatura observados, pero no en el valor del límite de fatiga.

Los trabajos futuros están encaminados hacia el estudio morfológico de las superficies de fractura, así como el estudio de la energía de ciclo asociada a los incrementos de temperatura observados.

AGRADECIMIENTOS

Este artículo se enmarca dentro del Programa Estratégico de Materiales que está desarrollado el Área de Investigación, Desarrollo y Servicios Tecnológicos del ITA, y ha sido financiada parcialmente por el MCyT, dentro del proyecto MULFATER - *"Aplicación de técnicas termográficas y estadísticas a la estimación de vida a fatiga de componentes sometidos a estados de carga multiaxial: enfoque inicio de grieta"* (DPI2007-66903-C02-02).

REFERENCIAS

[1] Minh Phong Luong. *Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique,* Mechanics of Materials 28 (1998), 155-163.

[2] G. La Rosa, A. Risitanno. *Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components,* International Journal of Fatigue 22 (2000), 65-73.

[3] C. Gómez, M. Canales, S. Calvo, J.L. Núñez. *Detección de daño en acero estructural sometido a diferentes estados de carga mediante termografía por infrarrojos*. Congreso GEF 2008, Sigüenza.

[4] M. Canales, C. Gómez, S. Calvo, M. Laspalas, J.L. Núñez. *Detección de daño en material plástico sometido a fatiga axial mediante termografía por infrarrojos*. Congreso Nacional de Materiales 2008, San Sebastián.

[5] Nanying Jia, Val A. Kagan, "Effects of time and temperature conditions on the tensile – tensile fatigue behavior of short fiber reinforced polyamides", AlliedSignal Inc., Morristown, New Jersey.

[6] R. Steinberger, T.I. Valadas Leitäo, E. Ladstätter, G. Pinter, W. Billinger, R.W. Lang. *Infrared thermographic techniques for non-destructive damage characterization of carbon finre reinforced polymers during tensile fatigue testing*. International Journal of Fatigue, 28 (2006): p. 1340-1347.

[7] Alessandro Pegoretti, Theonis Riccò. *Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibres*, University of Trento, Italy.

[8] J. J. Horst, J. L. Spoormaker. *Fatigue fracture mechanism and fractography of short-glassfibre-reinforced polyamide 6*, Delft University of Technology, The Netherlands.

[9] Igor Palley, Nanying Jia, Val A. Kagan, "Plastics Part Design: low cycle fatigue strength of glass – fiber reinforced polyethylene terephthalate (PET)", Honeywll plastics, Morristown, NJ 07962 – 1021, USA.

[10] A. Bernasconi, P. Davoli, A. Basile, A. Filippi, "Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6", International Journal of Fatigue 29, 2007. p. 199-208.

[11] K. Noda, A. Takahara, T. Kajiyama "Fatigue failure mechanisms of short glass-fiber reinforced nylon 66 based on nonlinear dynamic viscoelastic measurement" Polymer 42 (2001) 5803 - 5811.

[12] A. Zago, G. S. Springer "Constant Amplitude Fatigue of Short Glass and Carbon Fiber Reinforced Thermoplastics" Journal of Reinforced Plastics and Composites. 2001; 20; 564

[13] M. Kawai, S. Yajima, A. Hachinohe, Y. Takano "Off-Axis Fatigue Behavior Unidirectional Carbon Fiber-Reinforced Composites at Room and High Temperatures " Journal of Composite Materials, Vol. 35, No. 07/2001, 545-576.

[14] A. Jayantha, A. Epaarachchi, P. A. Clausen "An empirical model for fatigue behavior prediction of glass fibre-reinforced plastic composites for various stress ratios and test frequencies " Composites: Part A 34 (2003) 313- 326.

[15] A. Zago, G. S. Springer "Fatigue Lives of Short Glass Fiber Reinforced Thermoplastics Parts" Journal of Reinforced Plastics and Composites. 2001; 20; 606.

ENVEJECIMIENTO Y PÉRDIDA DE PROPIEDADES EN LOS MORTEROS DE CEMENTO REFORZADOS CON FIBRA DE VIDRIO (GRC)

A. Enfedaque[1], D. Cendón[1], F. Gálvez[1], V. Sánchez-Gálvez[1]

[1]Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.
E-mail: aenfedaque@mater.upm.es

RESUMEN

El uso y las aplicaciones del GRC (glass fiber reinforced cement) en infraestructuras, edificios y en el resto de aplicaciones típicas de la industria de la construcción se han limitado a usos no estructurales debido a la pérdida de propiedades que sufre el material con el paso del tiempo. Para luchar contra esta pérdida de propiedades tradicionalmente se han añadido productos químicos al mortero de cemento con escasos resultados.

Se han fabricado paneles de GRC con humo de sílice, metacaolín y resinas acrílicas en diferentes proporciones. Se han realizado ensayos de tracción, tanto en material joven (ensayos a 28 días) como en material envejecido mediante inmersión en agua caliente durante 40, 80 y 120 días. En los ensayos se ha comprobado que la adición de metacaolín mejora ligeramente las propiedades del GRC a medio plazo. El material tuvo un comportamiento frágil a mayor edad.

ABSTRACT

The use and applications of glass fiber reiforced cement (GRC) in civil engineering, architectural uses and in the rest of the building industry applications have been limited to elements that do not withstand loads due to the severe loss of mechanical properties that GRC suffers with aging. Chemical products added to the cement mortar paste have been used to solve this aging problem, but hardly any promising result have been obtained.

GRC panels have been produced using silica fume, metakaolin and acrylic resins with different contents. A program of tensile tests have been carried out on both young (cured 28 days) and artificially aged GRC by immersion in hot water for 40, 80 and 120 days. Test results showed how metakaolin added to the cement mortar paste improves GRC's mechanical properties when the material is middle aged. Older GRC showed a brittle behavior for all the formulations tested.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Técnicas Experimentales.

PALABRAS CLAVE: GRC, envejecimiento, fragilización

1. INTRODUCCIÓN

El glass fibre reinforced cement (GRC) 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 por su baja resistencia a tracción así como por su baja ductilidad [2]. La mayor virtud de las fibras de vidrio es su alto módulo de elasticidad junto a su gran resistencia a tracción. Así pues mediante la fabricación 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 de vidrio cortas introducidas.

El material compuesto obtenido se caracteriza por sus buenas propiedades mecánicas y por no necesitar armaduras. Este material tiene una versatilidad de diseño enorme ya que se pueden lograr elementos con casi cualquier forma con espesores de alrededor de 10 mm.

El empleo de este material en edificación y obra civil se ha restringido a su aplicación como elemento no portante en cerramiento de fachadas, como encofrado perdido, en revestimiento de túneles, como barreras acústicas etcétera [3]. Se ha comenzado a utilizar formando elementos estructurales en forjados prefabricados en edificación, en cubiertas de edificios industriales ([4], [5]) al igual que junto a otros materiales como los tendones de carbono y las armaduras de acero en torres de comunicación [6].

Sin embargo, las propiedades mecánicas del GRC se deterioran con el paso del tiempo, se produce una grave pérdida de ductilidad, acompañada por una pérdida de

resistencia a tracción ([7], [8], [9], [10]). Para solucionar este problema se llevo a cabo el desarrollo de fibras de vidrio realizadas con formulaciones resistentes a la corrosión alcalina, estas fibras fueron denominadas fibras de vidrio AR (Álcali Resistant). A pesar de esto, los efectos perniciosos del paso del tiempo en el comportamiento del compuesto siguieron presentándose. Estos problemas se han intentado solucionar mediante la adición de productos químicos a la pasta de cemento. Los aditivos más comumente utilizados han sido el humo de sílice [11], el metacaolin ([11], [12]), las cenizas volantes [13], y las resinas acrílicas [14].

Los resultados que se obtuvieron mostraban grandes dispersiones en función de las adiciones empleadas y las proporciones en las que estas se incluían en las formulaciones. Se ha realizado una campaña de ensayos de tracción sobre GRC fabricado sin adiciones y con humo de sílice, metacaolín y resinas acrílicas para comprobar la influencia de estos aditivos tanto en el material joven como en el material envejecido.

2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

2.1. Fabricación del GRC y evejecimiento acelerado

Para estudiar el comportamiento del GRC envejecido se ha realizado una campaña de ensayos de tracción con GRC realizado con cinco formulaciones de cemento en la que se han incluido tres adiciones. Las adiciones que se han empleado son: humo de sílice, metacaolín y resinas acrílicas. Las cantidades que se han empleado son las que aparecen en la tabla 1.

Tabla 1: Formulaciones de mortero de cemento empleadas en kg.

	Cemento	Arena	Agua	Adición
Control	50	50	21	———
H. sílice	50	50	27	5
H. sílice	50	50	33	10
Metacaolín	50	50	26	5
R. acrílicas	50	50	22	2

El método que se usó en la fabricación de las placas de GRC fue la proyección conjunta del mortero de cemento y las fibras de vidrio. Los dos materiales se proyectan por conductos diferentes y se unen en el molde que sirve como encofrado. Una vez proyectado el GRC en el molde, se realiza, mediante un proceso totalmente manual, el enrasado e igualación de la superficie del material que está en contacto con el aire. Una vez enrasado, se deja fraguar el GRC al aire libre. El espesor de la placa de GRC que se obtiene cambia en cada punto de la placa debido a que el proceso de enrasado es totalmente manual. Estas diferencias de espesor pueden llegar a ser de varios milímetros dentro de la misma placa.

Se realizaron una serie de 10 paneles de 1.2x1.2 m y con un espesor nominal de 10 mm. De estos paneles se desechó un marco de 5 cm alrededor del contorno para evitar las condiciones de contorno que surgen en la fabricación de los mismos. Una vez eliminada esta parte se realizó el corte de las probetas para los ensayos. Para realizar los ensayos las probetas fueron, como se indicó anteriormente, cortadas con forma rectangular y con unas dimensiones de 300x50 mm.

Los ensayos se han realizado a 28 días y a 40, 80 y a 120 días de envejecimiento acelerado mediante inmersión en agua caliente a 50^{o}C. Las teorías que versan sobre el envejecimiento acelerado tienen su base en las investigaciones realizadas en los años 80 con GRC fabricado con mortero de cemento sin adiciones [15]. En estos trabajos se establecía una equivalencia entre el tiempo de inmersión del GRC en agua calentada a una cierta temperatura con el tiempo de exposición natural de compuesto. En la tabla 2 se pueden ver los factores de aceleración hallados en este trabajo.

Tabla 2: Equivalencia envejecimiento acelerado.

1 día a...		Días de exposición en RU
80 ^{o}C	→	1672
70 ^{o}C	→	693
60 ^{o}C	→	272
50 ^{o}C	→	101

Recientemente, algunos autores han cuestionado la validez de los factores de aceleración hallados en este trabajo para GRC fabricado con adiciones [16]. Dichos autores hallaron a su vez otros factores de aceleración, los cuales se muestran en la tabla 3 para agua a 50^{o}C.

Tabla 3: Equivalencia entre un día en agua a 50^{o}C y el tiempo de exposición natural en el Reino Unido.

	Factores de aceleración
Control	31
Metacaolín	8
Resinas acrílicas	16
Humo de sílice	sin datos

Se eligieron 40, 80 y 120 días de inmersión debido a que después de estos períodos ya se podía observar con claridad el efecto del paso del tiempo en el comportamiento mecánico del GRC. No se pudieron aplicar de manera directa los factores de aceleración de envejecimiento que se han mostrado en la tabla 3 debido a las diferencias existentes en las proporciones de adiciones empleadas en la fabricación de las placas de GRC.

2.2. Ensayos de tracción

Después del envejecimiento mediante inmersión en agua caliente las probetas se almacenaron en una cámara climática a 20 ^{o}C y al 98 % de humedad. El ensayo de

tracción simple se realizó en un maquina Instron 8501 la cual tenía montada una célula de carga de 2.5 toneladas y que sujetaba la probeta con unas mordazas mecánicas. La instrumentación del ensayo se compone de dos extensómetros dispuestos a los lados de las probetas. Estos tienen una distancia entre cuchillas mayor de lo habitual para aumentar las posibilidades de que la fractura se encuentre en esta zona y por tanto de poder recoger datos de cómo se produce la misma

Los ensayos se han realizado con control de desplazamiento fijando una velocidad de desplazamiento entre las mordazas de 1 mm/minuto. En la figura 1 se puede ver la disposición de la máquina de ensayos empleada en la investgación

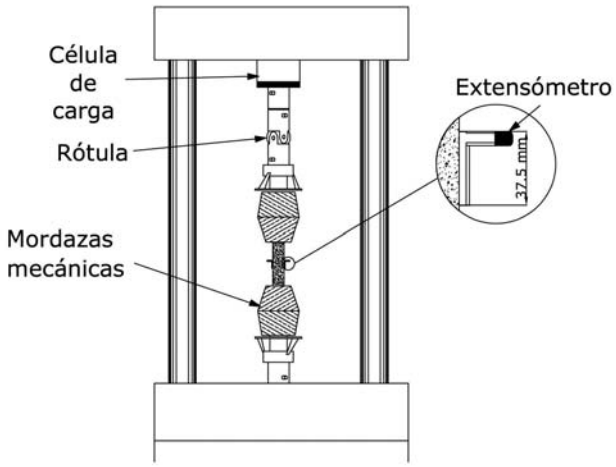


Figura 1: Esquema ensayo tracción

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

3. RESULTADOS DE LOS ENSAYOS

Los resultados que se han obtenido en los ensayos de tracción de probetas de GRC ensayadas a tracción, tanto del material joven como el envejecido, se muestran en las figuras 2, 3, 4, 5 y 6. El comportamiento del material después de 40 días de envejecimiento fue notablemente más frágil que el del GRC joven . La ductilidad del compuesto se redujo en todas las formulaciones. Las variaciones de las mismas son de alrededor del 70 % sobre la ductilidad del compuesto joven.

En todas las formulaciones se reduce la longitud de la rama pseudo-plástica de comportamiento y por tanto también la resistencia a tracción del compuesto. Esto no ocurre para la formulación de GRC fabricada con resinas acrílicas. En esta se produjo una reducción drástica de la ductilidad pero no estuvo acompañada por una bajada de la resistencia a tracción debido a que la pendiente de la rama pseudo-plástica es cercana a cero.

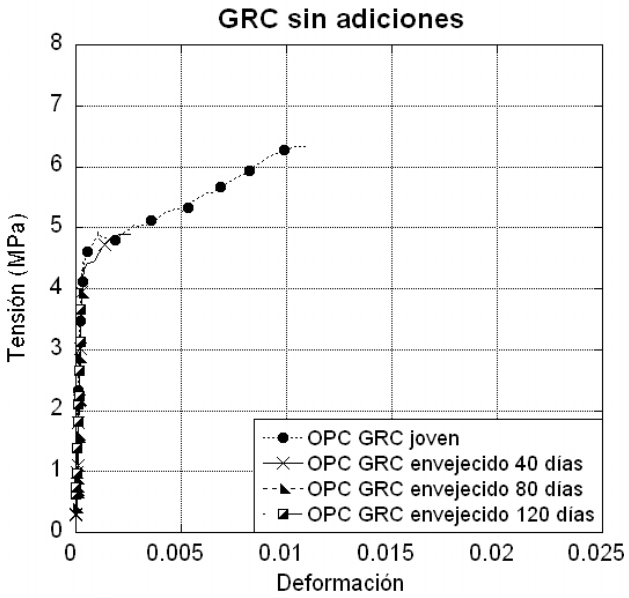


Figura 2: Ensayo tracción sobre GRC sin adiciones.

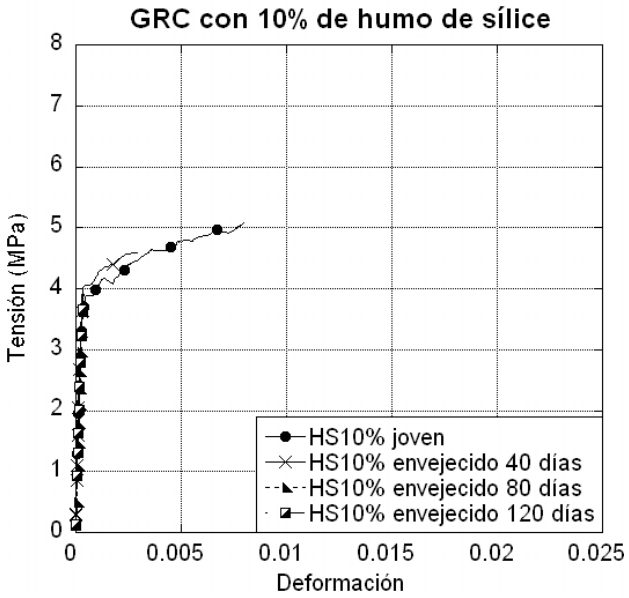


Figura 3: Ensayo tracción sobre GRC con un 10 % de humo de sílice.

El comportamiento de las probetas después de 80 días de envejecimiento se caracterizó por ser elástica y lineal hasta rotura. El comportamiento de las muestras fue totalmente frágil en todas las formulaciones. Continuó por tanto el proceso de envejecimiento. El comportamiento pseudo-plástico ha desaparecido por completo a estas edades. El comportamiento del material no difiere en gran medida del que tiene el mortero de cemento sin fibras de vidrio.

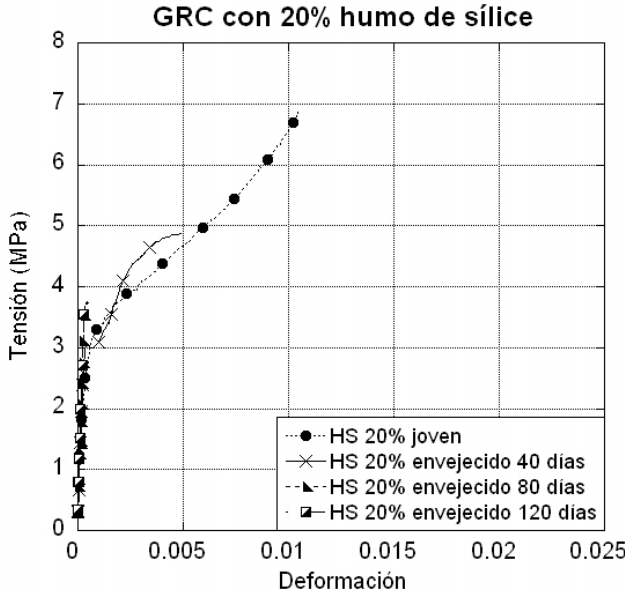


Figura 4: Ensayo tracción sobre GRC con un 20 % de humo de sílice.

Los resultados que se obtuvieron en los ensayos de GRC envejecido durante 120 días muestran una continuación de la tendencia ya mostrada. Se sigue produciendo una ligera fragilización del compuesto y además los cambios respecto del comportamiento del GRC envejecido durante 80 días no son notables. El material tiene un comportamiento elástico y lineal hasta rotura y solo se produce una pequeña bajada de la resistencia máxima a tracción. El material después de 80 días de envejecimiento mostraba un comportamiento frágil y con períodos de envejecimiento mayores no se producen cambios de comportamiento.

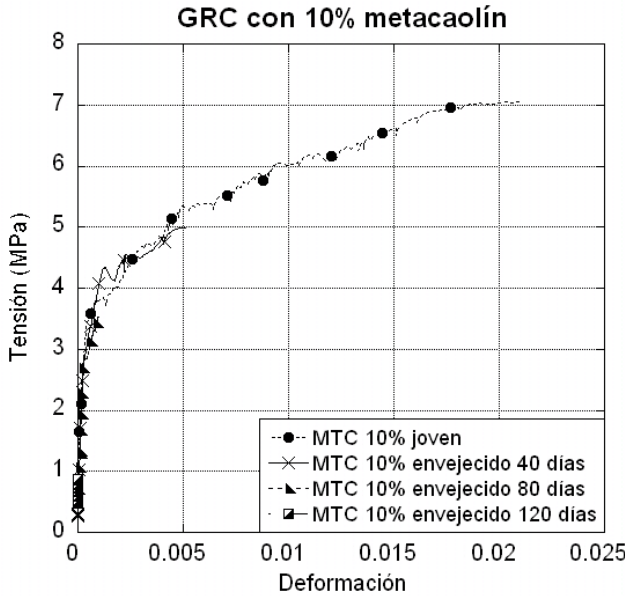


Figura 5: Ensayo tracción sobre GRC con un 10 % de metacaolín.

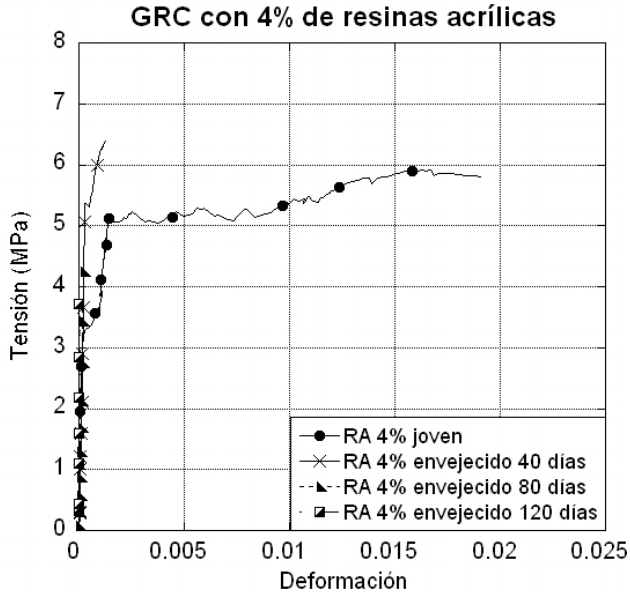


Figura 6: Ensayo tracción sobre GRC con un 4 % de resinas acrílicas.

En algunos casos también se ha registrado un pérdida de resistencia a tracción. Esto ocurrió en el GRC fabricado con metacaolín y con resinas acrílicas.

Sería de interés estudiar la influencia del método de envejecimiento en el comportamiento del GRC fabricado con resinas acrílicas ya que se detectó una gran dispersión en los resultados obtenidos para todas de las edades ensayadas.

A modo de resumen se ha realizado un gráfico que muestra, en la figura 7 la deformación máxima del GRC frente al tiempo de envejecimiento. En esta figura se ve claramente como evoluciona la ductilidad del material a tensión máxima. La caída de la ductilidad con el tiempo es constante y sostenida pasando de ser un material con una cierta ductilidad a un material completamente frágil tras 80 días de envejecimiento mediante inmersión en agua caliente. La única formulación que mantiene un poco más la ductilidad frente al tiempo es la fabricada con un 10 % de metacaolín.

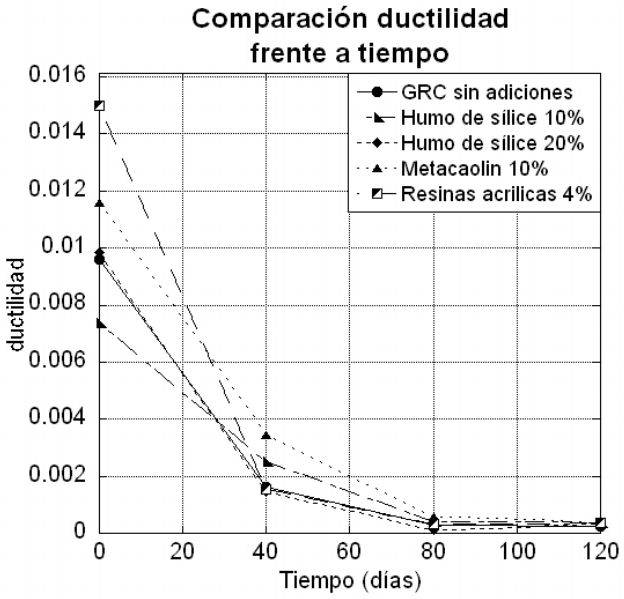


Figura 7: Ductilidad de rotura del GRC en función del tiempo de envejecido.

4. CONCLUSIONES

Las conclusiones más importantes que se han extraído de este trabajo son:

Se produce una fragilización del material para todas las formulaciones estudiadas.

La adición de metacaolín conserva moderadamente la ductilidad del compuesto a medio plazo.

Después de 80 días de envejecimiento el GRC es un material elástico y lineal hasta rotura para cualquier formulación.

La mayor degradación del compuesto se produce en los primeros 11 años de vida del material.

5. TRABAJO FUTURO

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

Realizar ensayos de extracción de fibras de vidrio en el GRC, tanto en material joven como envejecido.

Estudiar diferentes sistemas de envejecimiento acelerado.

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

REFERENCIAS

[1] L. Sánchez Paradela and V. Sánchez-Gálvez. Los cementos reforzados con fibras de vidrio. *Hormigón y Acero*, 173:113–126, 1989.

[2] L. Sánchez Paradela and V. Sánchez-Gálvez. Comportamiento a tracción de cementos reforzados con fibras de vidrio. *Informes de la construcción*, 43:77–89, 1991.

[3] G. B. Kim, K. Pilakoutas, and P. Waldron. Development of thin frp reinforced gfrc permanent formwork systems. *Construction and building materials*, 2007.

[4] M. Della Bella and D. Cian. Extra light grc sandwich elements for roofing in industrial buildings. In *GRC Proceedings 2003, Barcelona, España*, 2003.

[5] D. Cian and M. Della Bella. Structural applications of grc for precast floors. In *GRC Proceedings 2001, Dublín, Irlanda*, 2001.

[6] J. G. Ferreira and F. A. Branco. Structural application of grc in telecommunication towers. *Construction and Building Materials*, 21(1):19–28, January 2007.

[7] B. Mobasher and S.P. Shah. Test parameters for evaluating toughness of glass fiber reinforced concrete panels. *ACI Materials Journal*, 86:448–458, 1989.

[8] A. J. Majumdar. Fiber reinforced cement and concrete. *The Construction press.*, 1975.

[9] S.P. Shah, D. Ludirdja, Daniel J. I., and B. Mobasher. Toughness-durability of glass fiber reinforced concrete systems. *ACI Materials Journal*, 85:352–360, 1988.

[10] A.J. Majumdar and V. Laws. *Glass fibre reinforced cement*. BSP Professional Books, 1991.

[11] S. Marikunte, C. Aldea, and S. P. Shah. Durability of glass fiber reinforced cement composites:: Effect of silica fume and metakaolin. *Advanced Cement Based Materials*, 5(3-4):100–108, 1997.

[12] P. Purnell, N. R. Short, C. L. Page, A. J. Majumdar, and P. L. Walton. Durability of grc made with new cementitious matrices. In *GRC Proceedings 1998, Cambridge, Reino Unido*, 1998.

[13] Y. Zhang, W. Sun, L. Shang, and G. Pan. The effect of high content of fly ash on the properties of glass fiber reinforced cementitious composites. *Cement and Concrete Research*, 27(12):1885–1891, December 1997.

[14] H. Ball and M. Wackers. Long term durability of naturally aged gfrc mixes containing forton polymer. In *GRC Proceedings 2001, Dublin, Irlanda*, 2001.

[15] K. L. Litherland, D. R. Oakley, and B. A. Proctor. the use of accelerated ageing procedures to predict the long-term strength of grc composites. *Cement and concrete research*, 11:455–466, 1981.

[16] P. Purnell and J. Beddows. Durability and simulated ageing of new matrix glass fibre reinforced concrete. *Cement and Concrete Composites*, 27(9-10):875–884, 2005.

EFECTO DE LA AGUDIZACIÓN DE LA ENTALLA POR FEMTOLÁSER EN EL TRABAJO ESENCIAL DE FRACTURA

A. B. Martínez[1], A. Segovia[1], J. Rodríguez[2], E. Franco-Urquiza[1]

[1] Centre Català del Plàstic, CCP, Universitat Politècnica de Catalunya,
C/Colom, 114 08222 Terrassa, España
E-mail: antonio.martinez@upc.edu

[2] Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, ESCET, Universidad
Rey Juan Carlos, 20933, Móstoles, Madrid, España

RESUMEN

En los ensayos de fractura de materiales plásticos y en particular cuando se ensayan láminas o películas mediante la técnica de Trabajo Esencial de Factura, se ha encontrado en los round-robins realizados por el TC4 de la ESIS, que los valores del trabajo esencial resultan diferentes según los distintos laboratorios. En este trabajo se comparan y discuten los resultados obtenidos al agudizar la entalla tanto por el método convencional de la cuchilla de afeitar como mediante la ablación por femtoláser, también se ha considerado la influencia en la medida de la deformación con y sin videoextensómetro. Los resultados muestran que la agudización de la entalla afecta significativamente el valor del trabajo esencial mientras que el término plástico permanece casi igual. Por el contrario, la medida de la deformación afecta únicamente al término plástico.

ABSTRACT

During fracture test of plastic materials, and especially in the evaluation of plates or films by the Essential Work of Fracture technique, it has been found in the round-robin meetings performed by the ESIS TC4 that the values obtained by the different participant laboratories are unlike among them. The aim of this work is to compare and discuss the results obtained making the notch sharpening by the conventional method as well as using the femtolaser ablation. The results show that the notch sharpening affects significantly the essential work of fracture, whereas the plastic term remains almost the same. On the contrary, the deformation measurement affects only the plastic term.

PALABRAS CLAVE: Trabajo Esencial de Fractura, Polímeros, Ablación por Femtoláser

1. INTRODUCCIÓN

El Trabajo Esencial de Fractura (EWF) es uno de los principales conceptos de la Mecánica de la Fractura de Post-Cedencia cuya aplicación es bastante adecuada para la caracterización de la fractura de materiales dúctiles y en especial para láminas o películas de plástico, en donde prevalecen condiciones de tensión plana.

El concepto del método del EWF [1,2] se basa en el hecho de dividir la energía total de fractura (Wf) en dos partes: el trabajo esencial de fractura (We) y el trabajo no esencial de fractura (W_p). El primer término ocurre en la zona del proceso de fractura (FPZ) y corresponde a la energía necesaria para generar dos nuevas superficies. El W_e es proporcional a la sección del ligamento $\ell \cdot t$ (ℓ es la longitud del ligamento y t el espesor). El segundo término se relaciona con todos los fenómenos de deformación plástica y disipación viscosa que transcurren durante la fractura en la zona plástica externa a la zona de propagación (OPZ) y es proporcional al volumen de la zona plástica ($\beta \ell^2 t$):

$$W_f = W_e + W_p = w_e \ell t + w_p \beta \ell^2 t \quad (1)$$

donde w_e y w_p son el trabajo esencial y el trabajo plástico específicos de fractura respectivamente y β un factor de forma relacionado con la geometría de la zona plástica. El trabajo específico total de fractura es entonces:

$$w_f = W_f / \ell t = w_e + \beta w_p \ell \quad (2)$$

De acuerdo a la ecuación (2) se puede representar en una función lineal a w_f frente a ℓ y determinar w_e por la ordenada en el origen y βw_p por la pendiente.

El protocolo del EWF fue sugerido por el comité técnico TC4 de la "*European Structural Integrity Society*" (ESIS) [3] y en los últimos años ha demostrado una

creciente popularidad debido a su simplicidad frente a otras técnicas. Sin embargo, en los round-robins llevados a cabos por el mismo comité, se siguen encontrando diferencias significativas entre los laboratorios participantes, que afectan el nivel de reproducibilidad y que indican que el método aún no es lo suficientemente robusto para considerarlo un estándar con lo cual se limitan sus aplicaciones. [4,5]

El presente trabajo tiene como principal objetivo investigar la razón de estas diferencias comparando el método de agudización convencional contra la ablación por femtoláser y considerando en los ensayos el uso de un videoextensómetro evaluando así también la influencia de la medida de la deformación

2. MATERIALES

Se utilizó un grado comercial de copolímero en bloque propileno-etileno (B9). En la tabla 1 se presentan las propiedades básicas de este material, determinadas por Resonancia Magnética Nuclear (RMN), Índice de Fluidez (MFI) y Cromatografía por Permeabilidad en Gel (GPC).

Dicha granza fue extruída para la obtención de películas de 0.5 mm de espesor. El comportamiento a tracción de dichas películas fue caracterizado según la norma ASTM D-638, en la dirección paralela al flujo del fundido (MD). Los valores obtenidos de módulo elástico (E) y tensión a la cedencia (σ_y) también se presentan en la tabla 1.

Tabla 1. Propiedades básicas del material de partida.

Técnica	Propiedad	Unidades	Valor
RMN	Contenido de Etileno	(% wt)	8.5
	Índice de Isotacticidad	(%)	85.4
MFI	Virgen	g/10min	7.8
	Procesado	g/10min	7.8
GPC	M_n ($\cdot 10^4$)	Da	6.6
	M_w($\cdot 10^4$)	Da	35.3
	M_Z($\cdot 10^4$)	Da	102.6
	Polidispersidad	(M_w/M_n)	5.37
ASTM -D638 v = 2 mm/min	E	(GPa)	0.97±0.01
	σ_y	(MPa)	21.1±0.1

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

De las películas extruídas se cortaron probetas de tipo doble entalla agudizada (DDENT), esquematizadas en la Figura 1. Las dimensiones de estas probetas fueron W=60 y Z=90 mm, siendo la zona de agarre de 15 mm para cada mordaza. Los métodos de agudización para las entallas fueron los siguientes:

Tipo G: La agudización se llevó a cabo de manera convencional presionando una hoja de afeitar de acero nueva.
Tipo F: La agudización de las entallas se realizó utilizando un láser de femtosegundos o "femtoláser", capaz de cortar el polímero por ablación con pulsos de 120 fs de láser infrarrojo (795 nm) con una frecuencia de 1 kHz (oscilador Ti:zafiro, Tsunami-Spectra Physics), acoplado a un amplificador de energía del pulso (Spitfire, Spectra Physics).

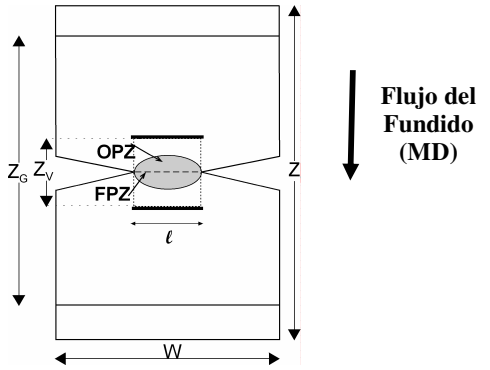


Figura 1: Esquema de la probeta DDENT indicando sus dimensiones características.

La ventaja de la ablación por femtoláser es la precisión con la que puede realizar la remoción de material en punta de la entalla sin llegar a fundirlo y con el mínimo daño térmico, evitando así la deformación del material. [6]

Las longitudes de ligamento nominal variaron entre 5 y 20 mm. La medición de las longitudes de ligamento se realizó con un proyector de perfiles (Starret Sigma VB 300) con una precisión de ±1μm. Los espesores de las probetas se midieron con un micrómetro (Mitutoyo) tomando el promedio de 3 mediciones en el rango de longitud de ligamento. Las marcas de referencia para el videoextensómetro fueron dibujadas como se muestra en la figura 1, a una distancia de separación Z_v igual a la longitud de ligamento nominal de cada probeta, según el método descrito por Gamez-Perez [7].

Las probetas fueron ensayadas en una máquina de ensayos universal (Galdabini SUN-2500) equipada con una celda de carga de 1kN a una velocidad de separación de mordazas de 2 mm/min y temperatura de 23ºC. La deformación se midió mediante el desplazamiento de las mordazas (CH) y con un videoextensómetro (VE) Mintron OS-65D CCD. También se realizó la filmación de cada ensayo con una cámara de video digital para determinar el momento de inicio de la propagación de la grieta. La micrografía se llevó a cabo en un microscopio óptico NIKON 104 a 10x y un Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM 5610 utilizando un voltaje de 10kV. Las muestras

para la microscopía electrónica se prepararon con un recubrimiento de oro.

Del ensayo se registraron las curvas de carga-desplazamiento (F-d) para cada probeta y se calculó el área de cada una como la energía total consumida (W_f). Mediante la regresión lineal de los valores de w_f frente a ℓ se obtuvieron w_e y βw_p con la ordenada en el origen y la pendiente, respectivamente. Así mismo se verificó la aplicabilidad de la técnica mediante el cumplimiento de los criterios descritos en el protocolo del TC4-ESIS [3]:

- Cedencia completa del ligamento antes de la propagación de la grieta.
- Rango de longitudes de ligamento válido

$$Máx\left(3-5\cdot t, 5mm\right) > \ell < Min\left(2\cdot r_p, W/3\right) \quad (3)$$

- Uniformidad tensional en condiciones de tensión plana
- Similitud en las curvas F-d.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La tabla 2 muestra el resumen de los parámetros de fractura para los dos tipos de entalla, así como los resultados obtenidos con el uso del videoextensómetro (VE) y sin el mismo (CH).

Tabla 2. Resumen de resultados de los parámetros de fractura

Tipo de Ensayo		w_e (kJ/m^2)	βw_p (MJ/m^3)
F	VE	100.22 ± 14.78	18.30 ± 1.20
	CH	102.21 ± 15.99	19.56 ± 1.30
G	VE	160.58 ± 5.67	17.46 ± 0.43
	CH	157.77 ± 6.52	19.36 ± 0.50

4.1. Influencia de la medida de la deformación

La evaluación de este aspecto se realizó mediante la comparación de los datos obtenidos utilizando el videoextensómetro (VE) contra aquellos en los que se consideró únicamente el desplazamiento de las mordazas (CH).

La figura 2 muestra las curvas de fuerza-desplazamiento de ambos métodos de los ensayos con entallas tipo G. Dado que el videoextensómetro sigue el desplazamiento de las marcas de las probetas a una distancia Z_v que varía de acuerdo a la longitud de ligamento nominal, se observan diferencias entre las curvas de ambos métodos, por ejemplo las curvas obtenidas usando el videoextensómetro presentan una pendiente inicial más pronunciada y menor deformación en la tensión a la cedencia. Estas diferencias evidencian que existe una parte de energía básicamente elástica que se encuentra almacenada fuera de las marcas. Así mismo la deformación total medida con el videoextensómetro al final de ensayo también es menor y por tanto el área resultante de las curvas F-d también se reduce. Esto último se debe a la energía viscoelástica almacenada en la probeta que no se libera de forma instantánea sino que es lentamente recuperada después del ensayo [7].

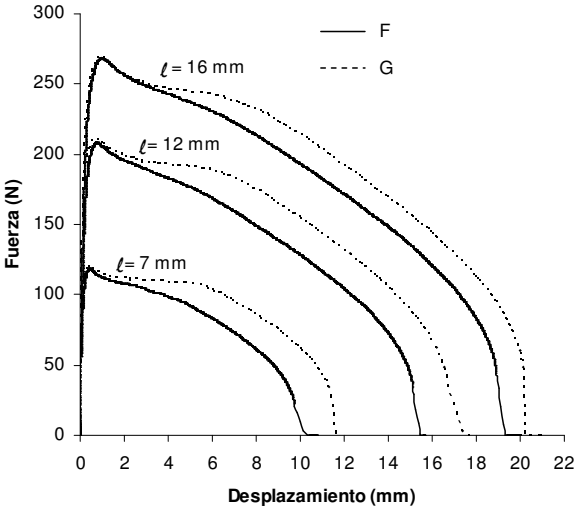


Figura 2. Curvas F-d de ensayos obtenidos con y sin videoextensómetro (VE y CH, respectivamente) para el tipo G.

Lo anteriormente descrito da como resultado que los valores calculados de w_f con el videoextensómetro sean menores y al obtener la regresión lineal para ambos métodos, se observa en la figura 3 que los valores de la intersección con la ordenada son muy similares, mientras que el valor de βw_p correspondiente a la pendiente de la recta es menor en el caso de VE.

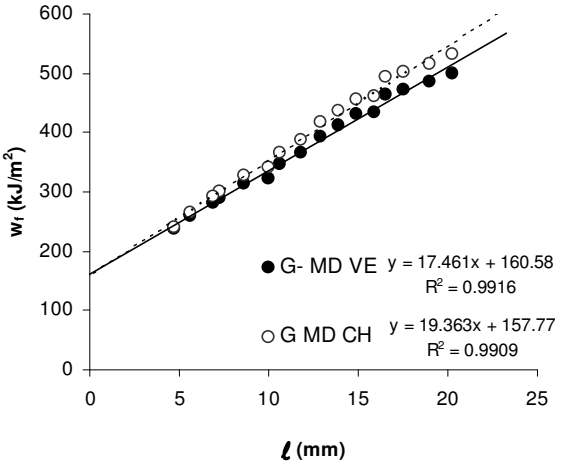


Figura 3. Efecto de la medida de la deformación con el uso del videoextensómetro (VE)

De acuerdo a la teoría del EWF, la energía real consumida en la zona de proceso de fractura (FPZ) se expresa mediante el trabajo esencial w_e, en tanto que todos los fenómenos de deformación plástica y disipación de calor están relacionados al término no esencial βw_p llevado a cabo en la zona plástica (OPZ),

donde se encuentra escondida la energía viscoelástica que puede almacenar el material pero que es recuperada después de la fractura, como se muestra en la figura 4. Como resultado, al medir la deformación considerando únicamente el desplazamiento de las mordazas se comete un error en la determinación del término plástico βw_p ya que no se lleva a cabo la separación de esta energía, mientras que al utilizar el videoextensómetro, la mayor parte de esta energía no es considerada, lo que explica las diferencias observadas en las pendientes y que indica que la medida de la deformación afecta únicamente al término plástico.

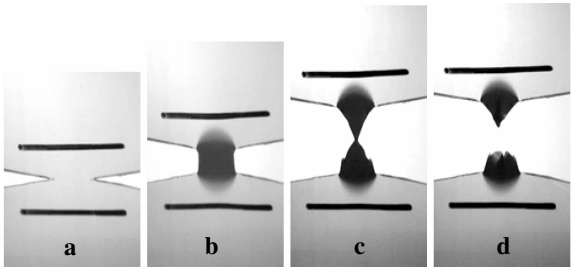


Figura 4. Efecto de la energía viscoelásticas liberada después del ensayo: a) Etapa inicial, b) Inicio de la propagación, c) Final del ensayo, d) Recuperación de energía viscoelástica.

4.2 Influencia del tipo de agudización de la entalla

En la figura 5 se presentan los gráficos de w_f contra la longitud de ligamento para los dos tipos de entalla estudiados.

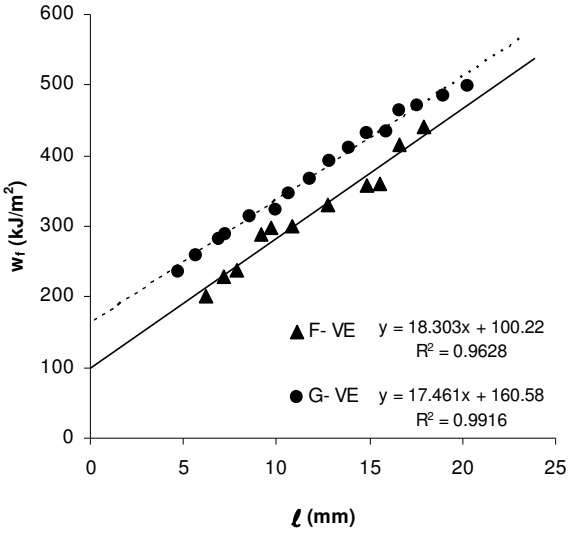


Figura 5. Determinación de los parámetros de fractura de los dos tipos de entalla con el uso del videoextensómetro.

Coincidiendo con los resultados presentados en un trabajo previo [8], se observa que ambas rectas son paralelas, lo que indica que existen pocas diferencias en el término no esencial βw_p, sin embargo los valores en la intersección con la ordenada varían notablemente, siendo menores aquéllos obtenidos por el método F.

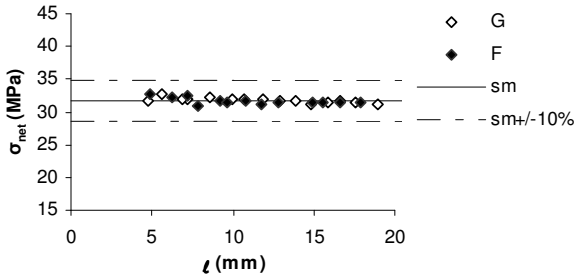


Figura 6. Verificación del criterio de uniformidad tensional.

La figura 6 muestra la verificación del criterio de uniformidad tensional para ambos métodos. Se observa que el valor de la tensión es igual independientemente del método de entalla y que para los dos casos se encuentra dentro del rango de ±10% del promedio de la tensión neta.

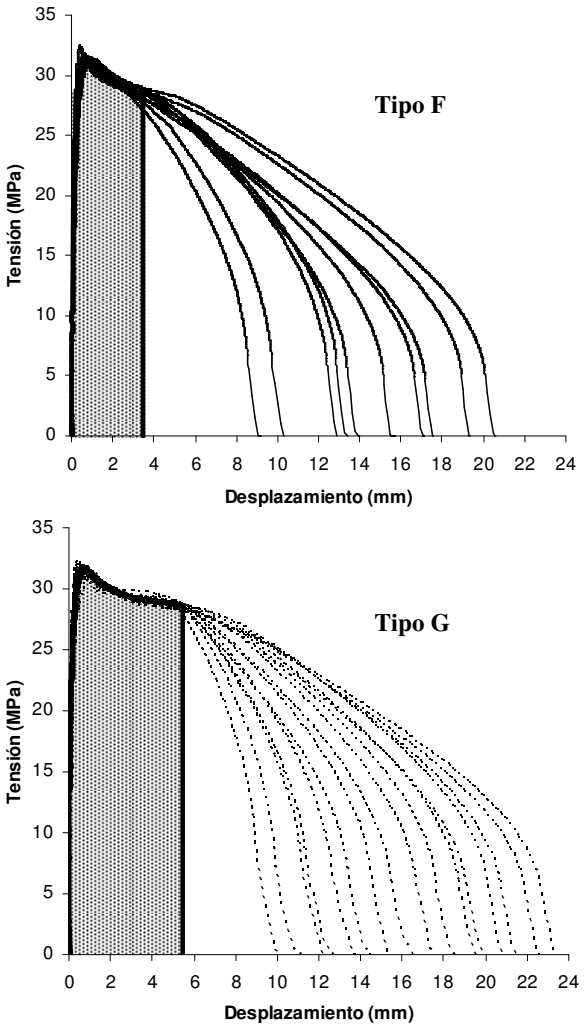


Figura 7. Verificación del criterio de similitud en las curvas tensión-desplazamiento. El área sombreada representa el valor de w_e

En la figura 7 se representan las curvas tensión-desplazamiento para cada método de agudización. Se observa que también se cumple con el criterio de similitud de las curvas. Así mismo el valor de la tensión es constante e independiente tanto del método de agudización como de la longitud de ligamento.

También en la figura 7 se representa por el área sombreada el valor w_e para cada método de entalla. Esta área pertenece a la primera parte de las curvas donde todas se encuentran superpuestas, a partir del punto donde termina el área sombreada la tensión en cada curva comienza a caer. Esta caída correspondería entonces al inicio de la propagación de la grieta que empieza antes en ligamentos más pequeños siendo el límite este punto, es decir w_e. Para el tipo F, la caída de la curvas comienza antes, esto es que en las entallas realizadas con el femtoláser la propagación de la grieta se inicia antes.

De acuerdo a esta interpretación el w_e corresponde al punto de inicio de la grieta, mientras que el βw_p es la propagación. Por tanto, el tipo de entalla afecta únicamente en el inicio de la propagación, pasado este punto, la energía de propagación es la misma en ambos casos, lo que explica que el valor de βw_p sea muy parecido para los dos métodos.

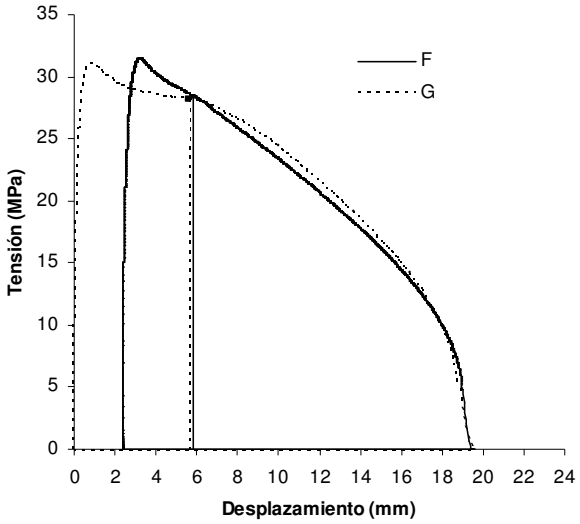


Figura 8. Superposición por las colas de las curvas tensión desplazamiento para ambos tipos de entalla con longitudes de ligamento similares. La línea vertical representa el valor de w_e para cada tipo de entalla.

Lo anterior puede observarse también en la figura 8 en donde se muestran, superpuestas por las colas, las curvas de cada tipo de entalla con longitudes de ligamento similares y el valor de w_e representado para cada una por la línea vertical. Nótese que área de propagación para ambos tipos de entalla son muy similares, lo que confirma que la energía para la propagación de la entalla no es afectada por el método de entalla, sino únicamente el inicio.

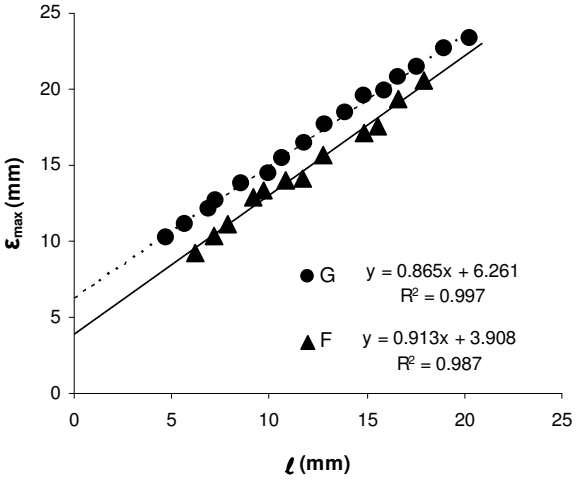


Figura 9. Desplazamiento máximo (ε_{max}) en función de la longitud de ligamento

Al graficar el desplazamiento máximo para cada curva en función de la longitud de ligamento en la figura 9. Se observa que también estas rectas son casi paralelas pero desplazadas, donde también en este caso, el valor en la intersección con la ordenada para el tipo F es más pequeño.

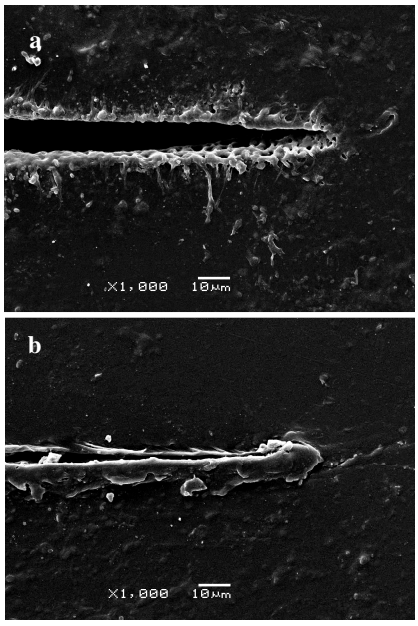


Figura 10. Micrografías MEB del método de entalla: a) Método F, b) Método G

Las micrografías en la figura 10, muestran las diferencias entre los dos tipos de agudización. Se observa que la entalla realizada por el método G muestra una menor agudeza ante la deformación plástica producida por el método de entalla, caracterizada por la acumulación de material delante de la punta de la entalla. Esta deformación puede llegar a frenar el

avance de la grieta, aumentando el nivel de enromamiento de la entalla, lo que explicaría el incremento de la energía para el inicio de la propagación. Mientras que en el método F, el material al ser removido con el femtoláser, no presenta este obstáculo y la grieta puede propagarse con mayor facilidad. Tal como se muestra en la figura 11, donde la zona de proceso del método G presenta mayor deformación que el tipo F.

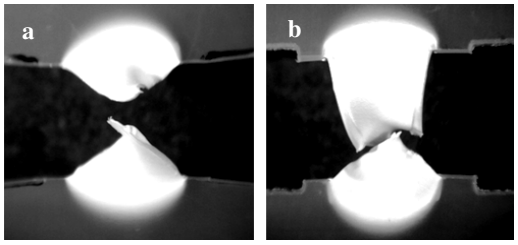


Figura 7. Características del tipo de fractura presentadas por los métodos de agudización estudiados: a) Tipo F, b) Tipo G

5. CONCLUSIONES

Se ha comprobado que los valores de los parámetros de fractura obtenidos mediante la técnica del EWF pueden ser afectados tanto por medida de la deformación como por la calidad de la entalla e incluso llegar a invalidar la aplicabilidad de la técnica.

El uso del videoextensómetro en la medida de la deformación permite realizar una correcta separación de la energía viscoelástica que se libera después del ensayo y que únicamente afecta a los valores del término no esencial $\beta w_{p.}$

Por otro lado, el método de entalla afecta solamente el inicio de la propagación que está relacionado con el trabajo esencial de fractura, mientras que la energía de propagación de la grieta es igual para ambos métodos, por lo cual el valor de βw_p no se afecta.

Las diferencias en el trabajo esencial de fractura se deben a la cantidad de deformación plástica producida por el método de agudización.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al MEC la financiación de este trabajo dentro del proyecto MAT2006-13354. A. Segovia agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) de México por la financiación de una beca doctoral.

REFERENCIAS

[1] KB Broberg. On stable crack growth, Journal of the Mechanics and Physics of Solids,. 23 (1975) 215-237.

[2] B Cotterell, JK Reddel. The essential work of plane stress ductile fracture, Int.J.Fract. 13 (1977) 267-277.

[3] E Clutton, Essential work of fracture, in: D.R. Moore APaJGW (Ed.), European Structural Integrity Society, Elsevier, 2001, pp. 177-195.

[4] EQ Clutton, ESIS TC4 experience with the essential work of fracture method, in: J.G. Williams and A. Pavan (Ed.), European Structural Integrity Society, Elsevier, 2000, pp. 187-199.

[5] JG Williams, M Rink. The standardisation of the EWF test, Engineering Fracture Mechanics. 74 (2007) 1009-1017.

[6] P Moreno, C Méndez, A García, I Arias, L Roso. Femtosecond laser ablation of carbon reinforced polymers, Applied Surface Science. 252 (2006) 4110-4119.

[7] J Gamez-Perez, O Santana, AB Martinez, ML Maspoch. Use of extensometers on essential work of fracture (EWF) tests, Polymer Testing. 27 (2008) 491-497.

[8] AB Martinez, A Segovia, J Gamez-Perez, ML Maspoch. Influence of femtolaser notch sharpening technique in the determination of Essential Work of Fracture (EWF) parameters. Eng.Fract.Mech. (2008). In Press.

PROPIEDADES MECÁNICAS A ESCALA NANOMÉTRICA DE YSZ Y GDC USADOS COMO ELECTROLITOS EN PILAS DE COMBUSTIBLE DE ÓXIDO SÓLIDO

M. Morales[1,2], J. J. Roa[1], M. Martínez[1], X. G. Capdevila[1], M. Segarra[1], S. Piñol[2]

[1] Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica,
Universidad de Barcelona, C/ Martí i Franquès,1 08028 Barcelona, España.
E-mail: mmorales@ub.edu

[2] Instituto de Ciencia de los Materiales de Barcelona, ICMAB-CSIC
Campus de la UAB, 08193 Bellaterra, Barcelona, España.
E-mail: salva@icmab.es

RESUMEN

El objetivo del presente trabajo es evaluar y comparar las propiedades mecánicas de los electrolitos basados en la circona estabilizada con itria ("*yttria stabilized zirconia*", YSZ) y ceria dopada con gadolinia ("*gadolinia doped ceria*", GDC), para pilas de combustible de óxido sólido (SOFCs). Ambos materiales, de 200 µm de espesor, se conformaron mediante prensado uniaxial y sinterizaron a 1350ºC. La dureza (*H*), módulo de Young (*E*) y tenacidad a fractura (K_{IC}) de los mismos se determinaron mediante la técnica de nanoindentación instrumentada, usando una punta Berkovich de diamante, para diferentes cargas aplicadas: 5, 10, 30, 100, 500 y 650 mN. Las huellas residuales de las indentaciones han sido observadas mediante microscopia electrónica de alta resolución (FE-SEM). Los resultados de *H*, *E* y K_{IC} del GDC fueron aproximadamente un 20% inferiores respecto a los del YSZ.

ABSTRACT

The main purpose of this work is to evaluate and compare the mechanical properties of the electrolytes based on yttria stabilized zirconia (YSZ) and gadolinia doped ceria (GDC), for solid oxide fuel cells (SOFCs). Both materials, with a thickness of 200 µm, were conformed by uniaxial pressing and sintered at 1350ºC. The hardness (*H*), Young modulus (*E*) and fracture toughness (K_{IC}) were characterized by means of instrumented indentation technique, using a Berkovich diamond tip, to different applied loads: 5, 10, 30, 100, 500 y 650 mN. The residual imprints were observed by field emission scanning electron microscope (FE-SEM). The results of *H*, *E* and K_{IC} of GDC were around 20% lower than YSZ.

PALABRAS CLAVE: Pilas de combustible de óxido sólido, Indentación Berkovich, Propiedades mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años, las pilas de combustible de óxido sólido (SOFCs) se han convertido en una prometedora alternativa a los sistemas actuales de generación de electricidad. Estos dispositivos se basan en la conversión de energía química en eléctrica de forma directa, empleando un combustible tal como hidrógeno, hidrocarburo o alcohol, y oxígeno como gas oxidante, lo cual permite la obtención de elevadas eficiencias así como de bajas emisiones contaminantes y acústicas **[1]**.

En general, las celdas de combustible constan básicamente de un ánodo donde el combustible es oxidado, un cátodo en el que el oxígeno es reducido y un electrolito. En las SOFCs, que operan a temperaturas relativamente elevadas (500-900ºC), el electrolito es un cerámico que separa los electrodos, los aísla eléctricamente y forma un puente iónico entre ellos. Las moléculas de oxígeno contenidas en el aire (oxidante), se reducen en el cátodo de la celda transformándose en iones O^{2-}, los cuales migran hacia el otro electrodo de la celda, el ánodo, a través del electrolito. Finalmente, en el ánodo, los iones O^{2-} reaccionan con el combustible (H_2, hidrocarburo o alcohol) para producir agua y/o CO_2 así como corriente eléctrica **[2].**

Usualmente, las SOFCs emplean electrolitos sólidos de circona estabilizada en fase cúbica con itria (YSZ, "*yttria stabilized zirconia*"), con una composición de 8-10% molar de Y_2O_3, ya que presentan una elevada conductividad iónica a temperaturas de 800-1000°C **[2]**. La generación de vacantes en la red cristalina, es el mecanismo que permite la conducción de los iones O^{2-}, debido a la substitución parcial de circonio (4+) por otro elemento de menor valencia, el itrio (3+).

Un tema de gran interés tecnológico, en el campo de las SOFCs, es el desarrollo de nuevos materiales para ser empleados como electrolito y/o electrodos adecuados para reducir la temperatura de operación de las celdas; de esta manera se evitan problemas de degradación por

choque térmico, problemas de estabilidad química de los materiales en atmósfera reductora u oxidante, reacciones en las intercaras [electrolito/electrodo]... lo que permite además de tener menos restricciones para la elección de los materiales de interconexión utilizados, reducir los costes y aumentar la vida útil del dispositivo.

Uno de los cerámicos más prometedores, para ser utilizado como electrolito en las SOFCs de temperatura intermedia (500-700ºC), es la ceria dopada con un 10-20% de gadolinia (GDC, "*gadolinia doped ceria*") **[3,4]**, la cual posee una conductividad aniónica mucho más elevada que el YSZ en dicho rango de temperaturas **[5].**

Además de estudiar las propiedades eléctricas, que son las que dan la funcionalidad a estos materiales, también es importante conocer sus propiedades mecánicas para poder reducir posibles tensiones residuales durante su proceso de conformación y operación. Los electrolitos deben poseer suficiente resistencia a la fractura (σ_c), tenacidad de fractura (K_{IC}) así como la resistencia a la termofluencia para mantener la integridad estructural en condiciones de servicio. El aumento de la resistencia mecánica de estos materiales puede ampliar el uso de las SOFCs hacia aplicaciones móviles. El incremento de la K_{IC} mejora la durabilidad del electrolito y su capacidad de resistir el ciclado térmico. Un aumento de la resistencia a la termofluencia mejora la estabilidad dimensional a elevadas temperaturas, cuando el electrolito se encuentra sometido bajo tensiones.

En la literatura se pueden encontrar bastantes estudios que cuantifican las propiedades mecánicas de las cerámicas de base circona dopadas con itria, especialmente del PSZ (circona parcialmente estabilizada) y TZP (circona tetragonal policristalina), debido a que hoy en día se emplean en varias aplicaciones estructurales **[6,7]**. A pesar de la importancia que adquieren las propiedades mecánicas de estos materiales en su proceso de fabricación así como durante su vida útil en servicio, no existen muchos trabajos completos sobre su respuesta a ensayos de nanoindentación. Esto se debe probablemente, en el caso del YSZ y sobretodo del GDC, a su reciente implantación y sus aplicaciones limitadas a los dispositivos electroquímicos. En la tabla 1, se muestra un resumen de las propiedades mecánicas (E, H y K_{IC}) más importantes del TZP **[7]**, YSZ **[8,9]** y GDC **[10,11]**.

El presente trabajo, se basa en el estudio de la estabilidad mecánica de electrolitos de YSZ y GDC a partir de la técnica de nanoindentación. Esta presenta varias ventajas con respecto a los ensayos mecánicos convencionales, tales como: i) es una técnica que permite realizar indentaciones selectivas, ii) requiere muy poco material de ensayo, sin la necesidad de preparar probetas estándares con unas geometrías y dimensiones definidas, y iii) técnica muy versátil que a partir de las curvas de carga-descarga (P-h) y utilizando el algoritmo de Oliver & Pharr **[12]** varias propiedades a partir de las curvas P-h y de una correcta estimación del área de contacto (A_c).

El principal inconveniente que presenta la técnica de indentación instrumentada, es la utilización de probetas plano paralelas para evitar componentes normales durante el ensayo de indentación.

Tabla 1. Valores de las propiedades mecánicas del TZP, YSZ y GDC.

Material	**Ensayo (*)**	**E (GPa)**	**H (GPa)**	**K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)**
TZP (2,5% Y_2O_3)	**NI**	240-260	16-18	4-10
YSZ (8% Y_2O_3)	**NI**	250-280	18-20	1,7-2,0
YSZ (8% Y_2O_3)	**IV**	200-220	12-15	1,3-2,0
GDC (20% Gd_2O_3)	**NI**	250-260	-	-
GDC (20% Gd_2O_3)	**IV**	170-200	9-12	1,0-1,3

** Las abreviaturas, NI e IV, se refieren al tipo de ensayo, nanoindentación instrumentada e indentación Vickers, respectivamente.*

El presente trabajo tiene como objetivo evaluar y comparar la H, E y K_{IC} de los electrolitos de YSZ y GDC, obtenidos mediante la técnica de nanoindentación instrumentada.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Preparación de las muestras

Se sintetizaron polvos de CeO_2 20% molar Gd_2O_3 ($Gd_{0.2}Ce_{0.8}O_{2-\delta}$, GDC) y ZrO_2 8% molar Y_2O_3 ($Y_{0.08}Zr_{0.8}O_{2-\delta}$, YSZ), con un tamaño de partícula nanométrico, por el método de sol-gel de acetil-acetonato partiendo de: $Ce(C_5H_7O_2)_3 \cdot (H_2O)_{1.5}$ (Alfa Aesar, 99.9% pureza) y $Gd(C_5H_7O_2)_3 \cdot (H_2O)_x$ (Alfa Aesar, 99.9% pureza); $Zr(C_5H_7O_2)_4$ (Alfa Aesar, 99.9% pureza) y $Y(C_5H_7O_2)_3 \cdot (H_2O)_x$ (Alfa Aesar, 99.9% pureza) **[13]**. A continuación, en el caso del GDC, se añadió un 2% en peso de $Co(C_2H_3O_2)_3$ para reducir la temperatura de sinterización del electrolito, tal y como se describe en la bibliografía **[14].** Posteriormente, los materiales de síntesis han sido caracterizados por difracción de rayos X (DRX) para verificar que no presentaban fases parásitas.

Finalmente, los materiales se conformaron mediante prensado uniaxial en frío a 500 MPa y se sometieron a un tratamiento térmico en atmósfera de aire a 1350°C durante 5 horas.

2.2. Ensayos de nanoindentación

Las nanoindentaciones se realizaron mediante un Nanoindenter XP (Agilent Technologies) equipado con el software Test Works 4 professional. Los ensayos de nanoindentación se efectuaron con una punta de diamante tipo Berkovich, a temperatura ambiente, aplicando diferentes niveles de carga (5, 10, 30, 100, 500 y 650mN). El tiempo de carga/descarga para cada una de las indentaciones realizadas fue de 15s. Cada valor de *H* y *E*, presentes en la tabla 2 y 3, es el resultado del promedio de 50 medidas realizadas para cada condición de ensayo.

Los valores de *H* y *E* se han determinado a partir del algoritmo de de Oliver y Pahrr **[12].** La *H* se ha obtenido a partir de las siguientes ecuaciones:

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

$$A_c = 24{,}5.h_c^{\,2} \quad (2)$$

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (3)$$

donde ε es la tensión (0,75 para un indentador tipo Berkovich); P_{max} es la carga máxima aplicada; A_c es el área de contacto indentador-muestra cuando el indentador se encuentra sometido a carga máxima; h_c y h_{max} son las profundidades de penetración de contacto y máxima, respectivamente; y S es la pendiente elástica obtenida a partir de la linealización de la curva de P-h ampliamente conocida como la rigidez del material **[12].** El valor de *E* de los materiales estudiados se determinaró a partir de la siguiente expresión:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} - \frac{1-\nu_i^{\,2}}{E_i} \quad (4)$$

dónde *E* y *v* son respectivamente el módulo de Young y el coeficiente de Poisson. El subíndice *i* representa el indentador (E_i = *1140 GPa*, v_i = *0,07* **[12]**. El módulo de Young reducido (E_r) se puede expresar en función de *S*, A_c y una constante (β) que depende de la geometría de la punta Berkovich (*para este tipo de indentadores presenta un valor de 1,034*), tal y como se muestra en la siguiente ecuación:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2 \cdot \beta} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (5)$$

El cálculo de la tenacidad a la fractura se realizó mediante fisuras tipo Palmqvist **[15]** la cual se muestra a continuación:

$$K_{IC} = k \sqrt{\frac{E}{H}} \cdot \frac{P}{c^{3/2}} \quad (6)$$

dónde *P* es la carga aplicada, *c* es la longitud de la fisura (desde el centro de contacto de la indentación hasta el final de la fisura), *E* es el módulo elástico de la muestra, *H* es la dureza obtenida a partir de los ensayos de nanoindentación y *k* una constante adimensional (0,016). Las longitudes de las grietas producidas por la indentación se midieron a partir de las imágenes obtenidas mediante microscopia electrónica de alta resolución (FE-SEM).

2.3. Caracterización microestructural

Las huellas residuales se han observado mediante microscopia electrónica de alta resolución (FE-SEM), Hitachi H-4100 (SCT Barcelona).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 1, nos muestra que para la misma carga de estudio, las muestras de YSZ presentan una menor profundidad de penetración que las de GDC. Por consiguiente, la $H_{YSZ} > H_{GDC}$.

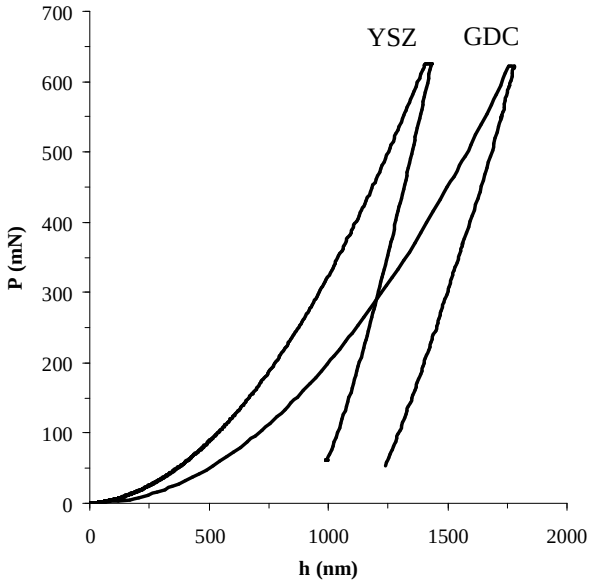


Figura 1. Curvas P-h de ambos electrolitos obtenidas para cargas aplicadas elevadas.

En la tabla 2, se muestran los valores de *H* y *E* obtenidos mediante nanoindentación para ambos materiales a diferentes valores de carga aplicada.

Tabla 2. Valores de las propiedades mecánicas de los electrolitos de YSZ y GDC.

	YSZ		GDC	
Carga (mN)	**E (GPa)**	**H (GPa)**	**E (GPa)**	**H (GPa)**
5	305 ± 19	33,2 ± 1,6	251 ± 32	21,8 ± 1,0
10	296 ± 22	31,5 ± 1,4	244 ± 30	20,6 ± 0,9
30	279 ± 18	21,6 ± 0,7	228 ± 22	16,2 ± 1,2
100	276 ± 16	19,8 ± 0,9	224 ± 18	15,2 ± 0,5
500	275 ± 13	19,3 ± 1,2	224 ± 16	14,8 ± 0,9
650	275 ± 15	19,2 ± 0,8	223 ± 13	14,8 ± 1,1

Entre los valores obtenidos de *H* y *E*, para cada material, se apreciaron diferencias significativas en función de la carga aplicada. Ambos tienden a disminuir a medida que la carga aplicada aumenta. Para cargas superiores a 30 mN, se observa una estabilización tanto de la *H* como del *E*. Este fenómeno, se debe principalmente a la contribución de los defectos superficiales (tales como maclas, dislocaciones, rugosidades superficial, porosidad ocluida,...), tanto mayor cuanto más grande es la superficie a estudiar.

Debido a la presencia de todos estos defectos a profundidades de penetración pequeñas (cargas comprendidas entre 5 - 10 mN), se puede producir una mala estimación del punto de contacto indentador-muestra y obtener resultados de *H* y *E* con valores superiores a los esperados, ampliamente conocido como "*size-effect*" **[12].**

En la tabla 3, se muestran los valores de *H*, *E* y K_{IC} obtenidos, mediante nanoindentación, aplicando cargas superiores a los 10 mN. De esta manera se reduce la contribución del fenómeno del tamaño de indentación (*indentation size effect*) para ambos materiales.

Tabla 3. Valores de las propiedades mecánicas de los electrolitos de YSZ y GDC.

	YSZ	GDC
H (GPa)	19,2 ± 0,8	14,8 ± 1,1
E (GPa)	275 ± 15	223 ± 13
K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	2,7 ± 0,2	2,1 ± 0,2

En dicha tabla, se aprecia que la *H* y *E* obtenidos para el YSZ son superiores a los del GDC. Estos resultados son más altos que los encontrados bibliográficamente mediante métodos convencionales, debido a que el método de Oliver & Pharr no tiene en cuenta las fuerzas laterales durante la deformación **[16].**

La figura 2, nos muestra una curva P-h para el GDC, en la cual se puede observar un cambio de tendencia, conocido como *pop-in*. Cuando esto ocurre a profundidades de penetración de algunos *nm*, este cambio de tendencia se atribuye a la transición elasto-plástica de los materiales y mediante las ecuaciones de Hertz **[17]**. Entonces, durante los primeros contactos indentador-muestra la curva de carga presenta una tendencia Hertziana ($P \propto h^{3/2}$), mientras que cuando se supera el límite elástico (σ_e), la curva cambia de tendencia y describen una parábola ($P \propto h^2$). Sin embargo, en dicha figura se observa que el cambio de tendencia ocurre a profundidades de penetración alrededor de los 1500 nm. Por consiguiente, se cree que durante el proceso de carga se generan microgrietas o se produce un colapso de la microestructura que produce esta desviación.

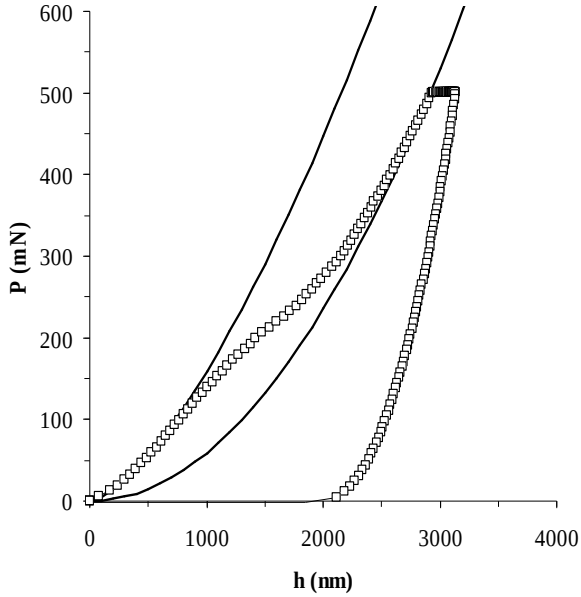


Figura 2. Curva P-h de un electrolito de GDC, para una carga aplicada de 500 mN, dónde se aprecia la existencia de una discontinuidad (pop-in).

En la figura 3, se observa porosidad en la zona colindante de la indentación, la cual fragiliza el material originando el desconchamiento de varios granos próximos.

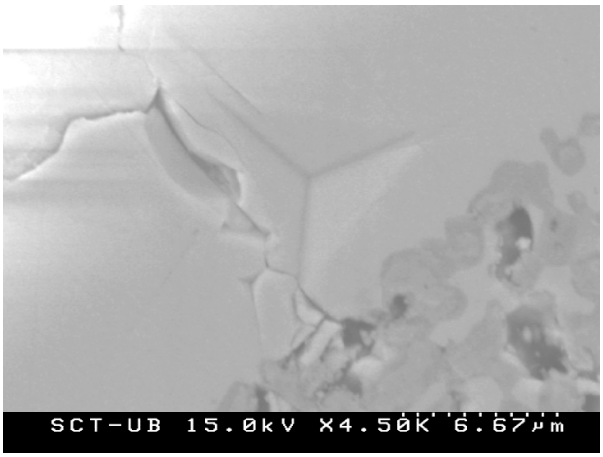


Figura 3. Imagen de una Indentación obtenida mediante FE-SEM, sobre un electrolito de GDC, para una carga aplicada de 500 mN.

En la figura 4, se muestra una indentación residual a 650 mN de carga aplicada para el YSZ. En ella, se aprecia la generación de microgrietas desde los vértices de la indentación (*fisuras tipo Palmqvist*). También se puede observar la existencia de un mecanismo de fractura de tipo descohesión transgranular, común en ambos electrolitos, puesto que las fisuras avanzan rectilíneamente a través de los granos.

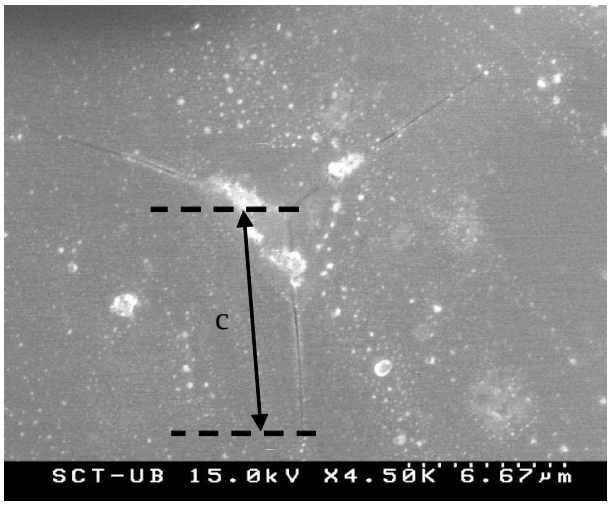


Figura 4. Imagen de una indentación obtenida mediante FE-SEM, sobre un electrolito de YSZ, para una carga aplicada de 650 mN.

A partir de la medida directa de la longitud de la grieta con la escala micrométrica y la ecuación 6, se ha determinado los valores de K_{IC} tanto para el YSZ como el GDC; dando unos valores de 2,7 ± 0,2 y 2,1 ± 0,2 $MPa \cdot m^{1/2}$, respectivamente (ver tabla 3). Ambos valores son más elevados que los encontrados en la literatura, lo cual se justifica por el pequeño tamaño de grano medio, inferiores a 3 µm para ambos materiales, debido a que tanto la temperatura como el tiempo de los tratamientos térmicos de sinterización de estos electrolitos han sido bajos (1350ºC durante 5 h) **[18]**. Como las fisuras son de tipo transgranular, los límites de grano son más resistentes que los granos. Por tanto, los límites de grano constituyen un obstáculo para la propagación de la grieta. Si se lograra incrementar la densidad de límites de grano, entonces se observaría un aumento de la K_{IC} así como de la *H* debido a que el avance de la fisura sería más lento.

No obstante, las tenacidades de fractura obtenidas son muy inferiores comparadas con otros tipos de cerámicas de base circonas (TZP, PSZ y ZTC), cuyos valores se situan entre 4 y 10 $MPa \cdot m^{1/2}$ dependiendo de la cantidad de estabilizante y del tamaño de los granos tetragonales. Esto es debido a la presencia de fase tetragonal en dichas circonas, la cual es metaestable a temperatura ambiente. Así, al aplicar una tensión suficiente sobre un grano de circona tetragonal, este se transforma en un grano monoclínico variando así su volumen. Este cambio estructural, denominado transformación martensítica, proporciona a la circona estabilizada la capacidad de frenar la propagación de una grieta dentro de la misma, ya que el aumento de volumen producido por dicha transformación (~4%), genera tensiones de compresión entre los granos que producen un incremento del factor de intensidad de tensiones K_{IC} en la grieta **[19]**. Sin embargo, el YSZ no posee esta propiedad, ya que sólo contiene cristales de fase cúbica, la cual es totalmente estable, y por tanto, no puede tener lugar transformación alguna.

4. CONCLUSIONES

La nanoindentación instrumentada es una técnica muy versátil que permite obtener una amplia variedad de propiedades mecánicas de los electrolitos evaluados, incluso después de llevar a cabo su caracterización eléctrica, sin necesidad de preparar probetas estándares.

Se ha determinado el módulo de Young (E), la dureza (H) y la tenacidad a fractura (K_{IC}) para el GDC, del cual no existen muchos trabajos en la literatura sobre su respuesta a ensayos de nanoindentación: 223 ± 13 GPa, 14,8 ± 1,1 GPa y 2,1 ± 0,2 $MPa \cdot m^{1/2}$, respectivamente.

El YSZ posee unas prestaciones mecánicas superiores al GDC, alrededor de un 20% en *H, E y* K_{IC}. Por tanto, se pueden considerar que las propiedades mecánicas, para ambos materiales, son comparables y la substitución del electrolito de GDC por el de YSZ en las SOFCs, desde un punto de vista de comportamiento mecánico, es factible.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia por el soporte proporcionado a través del proyecto MAT2008-06785-C02-01 y a la Xarxa de Referència en Materials Avaçats per a l'Energia (XaRMAE, Generalitat de Catalunya) por el soporte económico. A los Serveis Cientificotécnics

(Universidad de Barcelona) por los valores obtenidos de SEM.

REFERENCIAS

[1] N.Q. Minh, *Ceramic fuel cells*, J. Am. Ceram. Soc. 76 (1993) 563-588.

[2] U.S. Department of Energy Office of Fossil Energy National Energy Technology Laboratory, *Fuel Cell Handbook (Seventh Edition)*, (2004).

[3] C. Kleinlogel, L.J. Gauckler, *Sintering and properties of nanosized ceria solid solutions*, Solid State Ionics 135 (2000) 567-573.

[4] S. Wang, H. Inaba, H. Tagawa, T. Hashimoto, *Nonstoichiometry of $Ce_{0.8}Gd_{0.2}O_{1.9-x}$*, J. Electrochem. Soc. 144 (1997) 4076-4080.

[5] E.B. Ramírez, A. Huanosta, J.P. Sebastian, L. Huerta, A. Ortiz, J.C. Alonso, *Structure, composition and electrical properties of YSZ films deposited by ultrasonic spray pyrolysis*, J Mater Sci (2007) 42:901-907.

[6] R.H.J. Hannink, P.M. Kelly, B.C. Muddle, *Transformation toughening in zirconia-containing ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 83, (2000) 461-487.

[7] D. Casellas, F. L. Cumbrera, F. Sánchez-Bajo, W. Forsling, L. Llanes, M. Anglada, *On the transformation toughening of Y–ZrO2 ceramics with mixed Y–TZP/PSZ microstructures*, J. Eur. Ceram. Soc. 21, (2001) 765-777.

[8] K. Sato, H. Yugami, T. Hashida, *Effect of rare-earth oxides on fracture properties of ceria ceramics*, *J. Materials Science* 39 (2004) 5765-5770.

[9] T. Ishida, F. Iguchi, K. Sato, T. Hashida, H. Yugami, *Fracture properties of $(CeO_2)_{1-x}(RO_{1.5})_x$ (R=Y, Gd, and Sm; x =0.02–0.20) ceramics*, Solid State Ionics 176 (2005) 2417-2421

[10] Y. Wang, K. Duncan, E.D. Wachsman, F. Ebrahimi, *The effect of oxygen vacancy concentration on the elastic modulus of fluorite-structured oxides Muddle*, Solid State Ionics 178 (2007) 53-58.

[11] D.W. Stollberg, W.B. Carter, J.M. Hampikian, *Nanohardness and fracture toughness of combustion chemical vapor deposition deposited yittria stabilized zirconia–alumina films*, Thin Solid Films 483 (2005) 211-217.

[12] W. Oliver and G. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, Journal of Materials Research, 7 (1992) 1564-1583.

[13] S. Piñol, *Stable single-chamber solid oxide fuel cells based on doped ceria electrolytes and $La_{0.5}Sr_{0.5}CoO_3$ as a new cathode*, Fuel Cells Science and Technology 3 (4) (2006) 434-437.

[14] D. Pérez-Coll, D. Marrero-López, P. Núñez, S. Piñol, *Grain boundary conductivity of $Ce_{0.8}Ln_{0.2}O_{2-\delta}$ ceramics (Ln = Y, La, Gd, Sm) with and without Co-doping*, J.R. Frade, Electrochimica Acta 51(28) (2006) 6463-6469.

[15] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer New York (2002).

[16] W. Oliver, G. Pharr, *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology*, J. Mater. Res. 19(1) (2004) 3-20.

[17] E. Jiménez-Piqué, Y. Gaillard, M. Anglada, *Instrumented indentation of layered ceramic materials*, Key Engineering Materials 333 (2007) 107-116.

[18] V. Menvie Bekale, G. Sattonnay, C. Legros, A.M. Huntz, S. Poissonnet, L. Thomé, *Mechanical properties of cubic zirconia irradiated with swift heavy ions*, Journal of Nuclear Materials 384 (2009) 70-76.

[19] T. Courtney, *Mechanical Behavior of Materials*, Segunda edición, Estados Unidos, McGraw-Hill International, 2000, 85-97.

DEBRIS AND 1/f NOISE IN SLIDING FRICTION UNDER WEAR CONDITIONS

M. Duarte[1], I. Vragovic[1], J.M. Molina[1,2], R. Prieto[1,2], J. Narciso[2], E. Louis[3]

[1] Departamento de Física Aplicada and Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante, San Vicente del Raspeig, 03690 Alicante, Spain.

[2] Departamento de Química Inorgánica and Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante, San Vicente del Raspeig, 03690 Alicante, Spain.

[3] Departamento de Física Aplicada, Unidad Asociada del CSIC and Instituto Universitario de Materiales, Universidad de Alicante, San Vicente del Raspeig, 03690 Alicante, Spain.
E-mail: Enrique.louis@ua.es

RESUMEN

Resultados experimentales recientes indican que la fuerza de fricción, en experimentos de fricción deslizante bajo un alto nivel de abrasión, es autosimilar y tiene un espectro de potencias del tipo 1/f. En la totalidad de la modelización llevada a cabo para entender este comportamiento se ha olvidado un factor esencial: el papel de los fragmentos de desgaste. En el presente trabajo se describen experimentos de fricción deslizante en los que se eliminan o no los fragmentos de desgaste mediante un flujo de aire sintético. Un modelo basado en un oscilador armónico amortiguado y forzado con una fuerza de fricción con dos términos, uno aleatorio que describe la rugosidad superficial y otro inversamente proporcional a la cantidad de fragmentos de desgaste, permite racionalizar los resultados experimentales. Los resultados que aquí se presentan prueban sin ambigüedad el papel primordial de los fragmentos de desgaste en el carácter 1/f de la fuerza de fricción en fricción deslizante bajo un alto nivel de abrasión.

ABSTRACT

It has been shown that the friction force time series in sliding friction under wear conditions is self-similar and has a 1/f power spectrum. Albeit a variety of models, mostly inspired in the field of earthquakes, have been explored, an important factor was overlooked: the role of debris. This work describes sliding friction experiments on steel with alumina pins, carried out with and without debris blowing, that prove the role of loose debris in determining the 1/f character of the friction force. A damped-forced harmonic oscillator with two friction terms, one purely random and another inversely proportional to the amount of loose debris, calculated by means of a modified sand-pile model, is proposed to describe the dynamics of friction under wear conditions.

KEYWORDS: friction, wear, debris, sand-pile model, 1/f noise.

1. INTRODUCTION

Depending upon the sliding speed and the elastic properties of the experimental device three regimes have been identified in sliding dynamics [1]: i) the steady regime characterized by a constant friction force, ii) a stick-slip regime in which the friction force varies periodically with time, and, iii) stick-slip with a friction force showing irregular fluctuations. Experimental studies indicate that whereas regime ii) shows up whenever wear effects are weak [2], regime iii) has been observed in several systems having in common the presence of strong wear effects [3-6]. In the latter case experiments suggest that the power spectrum of the friction force time series has a 1/f character [3-6]. Earlier theoretical or numerical analyses of this issue triggered a vivid debate [7,8], even though the various features that friction and wear share with earthquakes, phenomena in which Self Organized Criticality (SOC) and 1/f noise had been identified [9]. More recently, it was proposed to combine a Tomlinson-like and a modified Robin Hood model [4], to describe both high and low frequency regions of the friction force power spectrum. None of these models, however, take into account a key ingredient in sliding friction under wear conditions, namely, debris that are generated at the contact area. The role of debris in sliding friction is well documented [10-15]. Depending on the system at hand, debris may favor plowing of the worn surface, thus increasing the friction coefficient [12], or form a protective tribo-layer [12-15] that decreases friction and subsequently wear. Moreover, if debris are loose [14] they may act as a fluidized bed that also reduces friction. These effects are usually concomitant, and, which of them predominates, depends on the type, morphology and size of debris.

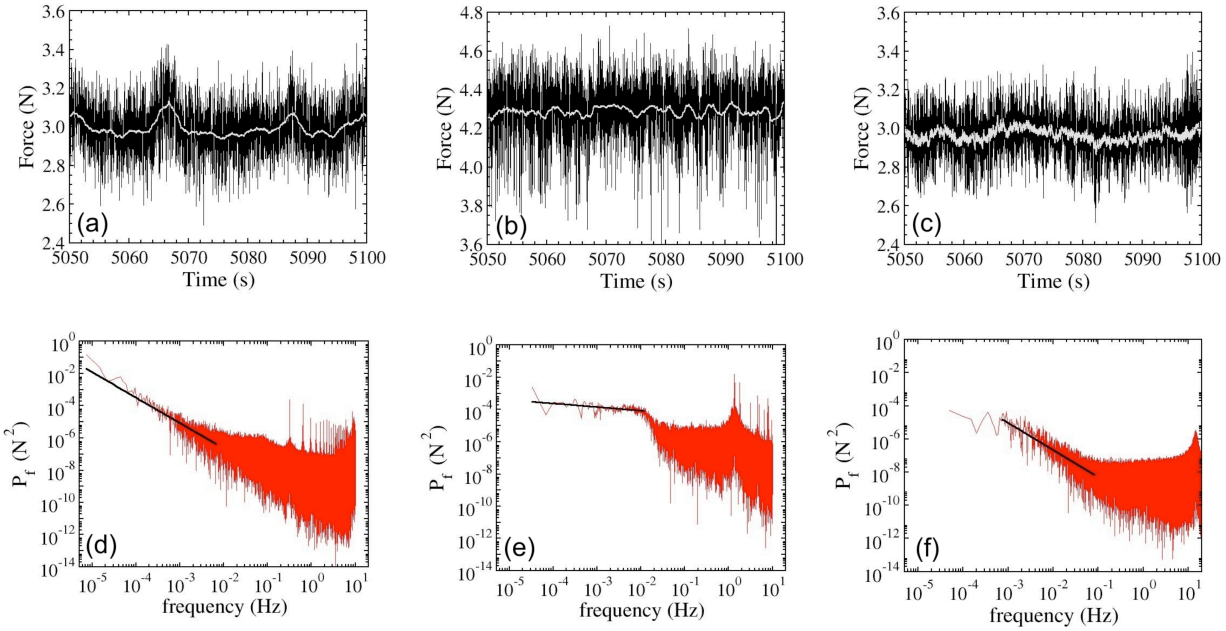


Figure 1. a,b,c) Friction force vs. time derived from sliding friction experiments on SAE 52100 steel with an alumina pin, carried out at a load of 10 N and a speed of 1 cm/s, and without and with debris blowing (a and b, respectively); c depicts the numerical results of the model described in the text. The thick white curves are running averages over 200 points of the data. d,e,f) Power spectra of the previous friction force time series. In the case of experimental data (d and e) the Discrete Fourier Transform was done over sets containing 3×10^6 data points. The straight lines are least square fits of a power law $P_f \propto f^{\beta}$, with $\beta = 1.58$ without removal of debris (d), $\beta = 0.23$ when debris are blown away (e) and $\beta = 1.64$ corresponding to simulations (f). Raw data, without any filtering or averaging, are plotted.

In this work we investigate the effects of debris on the power spectrum of the friction force. To this end, dry sliding friction experiments were carried out on a pin-on-disc equipment with or without blowing debris. Due to the characteristics of the experimental set up, the sample material (steel) and the pin material (alumina spheres) wear effects are expected to be strong and debris (oxidized iron particles) be mostly loose. The results show that *loose debris are determinant in what concerns the 1/f character of the friction force*.

2. MATERIALS AND EXPERIMENTAL PROCEDURES

Dry friction experiments were carried out in a CSEM Instruments Pin-on-disk Tribometer. Static and dynamic measurements allowed to determine the spring constant of the apparatus k = 59 kN/m, and its characteristic frequency ω_0 = 92 rad/s, and estimating the average value of the damping constant b = 65 Ns/m. Experiments were carried out on samples of SAE 52100 steel, 20 mm in diameter and 5 mm thick, cut from commercial rods and polished. Care was taken to ensure good surface finishing and that the two disc faces were parallel. A container with silica gel was placed close to the sample. Alumina pins (spheres) 6 mm in diameter were used. The sample, in contact with the alumina pin, rotates at a fixed speed producing a wear track of average radius 0.5 cm. The friction force versus time $F(t)$ was recorded using a DAQ card controlled by LabVIEW. It was checked that internal machine fluctuations had much smaller amplitude than those of the friction force. Experiments were carried out at applied loads of Q=5-10 N and sliding speeds of 1-10 cm/s, without or with debris blowing by means of a synthetic air jet (20\% O_2, 80\% N_2, water ≤ 3ppm and hydrocarbons ≤ 0.1 ppm). Debris produced during the experiments were examined visually and by means of Scanning Electron Microscopy. Almost all debris appeared to be oxidized (showing the typical reddish color of iron oxides) as confirmed by EDAX. No appreciable agglomeration was observed, most of the wear debris being loose.

As several studies indicate that 1/f noise is a low frequency effect [16], long distance experiments were carried out to go as far as possible into the low frequency region of the spectrum. In order to attain long enough distances, data were taken in most cases at frequencies in the range 20-100 Hz (it was checked that no relevant events occur beyond this frequency). Only data recorded beyond the transient, the time interval required to initiate the wear track and over which the friction force varies abruptly, were used to derive the power spectrum. Data sets were analyzed either as a whole (sets containing up to three million points) by means of Discrete Fourier Transform (DFT), or in batches, so that the amount of data used in applying Fast

Fourier Transform (FFT) algorithms was a power of 2 (actual batches varied from 2^{19} to 2^{21} data points) from which an average power spectra was obtained. In general DFT was preferred as it did not put any limitation on batch size. Anyhow, it was checked that both procedures led to similar results.

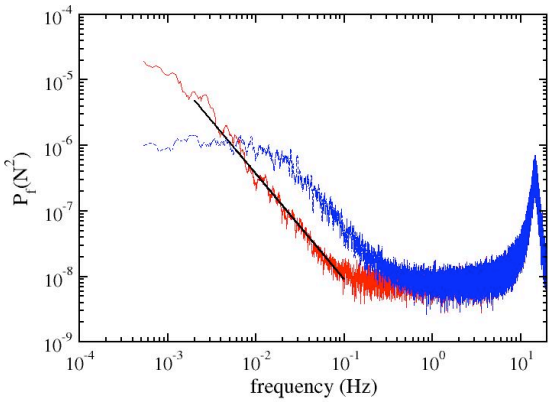


Figure 2. Power spectra (in N^2) of the friction force time series derived from the model proposed here to describe the effects of debris. The Discrete Fourier Transform was done over sets containing 20×10^6 data points. The plotted curves represent running averages over 20 points of DFT data (compare to Fig. 1f). The results correspond to simulations carried out on clusters of the square lattice with periodic boundary conditions of sizes 32 × 32 (blue curve) and 100 × 100 (red curve). The exponent obtained in the latter case for a fitting over the range 2×10^{-3}-10^{-1} is -1.65.

3. MODELLING

The model basic assumption is that the position of the pin vs. time (the measured magnitude) is governed by the equation of motion of a forced and damped harmonic oscillator,

$$\frac{k}{\omega_0}\frac{d^2x(t)}{dt^2} + b\frac{dx(t)}{dt} + \omega_0^2 x(t) = F(t) \qquad (1)$$

Two terms are included in the friction force $F(t)$: one related to loose debris, assumed to reduce friction and, thus, inversely proportional to the amount of debris, and another accounting for the random profile of the sample surface,

$$F(t) = -sign\left(\frac{dx(t)}{dt}\right)\left[(1-p)\frac{f_A}{D(t)} + p\left(f_B + \sigma\varepsilon\right)\right] \qquad (2)$$

where $D(t)$ is the total amount of debris on the pin/sample contact area at time t, f_A and f_B are model parameters, ε is a random Gaussian variable of amplitude σ and, finally, $p \in [0,1]$ is the contribution of the random profile (for p=1 the 1/f exponent is zero). Thus, the model has three constants characteristic of the apparatus (k, ω_0, and b) and four model parameters f_A, f_B, σ and p). In addition, it is proposed to calculate $D(t)$ a sand-pile-like model [17,18] that we believe to be adequate in this case. Our choice is a local model having the critical slope as the ordering parameter (i.e. there is no explicit limit on the amount of grains per cell). Model features and parameters are the following: i) η is the amount of material added at each time step to a randomly chosen site, ii) being h the local height, material is transferred whenever the slope (height difference between neighboring sites) is larger than a critical value Δh_{max}, iii) δ the amount of material transferred whenever the previous condition is fulfilled, iv) in order to avoid formation of a single hill of material, cells were arranged into $L \times L$ clusters of the square lattice with periodic boundary conditions and the excess material was removed at a given rate (also assumed to be δ) through mobile drain-cells whose amount is a fraction p_{dc} of the total number of cells in the system (L^2), and, v) the positions of the drain cells were updated every τ steps. The drain cells introduced in iv) account for a variety of debris removal events, one of them being sticking on the surface, a process that occurs along the experiments.

4. RESULTS

Experimental results for the friction force time series without and with debris blowing are shown in Figs. 1a and 1b, respectively. Raw data are plotted to avoid any biasing. It is noted that the friction force is higher when debris are removed; in addition, fluctuations are also significantly stronger in that case. Although running averages, also shown in the Figures, indicate some differences in the inner structure of the two time series, the effects of blowing are not apparent. Remarkable differences do instead emerge upon Fourier transforming, as the results of Figs. 1d and 1e clearly indicate. At frequencies higher than 0.1 Hz both Fourier Transforms (FT) show similar noisy patterns. In particular, Fig. 1d shows a series of sharp peaks starting at 0.318 Hz, a frequency which coincides with the inverse of the time needed to complete a full rotation at the speed at which those experiments were carried out (1 cm/s). It was checked that the subsequent peaks are the harmonics of that frequency. As suggested in [6] this peak series is probably due to sample non-horizontality (blowing distorts this simple picture, see Fig. 1e). Other effects, such as aliasing, or the white noise signal coming from surface randomness may also pollute the high frequency end of the spectrum [6]. Having taken note of this, and recalling the fact that 1/f noise is a low frequency effect, we concentrate on the region of the spectrum below 0.01 Hz. At low frequencies, the friction force time series derived from experiments carried out without removing debris show a power spectrum that admits a power law fitting over a range covering at least three decades (from approximately 7×10^{-6} up to 7×10^{-3} Hz, see Fig. 1d). This is an unambiguous signature of a 1/f spectrum. In turn,

removing debris takes out to a great extent all signs of 1/f behavior, leading to a power spectrum that does not admit a reasonable power law fitting. However, if one insists in doing such a fit, it is feasible over a range covering around two decades (see Fig. 1e) but with an exponent of -0.23, to be compared with the exponent -1.58 found in the case without debris removal (see caption of Fig. 1). Such a low exponent is closer to white noise than to standard 1/f behavior.

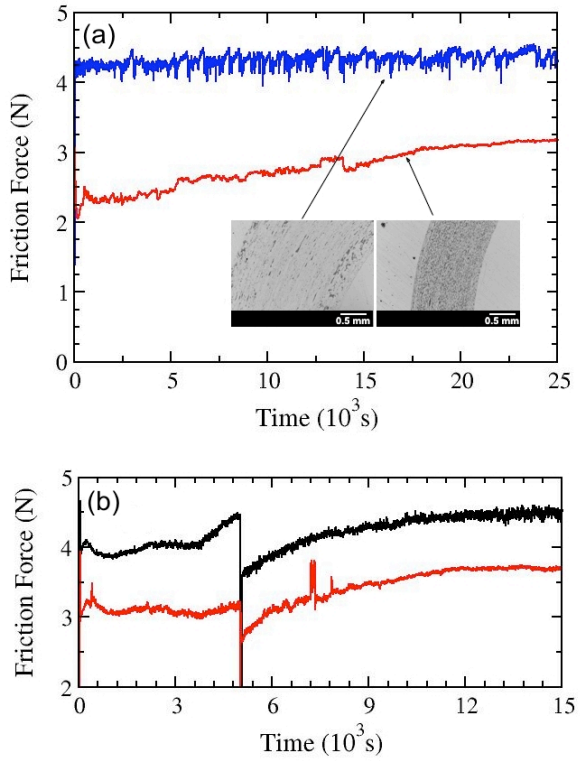


Figure 3. Running averages of the friction force vs. time, derived from experiments carried out on SAE 52100 steel with an alumina pin at a load of 5N and a sliding speed of 10 cm /s. Data were taken at 20 Hz and averages were done over successive ranges of 50 s. a) Experiments carried out with (blue upper curve) and without (red lower curve) debris blowing. Wear tracks are also shown. b) Experiments carried out without debris blowing, stopped after 5000 s and debris removed either by blowing (red line) or in an ultrasound bath (black line, displaced 1 N upwards) and reinitiated thereafter.

Figs. 1c and 1f show the results for the force time series and its DFT derived from this model. Parameters were chosen to reproduce the measured values of the friction force and of the actual 1/f exponent: f_A = 22 N, f_B = 4 N, σ = 4 N and p= 0.05 in the equation of motion, a system of size L=100, and η =10, δ=2, Δh_{max} = 6, p_{dc} =0.001$ and τ = 10 in the sand-pile model (this gives an exponent for p=0 of -1.83). The resulting time series has a pattern similar to the experimental series (see Figs. 1a-1c) while its Fourier transform shows a well-defined 1/f character over at least two decades, with an exponent of -1.65 similar to that found without debris removal (see Fig. 1). At low frequencies the spectrum flattens, a behavior which likely is a size effect: as shown in Fig. 2, the low frequency flat zone is much wider for L=32 (in this system we took η =1) than for L=100. Flatness at high frequencies is a consequence of the friction term related to surface randomness and is compatible with the experimental power spectra. Finally, we note that the running averages in Fig. 2 reveal more clearly the power law than the raw data of Fig. 1f.

Running averages of the friction force are shown in Fig. 3. It is first noted the much larger friction force obtained when debris are removed. This is due to the lubricating role that a layer of mobile debris plays. In addition, when debris are removed the friction force increases abruptly at the beginning remaining constant thereafter (fluctuations to be discussed later), whereas in the case without debris removal the friction force remains increasing slowly up to rather long times. This apparent difference can be rationalized by noting that the roughness of the wear track in the latter case increases along the experiment (see Fig. 3a) due to sticking of debris onto the sample surface, an effect that is much weaker in the case of debris removal. Increasing the surface roughness produces a reduction of the mobility of the debris layer, thus increasing friction. Fluctuations that survive the average process are significantly larger in the case of debris removal probably due to the shock absorber role played by debris. Finally, note the large difference between the wear tracks in the two cases, being wider and "cleaner" when debris are removed in accordance with stronger wear effects (in deep tracks, such as that in the Figure, debris may accumulate close to the track walls).

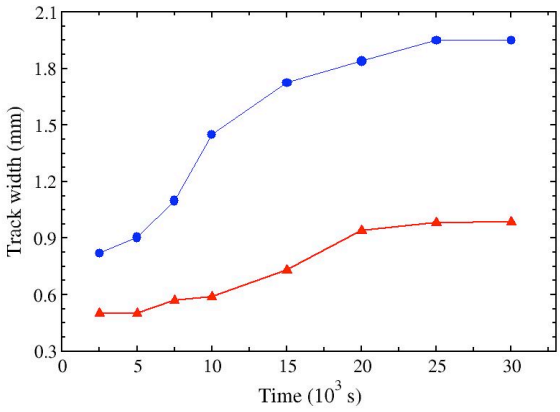


Figure 4. Track width versus sliding time derived from experiments carried out on SAE 52100 steel with an alumina pin at a load of 5N and a sliding speed of 10 cm /s. Data were taken at 20 Hz. Experiments were carried out with (circles) and without (triangles) debris blowing.

As noted in the preceding paragraph, the track is wider in the experiment with blowing. We have quantified this difference by measuring the wear track width versus sliding time in experiments carried out with or without debris blowing. The results are depicted in Fig. 4. The

track in the case with debris blowing is approximately twice wider than in the experiment without blowing. In addition the stationary state (track width approximately constant thereon) is reached earlier in the first case, implying a steeper increase in width at the beginning of the experiment with debris blowing. These results are all compatible with the main effect that debris produces, namely, reducing wear.

In order to further illustrate the role of the fluidized debris layer, two experiments initiated without debris removal were stopped and debris removed either by blowing or by applying ultrasounds. Both were subsequently reinitiated. The results are shown in Fig. 3b. In both cases the friction force drops upon debris removal. This result, at first sight in contradiction with the main assumption of this work, can be rationalized by noting that due to the significant increase in surface roughness promoted by debris sticking: removing debris reduces the pin/sample contact area, and, consequently, the friction force. After a short time, however, the friction force recovers the value it had before the experiment was stopped. It is also interesting to note that this drop is only slightly larger in the case of ultrasound removal, indicating that debris were either loose or strongly stuck onto the wear track.

5. CONCLUDING REMARKS

In this work an attempt is made to identify the origin of the experimental results, which indicate that, the friction force time series in sliding friction under wear conditions is self-similar and has a 1/f-like power spectrum. Experiments carried with or without debris blowing allowed to conclude that debris are determinant in what concerns the 1/f character of the friction force. A model has been proposed that, incorporating debris, allows to describe the dynamics of sliding friction under wear conditions. As the phenomenology related to wear is very rich, the results discussed here (the 1/f character of the friction force included) may not have a general validity. In particular, two conditions have to be fulfilled: friction occurs under strong wear conditions, and wear debris be mostly loose.

ACKNOWLEDGEMENTS

Thanks are due to the Spanish Ministerio de Educación y Cultura (grant MAT2004-03139) for partial financial support. We thank C. García-Cordovilla and S. Marcilla for useful discussions on surface roughness. M. D. and R. P. acknowledge grants from the ADEMAT (Advanced Engineering Materials) Network (E.U. Project Nr. II-0240-B1-AT-RT-CT).

REFERENCES

[1] B.N.J. Persson, Surface Science Reports **33**, 83 (1999).

[2] F. Heslot, T. Baumberger, B. Perrin, B. Caroli and C. Caroli, Phys. Rev. E **49**, 4973 (1994).

[3] F.R. Zypman, J. Ferrante, M. Jansen, K. Scanlon, and P. Abel, J. Phys.: Condens. Matter, **15**, L191 (2003).

[4] S.V. Buldyrev, J. Ferrante, and F.R. Zypman, Phys. Rev. E **74**, 066110 (2006).

[5] M. Duarte, J.M. Molina, R. Prieto, E. Louis, and J. Narciso, TMS Annual Meeting 2006, pp. 247-250.

[6] M. Duarte, J.M. Molina, R. Prieto, E. Louis, and J. Narciso, Metall. and Mater. Trans. **38A**, 298 (2007).

[7] F. Slanina, Phys. Rev. E **59**, 3947 (1999).

[8] D.L. Turcotte, Rep. Prog. Phys. **62**, 1377 (1999).

[9] R. Hallgass, V. Loreto, O. Mazzella, G. Paladin, and L. Pietronero, Phys. Rev. E **56**, 1346 (1997).

[10] N.P. Suh, *Tribophysics* (Prentice Hall, Inc., New Jersey, 1986).

[11] H.K. Lee, S.S. Kim, and D.G. Lee, Composite Structures **74**, 136 (2006).

[12] R.K. Uyyuru, M.K. Surappa, and S. Brusethaug, Wear **260**, 1248 (2006).

[13] F.H. Stott, Tribol. Int. **35**, 489 (2002).

[14] J. Jiang, F.H. Stott, and M.M. Stack, Tribol. Int. **31**, 245 (1998).

[15] F.P. Bowden, D. Tabor, *Friction and Lubrication of Solids, Parts I and II* (Oxford University Press, Oxford, 1954).

[16] J. Davidsen, H.G. Schuster, Phys. Rev. E **62**, 6111 (2000).

[17] P. Bak, C. Tang and K. Wiesenfeld, Phys. Rev. A **38**, 364 (1988).

[18] L. P. Kadanoff, S. R. Nagel, L. Wu and Su-min Zhou, Phys. Rev. A **39**, 6524 (1989).

MODELO DE ROTURA PARA MATERIALES METÁLICOS SOMETIDOS A DISTINTAS TRIAXIALIDADES

B. Erice, D. Cendón, F. Gálvez, V. Sánchez-Gálvez

Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid. Calle Profesor Aranguren s/n, 28040
Madrid, España.
E-mail: borjaerice@mater.upm.es

RESUMEN

En el presente trabajo se expone la necesidad de incorporar la influencia de los distintos estados tensionales que sufren piezas mecánicas utilizadas en aeromotores, en un modelo de rotura, y su implementación en un código de elementos finitos. Para ello, se ha realizado un estudio experimental sobre el acero FV535. Se analizan dos de los modelos de rotura más extendidos en la actualidad, el modelo de Johnson-Cook, y el modelo de Bao-Wierzbicki. Estos modelos permiten predecir la deformación plástica equivalente de rotura, dependiendo de la triaxialidad tensional a la que se encuentre el material.

ABSTRACT

The present paper presents the need of adding the effects of the different stress states that mechanical pieces suffer in modern aeroengines, to a ductile fracture model, as well as an effective implementation to a finite element code. For that purpose, an experimental program testing the FV535 stainless steel has been carried out, Two of the most extended ductile fracture models, the Johnson-Cook model and the Bao-Wierzbicki model, are going to be analysed. These models are capable to predict the equivalent plastic strain to fracture depending on the amount of triaxiality.

PALABRAS CLAVE: Acero inoxidable martensítico, triaxialidad tensional, modelo de rotura.

1. INTRODUCCIÓN

La certificación de un motor de aviación, implica entre otros, el asegurar por parte del fabricante que ante un eventual caso de fallo de álabe de turbina, éste quede contenido en la carcasa. Esto lo ha de demostrar el fabricante mediante un ensayo a escala real del motor, lo que implica un gran coste experimental, por lo que el espesor de la carcasa tiende a ser maximizado. Por otro lado, uno de los principales retos de la industria aeronáutica es la disminución de peso. Por ello las simulaciones numéricas de contención de álabes de turbina es un campo en el cual actualmente se están dedicando muchos recursos, con el fin de minimizar los costes experimentales de certificación. Es por ello por lo que es necesario conocer y ajustar a un modelo de comportamiento preciso los materiales usados en la construcción de las carcasas. Uno de los materiales más empleados es el acero inoxidable martensitico (“Firth Vickers” FV-535), gracias a su buen comportamiento a la corrosión y con propiedades mecánicas excelentes hasta temperaturas de 500ºC.

Con este propósito, actualmente se están llevando a acabo simulaciones de impacto de elevada complejidad, con el código explicito de elementos finitos LS-DYNA. Uno de los principales problemas encontrados es el emplear un modelo de comportamiento y un modelo de rotura preciso, en condiciones de baja y alta velocidad de deformación y temperatura, como son las condiciones a las que se somete a estos materiales en las condiciones de estudio. En el presente trabajo se pretende avanzar en el comportamiento y el fallo de dichos materiales.

Basándose en el estudio del crecimiento de huecos, varios autores como Rice y Tracey [1] han afirmado que la rotura de metales dúctiles, como el que nos ocupa, es muy dependiente de la presión hidrostática. Esto, ha sido verificado experimentalmente por Børvik [2, 3 y 4], Bao [5], y Bao & Wierzbicki [6] entre otros. Hay que tener en cuenta que la anterior afirmación se está estableciendo para una daño ya iniciado en el interior del material, no para la iniciación de dicho daño.

Se entiende ductilidad de rotura como la capacidad de un material de soportar una determinada cantidad de deformación sin que llegue a rotura. Para obtener esta medida, el valor de la deformación plástica equivalente da buenos resultados. En cuanto a las medidas de triaxialidad tensional, el modelo propuesto por Bridgman [7] es el más extendido. En la actualidad con el uso de programas de elementos finitos, es posible obtener precisas medidas, tanto de la deformación plástica equivalente como de la triaxialidad tensional. Es posible tener la historia tensional de cada punto del material, lo cual convierte a los elementos finitos en una potente herramienta en este estudio.

En las últimas decadas se han gestado varios modelos de daño, basados en la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos, tales como los propuestos por Gurson [8], o Hilleborg et al. [9].

Recientemente han aparecido modelos mucho más simples, más adaptados a la industria, basados en que la rotura de un material se produce en un punto del mismo donde la deformación plástica acumulada alcanza un determinado valor crítico, a través de una función como:

$$\int_0^{\bar{\varepsilon}_p^R} f\left(s_1, s_2, s_3\right) d\bar{\varepsilon}_p = D_{CR} \tag{1}$$

donde $f\left(s_1, s_2, s_3\right)$ es una función que depende de los invariantes del tensor desviador de tensiones, $\bar{\varepsilon}_p$ es la deformación plástica equivalente, y D_{CR} es una constante que depende del material.

De entre estos modelos de reciente a aparición debemos destacar las distintas variaciones del modelo de daño de Johnson-Cook [10], como el propuesto por Børvik [11] y el de Bao-Wierzbicki [12], o el más complejo Xue-Wierzbicki [13].

2. MODELO DE ROTURA Y DAÑO

La práctica totalidad de los estudios realizados sobre ensayos estáticos de probetas entalladas axilsimétricas Hancock y Mackenzie [14], Johnson y Cook [10], recurren a las extendidas fórmulas de Bridgman [7],

$$\sigma^* = \left(\frac{\sigma_H}{\bar{\sigma}}\right) = \frac{1}{3} + \ln\left(1 + \frac{r}{2R}\right) \tag{2}$$

$$\bar{\varepsilon}_p^R = 2\ln\frac{d_0}{d} \tag{3}$$

donde r y R son el radio de la probeta en la entalla y el radio de la entalla respectivamente (Figura 1), d y d_0, son los diámetros final e inicial de la probeta, σ^* es la triaxialidad, σ_H, es la componente hidrostática de la tensión y $\bar{\sigma}$ es la tensión de Von Mises.

Para el modelo de rotura se van a analizar dos modelos simplificados muy extendidos en la actualidad. El primero es el modelo de Johnson-Cook [10], y el modelo de Bao-Wierzbicki [12].

2.1. Modelo de rotura de Johnson-Cook

Derivado del modelo de Hancock y Mackenzie [14], en realidad es la extensión del criterio de crecimiento de huecos de Rice y Tracey [1]. Este modelo, incluye además la influencia de la velocidad de deformación y de la temperatura. El modelo establece un parámetro de daño para el material, D dado por:

$$D = \sum \frac{\Delta\bar{\varepsilon}_p}{\bar{\varepsilon}_p^R} \tag{4}$$

donde $\Delta\bar{\varepsilon}_p$ es el incremento de deformación plástica equivalente y se define $\bar{\varepsilon}_p^R$ a través de la siguiente expresión:

$$\bar{\varepsilon}_p^R = \left[D_1 + D_2\exp\left(D_3\sigma^*\right)\right]\left[1 + D_4\ln\dot{\bar{\varepsilon}}_p^*\right]\left[1 + D_5 T^*\right] \tag{5}$$

en la que $D_1 \ldots D_5$ son constantes del material, $\bar{\varepsilon}_p^R$ es la deformación plástica equivalente de rotura y $\dot{\bar{\varepsilon}}_p^* = \dot{\bar{\varepsilon}}_p / \dot{\varepsilon}_0$ donde $\dot{\varepsilon}_0$ es una velocidad de deformación de referencia definida por el usuario. La dependencia de la temperatura se establece a través de $T^* = \left(T - T_r\right)/\left(T_m - T_r\right)$, donde T es la temperatura actual, T_r la temperatura ambiente y T_m la temperatura de fusión del material.

Como se puede observar, $\bar{\varepsilon}_p^R$ está dividida en tres productos, donde cada uno contempla distintos efectos en el material, y además son efectos desacoplados, lo cual nos permite estudiarlos por separado. Los dos últimos representan la influencia de la velocidad de deformación y la temperatura respectivamente. Estos dos últimos no se van a tratar en el presente estudio, quedándonos con la expresión simplificada

$$\bar{\varepsilon}_p^R = \left[D_1 + D_2\exp\left(D_3\sigma^*\right)\right] \tag{6}$$

La rotura para este modelo se produce cuando el parámetro de daño D alcanza el valor de la unidad.

2.2. Modelo de rotura de Bao-Wierzbicki

El modelo simplificado de Bao-Wierzbicki [12], establece como indicador de daño la integral de la triaxialidad tensional con respecto a la deformación plástica equivalente.

$$D = \int_0^{\bar{\varepsilon}_p} \sigma^*(\bar{\varepsilon}_p) d\bar{\varepsilon}_p \tag{7}$$

La rotura del material se produce cuando dicho indicador de daño alcanza un valor crítico D_{CR}. En lugar de construir el modelo en el espacio $\sigma^* - \bar{\varepsilon}_p$, debido a que la triaxialidad tensional va cambiando a lo largo del tiempo, introduce una medida de la triaxialidad tensional llamada triaxialidad media, definida como:

$$\sigma^*\big|_{media} = \frac{1}{\bar{\varepsilon}_p}\int_0^{\bar{\varepsilon}_p} \sigma^* d\bar{\varepsilon}_p \tag{8}$$

que introducida en (7), en el momento de la rotura se obtiene una función hiperbólica.

$$\bar{\varepsilon}_p^R = \frac{D_{CR}}{\sigma^*\big|_{media}} \tag{9}$$

3. MÉTODO EXPERIMENTAL

El material estudiado es el acero inoxidable martensítico de nombre comercial Firth Vickers FV 535, cuya composición se especifica en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química del FV 535 (% en peso, resto Fe).

C	Si	Mn	S	Cr	Mo	H	B	Co	N	Nb	V
0,09	0,4	0,8	0,0015	10,28	0,7	0,39	0	5,7	0,012	0,31	0,21

Para la determinación experimental de los parámetros necesarios para los distintos modelos de rotura, es necesario ensayar geometrías que proporcionen información sobre distintas triaxialidades tensionales. Para reproducir esto, se ha optado por mecanizar probetas axilsimétricas sin entallar y con entallas de distintos radios.

Se han realizado ensayos uniaxiales de tracción a baja velocidad de deformación, para dos especímenes por cada tipo de probeta. Para tal efecto, se han mecanizado según medidas de la figura 1. Todos los ensayos se han llevado acabo en una máquina de tracción simple INSTRON 8501 con una célula de carga de 25kN con una resolución de $1^0/_{00}$. Se han realizado con control en desplazamiento, y con una velocidad de deformación constante de $4.5\times10^{-4}s^{-1}$. Las medidas del desplazamiento a su vez se han tomado con un extensómetro INSTRON de la serie 2620 con una base de medida 12.5 mm, y una apertura máxima de $\pm$2.5 mm.

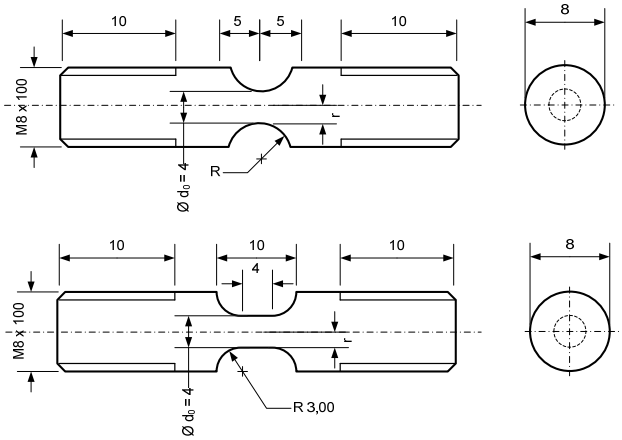


Figura 1. Probetas con y sin entalla para ensayos estáticos de tracción uniaxial. Se han preparado probetas con entallas R =4 mm, R = 2 mm y R = 1 mm.

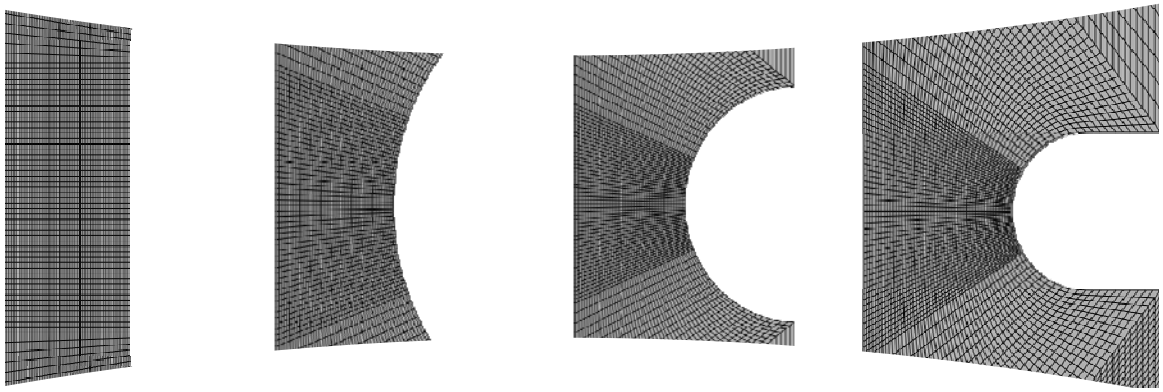
4. CALIBRACIÓN DE LOS MODELOS

Para la validación de los ensayos se ha usado el código de elementos finitos ABAQUS\Standard. Para la modelización de las probetas se han usado condiciones de contorno axilsimétricas. Las mallas tienen unos 16000 elementos axilsimétricos CAX4 de cuatro nodos y cuatro puntos de integración (figura 2).

Los datos obtenidos por los ensayos, se han calibrado con las simulaciones numéricas de elementos finitos mediante una curva tensión deformación verdadera de acuerdo con un modelo simple de endurecimiento por deformación, siguiendo la teoría de la plasticidad J2. Una vez calibrado el modelo adecuadamente como se ve en la figura 3, se procede al análisis de los datos en la sección crítica de la probeta, es decir donde el área transversal es menor. El instante de rotura de las probetas se ha obtenido superponiendo las curvas de carga desplazamiento de los ensayos con los obtenidos en las simulaciones numéricas y determinando el desplazamiento correspondiente a la rotura de las probetas (figura 3).

Aunque el análisis de Bridgman [7] establece como aproximación, que la deformación plástica equivalente a lo largo de la sección es constante, en las simulaciones numéricas realizadas se ha observado que hay una notable variación, tanto de la triaxialidad tensional como de la deformación plástica equivalente (figura 4) En el pasado, otros autores [10], [15], han realizado análisis similares con la aproximación antes expuesta. A la vista de los resultados se ha optado por analizar lo que sucede en el centro del cuello de estricción.

Con la combinación de los ensayos y el análisis realizado mediante el código de elementos finitos, es posible construir un mapa de fractura en el espacio $\sigma^* - \bar{\varepsilon}_p^R$, dando lugar a los modelos de rotura expuestos anteriormente. En la figura 5 se muestra la comparación entre las distintas medidas de triaxialidad tensional con la deformación plástica equivalente hasta la rotura.



(a) *(b)* *(c)* *(d)*

Figura 2. Mallas para las probetas introducidas en ABAQUS\Standard. (a) Sin entalla. (b) Entalla de radio 4 mm. (c) Entalla de radio 2 mm. (d) Entalla de radio 1 mm.

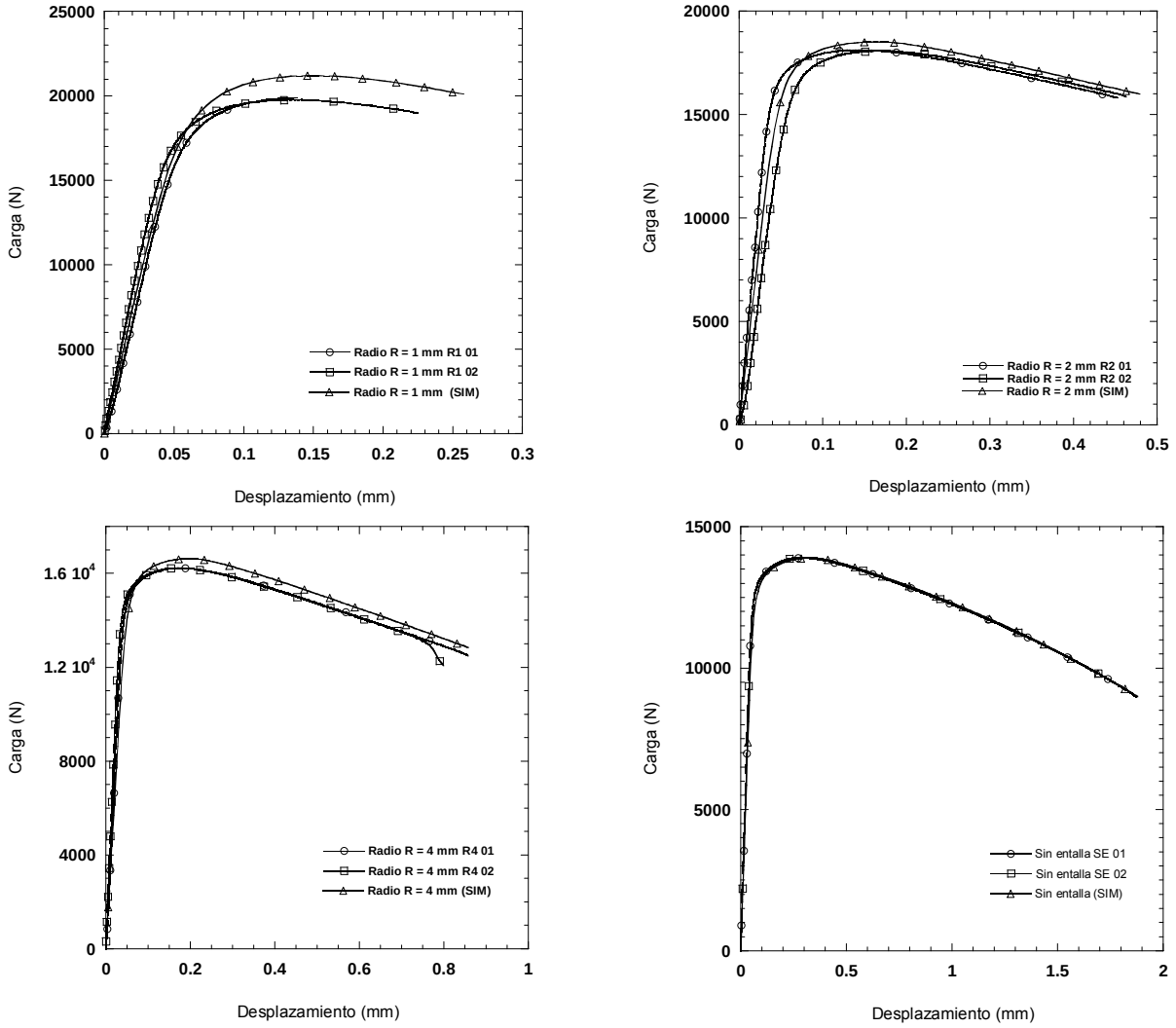


Figura 3. Curvas de carga-desplazamiento para entallas de radio R = 1 mm. R =2 mm. R =4 mm. Y sin entalla.

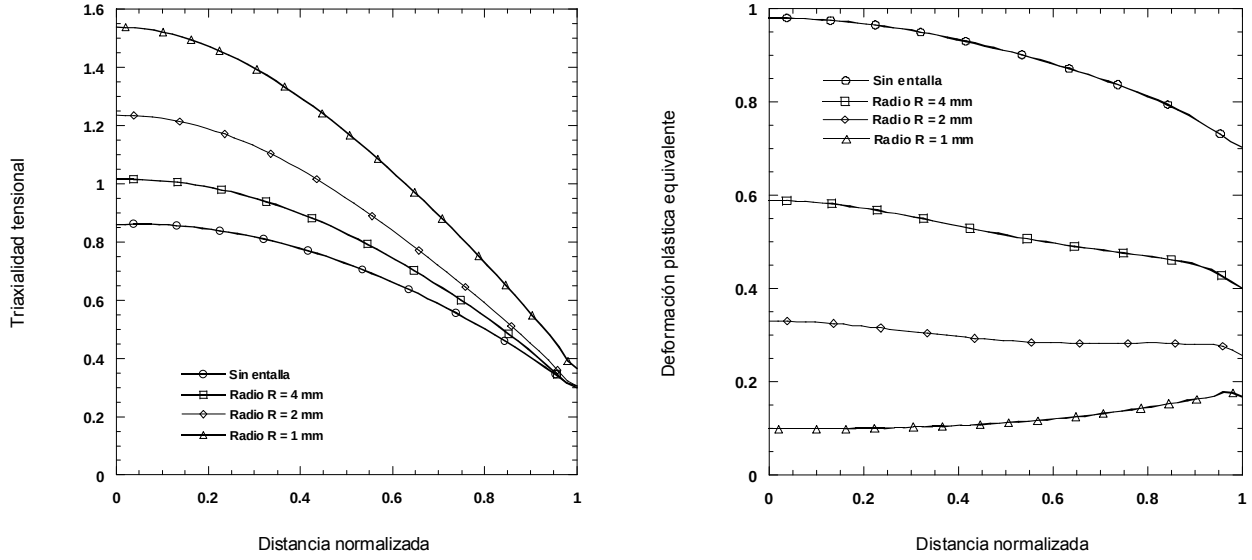


Figura 4. Triaxialidad tensional a lo largo de la sección crítica y deformación plástica equivalente en el instante de la rotura

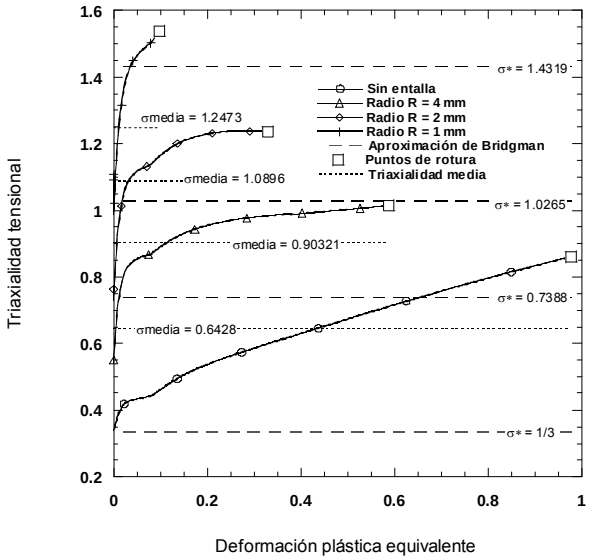


Figura 5. Variación de la triaxialidad frente a la deformación plástica equivalente

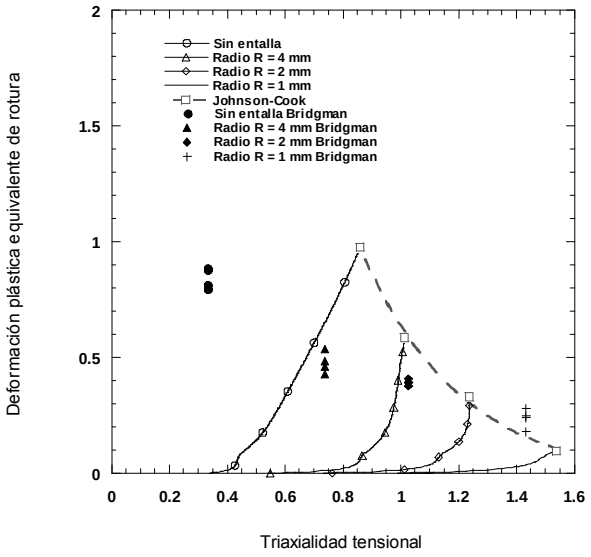


Figura 6. Modelo de rotura de Johnson-Cook para acero inoxidable martensítico FV 535

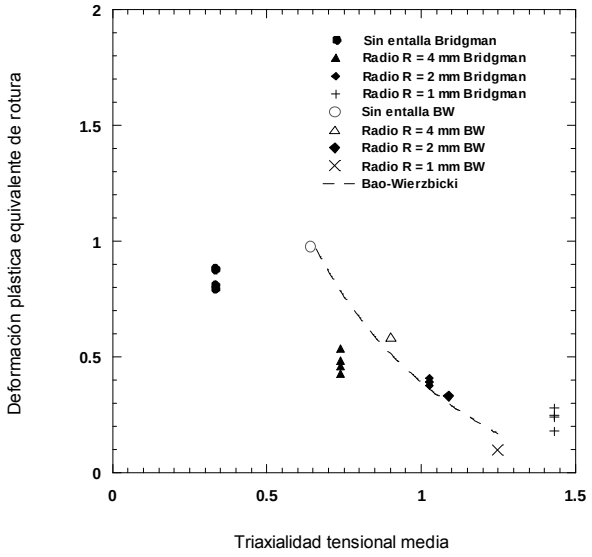


Figura 7. Modelo de rotura de Bao-Wierzbicki para acero inoxidable martensítico FV 535.

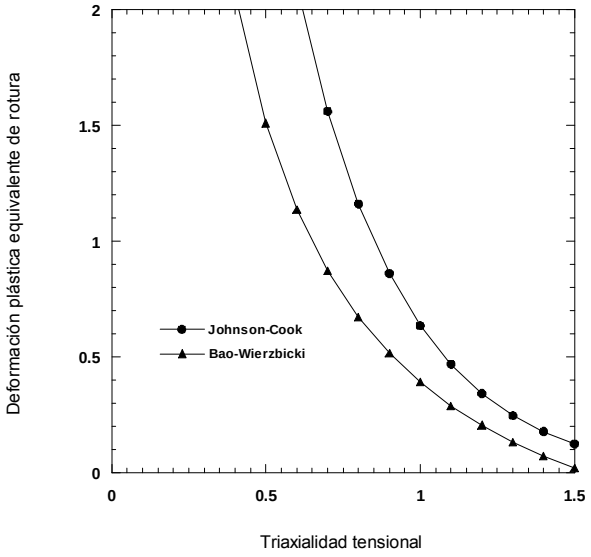


Figura 8. Modelos de rotura para acero inoxidable martensítico FV 535.

Para estudiar la diferencia entre los modelos obtenidos mediante las simulaciones y el modelo propuesto por Bridgman, se han medido los diámetros finales de cada una de las probetas, del mismo empleado por Johnson y Cook [10] para calibrar su modelo. Ajustando los resultados obtenidos en las simulaciones numéricas para el instante en el que se produce la rotura, (figura 6), se obtiene la expresión del modelo de Johnson-Cook, cuyas constantes se muestran en la tabla 2.

En cambio, para el ajuste del modelo de Bao-Wierzbicki [16], [17] se han calculado las triaxialidades medias correspondientes a cada una de las probetas, tal y como se aprecia en la figura 7. El ajuste en el espacio $\sigma^* - \bar{\varepsilon}_p^R$ se ha realizado de acuerdo con la siguiente expresión:

$$\bar{\varepsilon}_p^R = D_1 + \frac{D_2}{\sigma^*\big|_{media}} \qquad (11)$$

donde sus constantes, al igual que en el modelo anterior, se muestran en la tabla 2. Lo que significa que D_{CR}, es una constante del material, pero que no tiene porque ser siempre constante para cualquier triaxialidad a la que se encuentre, tal y como afirma Mirone [18], [19].

Tabla 2. Constantes del acero FV 535 para los modelos de rotura estudiados.

Johnson-Cook	**D_1**	**D_2**	**D_3**
	-0.03482	12.0030	-2.8829
Bao-Wierzbicki	**D_1**	**D_2**	
	-0.72792	1.11940	

5. CONCLUSIONES

La forma de calibrar los modelos, tal y como se ha visto es de suma importancia, ya que tal y como se observa en las figuras 6 y 7 existen diferencias al usar la formulación de Bridgman. Al emplear los modelos de material calibrados con los ensayos y las simulaciones numéricas la deformación de rotura para la misma triaxialidad tensional es mayor. Por lo tanto los resultados que se obtienen en las simulaciones numéricas difieren de los resultados que proporciona la formulación de Bridgman.

En la figura 8 se aprecia que la diferencia entre los modelos de Johnson-Cook y Bao-Wierzbicki, no es mucha. En presente caso, el modelo de Johnson-Cook es más ventajoso por varias razones. La primera es que ya está implementado en los códigos de elementos finitos actuales, de manera que no hay necesidad de programar una subrutina de usuario. En segundo lugar, este modelo contempla los efectos de la velocidad de deformación y de la temperatura, que permitirá en futuros análisis, añadir los efectos de la velocidad de deformación y la temperatura

Sin embargo hay que destacar que los estudios realizados por Bao y Wierzbicki [12] y Bai y Wierzbicki [20], se han extendido a menores y negativas triaxialidades, prediciendo un cambio en la tendencia en el comportamiento del material. Según estos autores esto es debido al cambio en el micromecanismo que la genera la rotura. Este cambio no se aprecia es los análisis realizados para este material. Hay que resaltar, que los materiales usados por estos autores para sus estudio son muy dúctiles en comparación con el analizado, razón por la cuál el comportamiento podría ser distinto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Educación y Ciencia (a través del programa CONSOLIDER INGENIO 2010) y del CDTI, Centro para el Desarrollo Tecnológico Industrial (a través del proyecto de investigación OPENAER).

REFERENCIAS

[1] Rice JR, Tracey DM. *On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids, **17** (1969) *201-217.*

[2] T. Børvik, O.S. Hopperstad, T. Berstad and M. Langseth, *A computational model of visco-plasticity and ductile damage for impact and penetration*, Eur. J. Mech. A—Solids **20** (2001), 685–712

[3] O. S. Hopperstad, T. Børvik, M. Langseth, K. Labibes, C. Albertini, *On the influence of stress triaxiality and strain rate on the behaviour of a structural steel. Part I. Experiments.* European Journal of Mechanics - A/Solids, **22**, (2003), 1-13

[4] T. Børvik, O.S. Hopperstad and T. Berstad, *On the influence of stress triaxiality and strain rate on the behaviour of a structural steel. Part II. Numerical simulations,* European Journal of Mechanics - A/Solids, **22**, (2003), 15-32

[5] Yingbin Bao, *Dependence of ductile crack formation in tensile tests on stress triaxiality, stress and strain ratios*, Engineering Fracture Mechanics, **72**, (2005), 505-522

[6] Yingbin Bao, Tomasz Wierzbicki, *On fracture locus in the equivalent strain and stress triaxiality space.* International Journal of Mechanical Sciences, **46**, (2004), 81-98

[7] P.W. Bridgman. *Studies in Large Plastic Flow and Fracture*, McGraw-Hill, New York (1952).

[8] Gurson, A. L, *Plastic Flow and Fracture Behaviour of Ductile Materials Incorporating Void, Nucleation and Interaction*, Brown University, Ph. D. Thesis. (1975)

[9] Hillerborg, A., Modeer, M., and Petersson, P.E., *An Analysis of Crack Formation and Crack Growth in Concrete by Means of Fracture Mechanics and Finite Elements*, Cem. Cocr. Res., **6,** (1976) 773-782.

[10] G.R. Johnson and W.H. Cook, *Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures*, Engineering Fracture Mechanics **21** (1985). 31–48.

[11] T. Børvik, O. S. Hopperstad, S. Dey, E.V. Pizzinato, M. Langseth, C. Albertini, *Strength and ductility of Weldox 460 E steel at high strain rates, elevated temperatures and various stress triaxialities.* International Journal of Impact Engineering, **30**, (2004), 367-384

[12] Yingbin Bao, Tomasz Wierzbicki, *A comparative study on various ductile crack formation criteria.* Journal of Engineering Materials and Technology **126** (2004), 314–324.

[13] Liang Xue, Tomasz Wierzbicki, *Ductile fracture initiation and propagation modeling using damage plasticity theory*, Engineering Fracture Mechanics, **75**, (2008), 3276-3293

[14] J.W. Hancock and A.C. Mackenzie, *On the mechanisms of ductile failure in high strength steels subjected to multi-axial stress-states*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids **24** (1976), 147-169.

[15] Arild H. Clausen, Tore Børvik, Odd S. Hopperstad, Ahmed Benallal, *Flow and fracture characteristics of aluminium alloy AA5083–H116 as function of strain rate, temperature and triaxiality*, Materials Science and Engineering A, **364**, (2004), 260-272

[16] H. Mae, X. Teng, Y. Bai, T. Wierzbicki, *Calibration of ductile fracture properties of a cast aluminum alloy*, Materials Science and Engineering: A, Volume **459**, (2007), 156-166

[17] Tomasz Wierzbicki, Yingbin Bao, Young-Woong Lee, Yuanli Bai, *Calibration and evaluation of seven fracture models.* International Journal of Mechanical Sciences, **47**, (2005), 719-743

[18] G. Mirone, *Elastoplastic characterization and damage predictions under evolving local triaxiality: axysimmetric and thick plate specimens*, Mechanics of Materials, **40**, (2008), 685-694

[19] G. Mirone, *Role of stress triaxiality in elastoplastic characterization and ductile failure prediction*, Engineering Fracture Mechanics, **74**, (2007), 1203-1221

[20] Yuanli Bai, Tomasz Wierzbicki, *A new model of metal plasticity and fracture with pressure and Lode dependence*, International Journal of Plasticity, **24** (2008) 1071-1096

PARADA DE FISURA EN CORROSIÓN BAJO TENSIÓN. APLICACIÓN DEL MÉTODO DE LA FLEXIBILIDAD.

J. Sánchez, C. Andrade, J. Fullea

Departamento de Químico-Física de los Materiales de Construcción, Instituto de Ciencias de la Construcción "Eduardo Torroja" (CSIC)
Serrano Galvache, 4, 28033 Madrid, España.
E-mail: javiersm@ietcc.csic.es, andrade@ietcc.csic.es, fullea@ietcc.csic.es

RESUMEN

El mecanismo por el cual se produce el deterioro por Corrosión Bajo Tensión (SCC) no ha sido explicado de forma satisfactoria hasta el momento. Se trata de un proceso sinérgico en el que interviene la corrosión y las tensiones mecánicas, pero donde la consecuencia más importante es que se puede modificar el comportamiento mecánico del material dando lugar a roturas frágiles.
Esta investigación se ha llevado a cabo en aceros de pretensazo y el método de trabajo se ha diseñado para determinar el por qué, en los primeros momentos de crecimiento de la fisura, ésta puede pararse o seguir creciendo. Es decir, algunas fisuras se inician y no continúan creciendo, mientras que otras avanzan y llegan a producir la rotura. Se ha estudiado la respuesta electroquímica durante la iniciación y crecimiento de las fisuras, y se han evaluado los efectos de los parámetros mecánicos durante la propagación de las fisuras. La velocidad de crecimiento de la fisura se ha determinado midiendo el desplazamiento y empleando el Método de la Flexibilidad para obtener la profundidad de la fisura.

ABSTRACT

The stress corrosion cracking (SCC) process that occurs in metals is at present a not fully elucidated mechanism of deterioration. It is a surface process that implies a corrosion and stress synergy, but the most practical consequence is that stress corrosion cracking can modify the mechanical characteristics of the metal causing brittle failure.
This research deals with steels used in prestressed concrete and is designed to determine why, in the early stages of the crack, this can stop or continue. That is, some cracks initiation and don't continue to grow, while others advance and cause failure. The electrochemical response has been studied as cracks initiation and grows, and the effects of mechanical parameters on crack propagation were evaluated. Crack growth was determined by measuring crack opening displacement and using the Flexibility Method to obtain crack depth.

PALABRAS CLAVE: Corrosión Bajo Tensión, Acero Alta Resistencia, Método de la Flexibilidad.

1. INTRODUCCIÓN

Las armaduras empleadas en estructuras pre o postensadas son susceptibles de sufrir Corrosión Bajo Tensión (SCC), que se desarrolla de forma inesperada y que puede producir fallos de dramáticas consecuencias [1]. Estas armaduras tienen una composición eutectoides y son trabajadas en frío. A pesar de que el mecanismo de SCC no ha sido explicado de forma satisfactoria, para que los fallos ocurran es necesario que las armaduras se encuentren en contacto con medios en los que sean susceptibles a la corrosión y bajo tensión mecánica. En el caso de las estructuras de hormigón, el electrolito es el que se encuentra presente en los poros del hormigón y los niveles tensiónales son los que soporta la estructura.

Existen diferentes métodos de ensayos para estudiar la susceptibilidad a la SCC [2,3]. Algunos parten del material sin defectos previos y tratan de lograr el crecimiento de la fisura o alcanzar la rotura bajo determinadas condiciones mecánicas y electroquímicas. Otros métodos parten de un material dañado previamente, ya sea por fatiga o produciendo una entalla. Las fisuras generadas a través de los diferentes métodos van a alcanzar diferentes tamaños y formas en función de las condiciones del ensayo.

El comportamiento de los aceros eutectoides empleados como armaduras en estructuras pre o postensadas ha sido objeto de diversos estudios [2-4] sin embargo su comportamiento no se puede predecir con precisión. Una de las principales dificultades reside en simular el medio en el que el acero se encuentra en una estructura

de hormigón. Los primeros estudios realizados en el marco de un comité de la Federación Internacional del Pretensado (FIP-78) [5] ni siquiera tratan de simular el hormigón, sino de reproducir el mismo tipo de fractura [2,6]. En estudios posteriores se usan probetas embebidas en morteros [7] y también ensayos en los que se emplea una solución acuosa con pasta de cemento endurecido y triturado [8]. Parkins [9,10] realiza experimentos en soluciones de bicarbonato a diferentes valores de pH en aceros ferríticos C-Mn, que podrían ser extrapolables al caso del hormigón. Alonso y Andrade [11] realizan un estudio electroquímico de los aceros de pretensado y de los corrugados en diversas disoluciones de CO_3^{2-}/HCO_3^-, como medio que simula la composición del electrolito que se encuentra en los poros del hormigón carbonatado. Finalmente, Caballero y col. [12] realizan un estudio de la susceptibilidad de los aceros templados y revenidos en soluciones de $Ca(OH)_2$.

El empleo de probetas prefisuradas tiene la ventaja de eliminar la etapa de incubación de la fisura, pero presenta el inconveniente de que la fisura generada por fatiga puede alterar el campo de tensiones y deformaciones en el fondo de la fisura. La plastificación del fondo de la fisura durante la generación de la misma por fatiga provoca un aumento de la resistencia a la corrosión bajo tensión. Toribio, Lancha y Elices [13,14] muestran la influencia del máximo factor de intensidad de tensiones alcanzado en la generación de la fisura por fatiga sobre la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión.

En este sentido se ha establecido un método de ensayo que no modifica el comportamiento mecánico del material y que permite recoger la mayor cantidad de información posible, generando las fisuras de un modo más realista [4]. El presente estudio trata de explicar el fenómeno de la parada de la fisura en el proceso de SCC. Para ello se han observado los parámetros que controlan el crecimiento de la fisura y se ha aplicado el Método de la Flexibilidad [15]para determinar la profundidad de la fisura en tiempo real.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

El material empleado en este estudio es un acero trefilado comercial, de composición eutectoide [4].

El método de ensayo [4,16] combina la medida de parámetros mecánicos y electroquímicos, y se lleva a cabo a través de los siguientes pasos:

1. Se pone en contacto el acero con la disolución. Se fija el potencial electroquímico y se registra la intensidad de la corriente que circula por la celda. Al mismo tiempo el acero se encuentra a carga constante. Durante esta etapa se produce el crecimiento de la fisura. Posteriormente, se extrae la probeta y se seca.
2. Se realiza un ensayo de tracción al aire. A través de este ensayo se pueden obtener los parámetros mecánicos, como la tenacidad de fractura del acero.
3. Análisis de la superficie de fractura en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). A través de este estudio se puede determinar el tamaño de la fisura, la existencia o no de zonas frágiles, la reducción de área, la presencia y tipos de óxidos, etc.

Para llevar a cabo los ensayos de SCC se acopla una celda electroquímica a la máquina de tracción, celda que permite controlar la temperatura. Se ha diseñado un extensómetro que permite sortear la celda de SCC.

2.1. Cálculos Teóricos

Se han realizado cálculos de Elementos Finitos para establecer la rigidez de una barra cilíndrica en función de diferentes tamaños de fisuras superficiales. Esto permite estimar la velocidad de propagación de la fisura durante el ensayo de SCC a través de la deformación de la barra, la cual se encuentra sometida a carga constante. Para llevar a cabo los cálculos se han empleado dos programas comerciales, ABAQUS [17] y COMSOL [18]. Los cálculos se han realizado teniendo en cuenta el comportamiento elasto-plástico de este material.

2.2. Ensayos de SCC

Las condiciones de ensayo son las siguientes:

- Carga constante, variándose de unos ensayos a otros, pero siempre dentro del límite elástico. Las probetas se encuentran recubiertas con resinas epoxi y entalladas.
- Solución saturada de $Ca(OH)_2$ y 0.05M NaCl.
- Potencial electroquímico controlado, $275mV_{Ag/AgCl}$.
- Temperatura constante de 25 ºC.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

En la figura 1 se muestra la evolución de la intensidad de corriente durante el ensayo de SCC para 4 probetas. En las figuras 1a y 1b la corriente se mantiene anódica durante las primeras horas, después cae a valores cerca de cero o catódicos. En las figuras 1c y 1d la intensidad de celda se mantiene en valores anódicos durante todo el ensayo, en un caso con valores bajos de intensidad y en otro con valores más elevados.

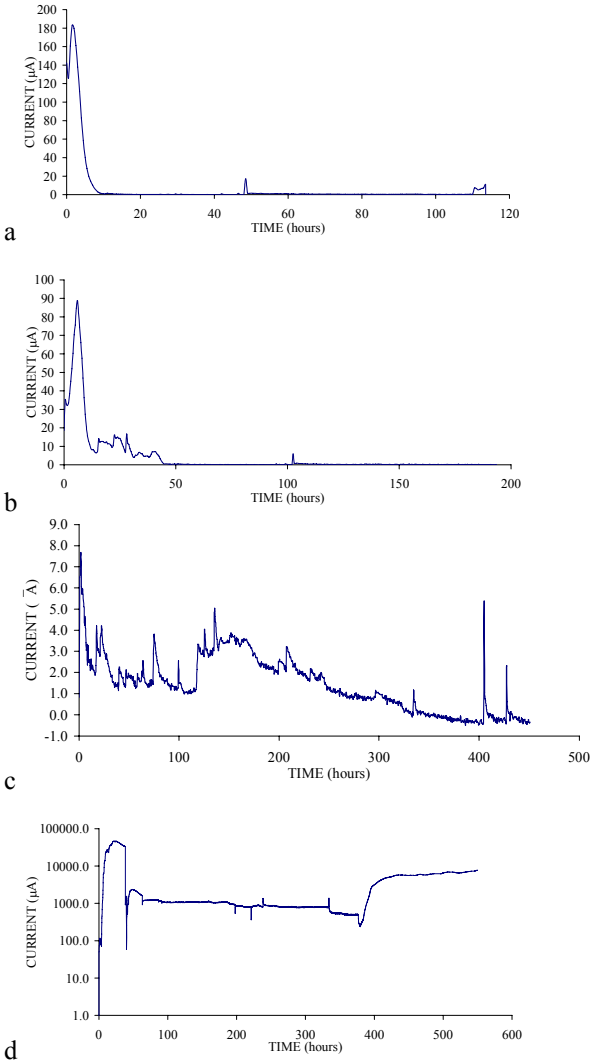


Figura 1. Intensidad de corriente de celda durante el ensayo de SCC para los aceros a, b, c y d.

En la figura 2 se muestra la superficie de fractura, examinada en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). En la figura 2a se puede observar la entalla y la fisura generada a partir de ésta por SCC. En la superficie de la entalla se puede observar la presencia de óxidos como consecuencia de la corriente anódica (figura 2b). La entalla produce una concentración de tensiones y localiza el crecimiento de la fisura por SCC (figura 2c). Finalmente, en la superficie de fractura se pueden distinguir las facetas de clivaje generadas durante el ensayo al aire (figura 2d).

El ensayo de SCC se realizado a carga constante, lo cual permite estimar el tamaño de la fisura en tiempo real empleando el Método de la Flexibilidad [15]. En la figura 3 se muestra la evolución del desplazamiento del extensómetro durante el ensayo. El Método de la Flexibilidad permite establecer el tamaño de la fisura a través de la siguiente expresión:

$$u(a) = P*C(a) \quad (1)$$

Donde: u es el alargamiento del acero, a es el tamaño de la fisura, P es la carga aplicada y C es la rigidez.

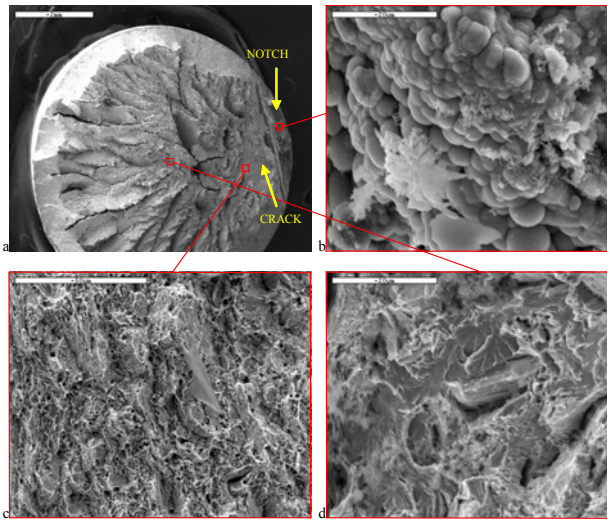


Figura 2. Superficie de fractura después del ensayo de SCC: a) superficie de fractura, b) óxidos formados en la entalla, c) superficie de la fisura generada por SCC, y d) facetas de clivaje la zona de rotura al aire.

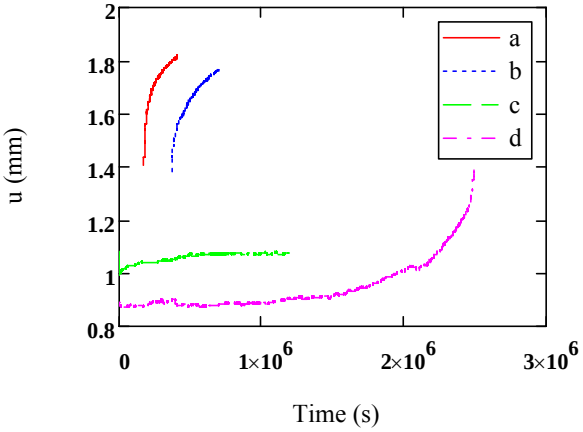


Figura 3. Alargamiento durante el ensayo de SCC.

Para establecer la función C(a) para una barra con una fisura superficial se ha realizado un análisis por elementos finitos. Se han empleado dos programas comerciales, ABAQUS y COMSOL. Debido a la simetría, se ha realizado la simulación de una cuarta parte de la barra. Se ha tenido en cuenta el comportamiento elasto-plástico del acero trefilado. En cuanto al aspecto de la fisura, se ha mantenido en todos los casos el semi-ancho, incrementándose únicamente la profundidad, como se ha observado en los ensayos de SCC [4,16]. A partir de las simulaciones se ha obtenido el desplazamiento, u_B, para un plano situado a una distancia B de la fisura, en función del tamaño de la fisura y de la carga remota aplicada. En la figura 4 se muestra la variación de la rigidez en función del tamaño de la fisura. De esta forma es posible estimar el tamaño de la fisura a partir de los parámetros mecánicos obtenidos en tiempo real, según la ecuación 2.

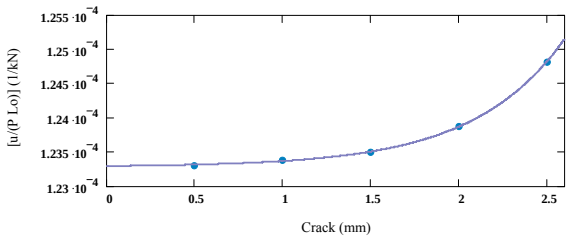


Figura 4. Variación de la rigidez en función del tamaño de la fisura.

$$u/(P*Lo) = 1.466*10^{-8} * e^{1.862*a} + 1.233*10^{-4} \quad (2)$$

Donde u es el desplazamiento para un extensómetro de longitud L_0.

4. DISCUSIÓN

A través de la estimación de la rigidez de la probeta es posible calcular la velocidad de propagación de la fisura (CPR) durante el ensayo de SCC, y correlacionarla con parámetros electroquímicos y mecánicos. En la figura 5 se muestra la CPR en función del tamaño de la fisura. En esta figura se pueden observar dos tipos de comportamientos; la parada de la fisura para los casos a, b y c, y un crecimiento mantenido de la fisura para el caso d.

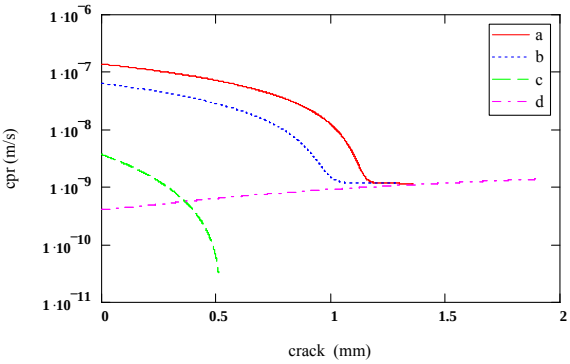


Figura 5. Velocidad de propagación de la fisura.

Para explicar los resultados obtenidos y los derivados de la figura 5, se han analizado tres tipos de variables:

- Una variable electroquímica: la intensidad de corriente de celda.
- Una variable mecánica: la concentración de tensiones en el fondo de la fisura.
- Una variable geométrica: la relación de aspecto de la fisura a/b (= longitud/semiancho).

4.1. Corriente de celda durante el ensayo de SCC

La intensidad de corriente representada con valores positivos representa la intensidad anódica, y los valores negativos se corresponden con la catódica. En el caso de los ensayos a y b, la corriente de celda cae a valores igual a cero después de pocas horas. Este momento en el que la intensidad cae a cero se corresponde con la parada del crecimiento de la fisura. En el caso de la probeta c, la corriente se mantiene anódica a pesar de producirse la parada de la fisura. En el caso de la probeta d, el ensayo se llevo a cabo al nivel de carga más bajo de todos los realizados, lo cual se traduce en una velocidad de crecimiento más pequeña, pero en un tamaño mayor de fisura. La intensidad de corriente se mantiene anódica durante todo el ensayo.

Por lo tanto, para que se produzca el crecimiento de la fisura es condición necesaria, pero no suficiente, que exista una intensidad de corriente anódica para que se produzca la propagación de la fisura por SCC.

4.2. Concentración de tensiones en el fondo de la fisura

Toribio et al. [13] muestran la influencia de las condiciones de generación de la fisura previa por fatiga sobre la velocidad de propagación de la fisura por SCC. La plastificación de la sección resistente genera tensiones de compresión en el fondo de la fisura, lo cual provoca la reducción de la velocidad de propagación o la parada de la fisura.

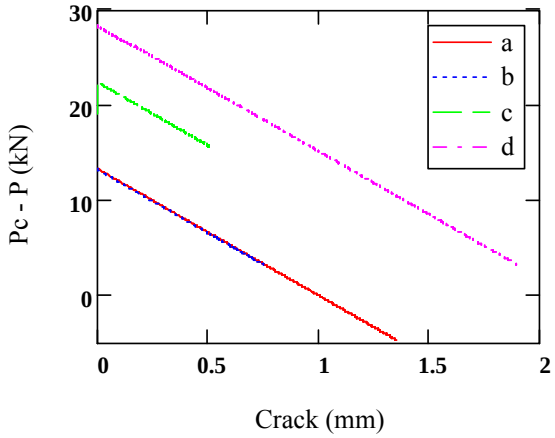


Figura 6. Carga de plastificación de la sección resistente en función del tamaño de la fisura.

A partir de los cálculos FEM es posible observar un cambio en la rigidez cuando se alcanzar una carga externa que provoca una plastificación de la sección resistente, carga que se va a denominar Pc, que depende del tamaño de la fisura. Si se representa la diferencia entre la carga aplicada y la de plastificación (Pc) en función del tamaño de la fisura durante el ensayo de SCC (figura 6), se puede observar que únicamente el ensayo a supera la carga Pc. En este ensayo, se ha estimado que se supera la carga Pc para un tamaño de fisura de 1mm. Si se observa de nuevo la figura 5, se puede apreciar que se produce una disminución de más de un orden de magnitud de la velocidad de propagación de la fisura en este momento.

4.3. Relación de aspecto de la fisura

Otro parámetro que se ha tenido en cuenta es el gradiente de tensiones en la superficie de la fisura. De acuerdo al modelo de SCC planteado en trabajos

anteriores [4,16], las vacantes se generan por disolución anódica en la entalla y difunden dirigidas por el gradiente de tensiones hacia el frente de la fisura. Es decir, el gradiente de tensiones modifica el coeficiente de difusión de las vacantes en la superficie de la fisura y, por lo tanto, modifica la velocidad de propagación de la fisura.

Se ha realizado un estudio de las tensiones existentes en la superficie a través de cálculos FEM. Se ha estudiado el gradiente de tensiones para fisuras de diferentes tamaños y diversos aspectos. En la figura 7 se muestran varios perfiles de tensiones en la superficie de la fisura a medida que esta crece, manteniéndose el semiancho -b- fijo. El frente de la fisura se sitúa en el origen del eje de abscisas. Se puede observar que para fisuras con una relación de aspecto a/b<1, el gradiente de tensiones se mantiene positivo. Sin embargo, para a/b>1 se genera un máximo de tensiones cerca del frente de la fisura dando lugar a un gradiente negativo de tensiones. De acuerdo a los estudios anteriores [4,16], la velocidad de propagación de la fisura debería disminuir o desaparecer al generarse este máximo en la superficie de la fisura, ya que desaparece la fuerza impulsora que dirige las vacantes.

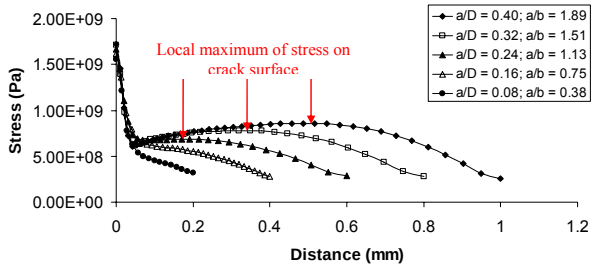


Figura 7. Tensión en la superficie de la fisura. El frente de la fisura está situado en 0mm.

Este efecto se puede observar en la probeta b. La velocidad de propagación de la fisura disminuye dos órdenes de magnitud cuando el aspecto de la fisura es a/b~1 (figura 8).

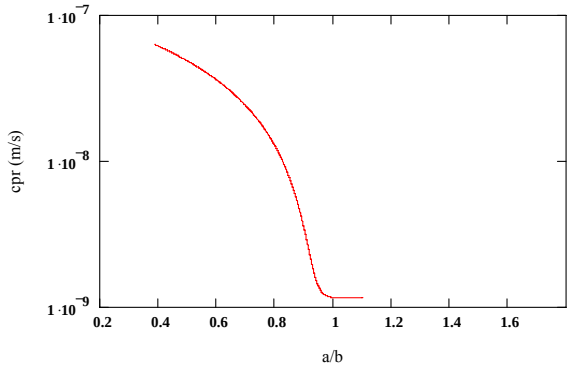


Figura 8. Probeta b. Velocidad de propagación de la fisura frente a la relación de aspecto.

Los resultados del presente estudio muestran la existencia de una relación entre variables electroquímicas y mecánicas. Los resultados muestran la relación entre la corriente de celda y las tensiones generadas entorno a la fisura. La corriente es un indicador de la evolución de la fisura por SCC. En los casos en los que la corriente se mantiene anódica, la fisura puede propagar, mientras que en los casos en los que la intensidad cae a cero o pasa a ser catódica, se produce la parada de la fisura.

La corriente anódica es una condición necesaria pero no suficiente para que se desarrolle la fisura por SCC. Sin embargo, la velocidad de propagación de la fisura depende de las tensiones. Cuando se incrementa la carga externa, se produce un aumento en la velocidad de propagación, pero se puede alcanzar la parada de la fisura para tamaños de la misma menores. En trabajos previos [13] otros autores muestran la influencia de la plastificación del frente de la fisura sobre la velocidad de propagación. Este hecho puede explicar el por qué, en los ensayos realizados a cargas más elevadas, se produce la parada de la fisura para tamaños menores, ya que se alcanzar la plastificación de la sección resistente y la consecuente parada de fisura. A su vez, la parada de la fisura queda reflejada en la caída o cambio de polaridad hacia valores catódicos de la corriente de celda durante el ensayo de SCC.

5. CONCLUSIONES

Partiendo de un método experimental desarrollado en trabajos previos, en la presente investigación se muestran los valores de velocidad de propagación de la fisura por SCC en aceros de alta resistencia empleados en estructuras pre o postensadas. Además de los parámetros mecánicos, el método de ensayo permite registrar la corriente de celda a potencial controlado y el tamaño de fisura frente al tiempo. Esta información permite identificar las variables críticas y su influencia sobre la propagación de la fisura por SCC.

El fenómeno de la parada de la fisura permite identificar qué parámetros controlan el proceso de SCC. El crecimiento de la fisura depende de factores electroquímicos, mecánicos y geométricos:

- Para que se mantenga el crecimiento de la fisura por SCC es una condición necesaria, pero no suficiente, que la corriente se mantenga anódica.
- La velocidad de propagación de la fisura se incrementa con al aumento de la tensión remota, sin embargo, se alcanza la parada de la fisura para tamaños menores de ésta ya que produce la plastificación de la sección resistente.
- Finalmente, el crecimiento de la fisura depende de su geometría.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia por la financiación recibida a través del proyecto MAT2003-03912, así como al proyecto INGENIO 2010-CONSOLIDER sobre "Seguridad y Durabilidad de Estructuras de Construcción: SEDUREC".

REFERENCIAS

[1] A Valiente, M Elices. Premature failure of prestressed steel bars. Engineering Failure Analysis, Vol. 5, nº 3, pp. 219-227, 1998.
[2] M Elices. Problemas de corrosión bajo tensión en el hormigón pretensado. I Congreso Iberoamericano de Corrosión y Protección, 1983.
[3] J Fullea. Experimental methods to evaluate the susceptibility of prestressing steels to stress corrosion cracking, in: Proceedings of the International Workshop on Failures of Post-tensioned Concrete Structures. Messina, 2000.
[4] J Sanchez, J Fullea, C Andrade, C Alonso. Stress corrosion cracking mechanism of prestressing steels in bicarbonate solutions. Corrosion Science, Vol. 49 (11), pp. 4069-4080, 2007.
[5] M Elices, L Caballero, A Valiente, J Ruiz, A Martin. Hydrogen embrittlement of steels for prestressing concrete: The FIP and DIBt tests. Corrosion, Vol. 64, No. 2, pp. 164-174, 2008.
[6] J Toribio, M Elices. Influence of residual stresses on hydrogen embrittlement susceptibility of prestressing steels. International Journal of Solids and Structures, Vol. 28 (6), pp. 791-803, 1991.
[7] C Andrade, J A González. Potentiodynamic polarization curves and potentiostatic test at constant stress of steel wires embedded in hardened mortar. Proceedings 3rd FIP Symposium, 1981.
[8] K F McGuin, M Elices. Stress corrosion resistance of transverse precracked prestressing tendons in tension. British Corosion Journal, Vol. 16 (4), pp. 187-195, 1981.
[9] R N Parkins. Predictive approaches to stress corrosion cracking failure. Corrosion Science, Vol. 20, pp. 147-166, 1980.
[10] R N Parkins, S Zhou. The stress corrosion cracking of C-Mn steel in CO2 - HCO3− − CO32− solutions. Corrosion Science, Vol. 39 (1), pp. 159-191, 1997.
[11] C Alonso, C Andrade. The electrochemical behaviour of steel reinforcements in Na2CO3 and NaHCO3 solutions in relation to stress corrosion cracking. Corrosion Science, Vol. 29 (9), pp. 1129-1139, 1989.
[12] L Caballero, J Fullea, C Alonso, C Andrade. Environmentally assisted cracking of pearlitic steels in simulated carbonated concrete pore solutions. 15th Int. Corrosion Congress, Granada, 2002.
[13] J Toribio, A M Lancha, M Elices. Factors influencing stress corrosion cracking of high strength pearlitic steels. Corrosion Science, Vol. 35 (4), pp. 521-530, 1993.
[14] J Toribio. Relationship between microstructure and strength in eutectoid steels. Materials Science and Engineering A 387-389, pp. 227-230, 2004.
[15] C Q Cai, C S Shin. A normalized area-compliance method for monitoring surface crack development in a cylindrical rod. International Journal of Fatigue 27, pp. 801–809, 2005.
[16] J Sanchez, Ph.D. Thesis. Eduardo Torroja Institute, IETcc-CSIC, Spain, 2007.
[17] ABAQUS 6.5.3 Student Edition, 2005.
[18] COMSOL Multiphysics 3.2, 2006.

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA MEDIANTE LA TÉCNICA DE NANOINDENTACIÓN DE PARTÍCULAS DURAS

N. Cuadrado[1], D. Casellas[1], J. Caro[1], L. Llanes[2]

[1]CTM Centre Tecnològic
Avda. de les Bases de Manresa 1, 08242 Manresa, España.
E-mail: nuria.cuadrado@ctm.com.es, daniel.casellas@ctm.com.es, jaume.caro@ctm.com.es

[2] Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB, Universitat Politècnica de Catalunya
Avda. Diagonal 647, 08028, Barcelona, España.
E-mail: luis.miguel.llanes@upc.edu

RESUMEN

En el presente trabajo se ha evaluado mediante la técnica de nanoindentación la dureza, el módulo de Young y la tenacidad de fractura de carburos de tungsteno de tamaño micrométrico dispersos en una matriz de cobalto, material conocido como metal duro. La dureza y el módulo de Young de estas partículas duras ha sido evaluada mediante el uso de una punta piramidal tipo *Berkovich*. Se ha observado una dispersión en los valores de dureza debido al carácter marcadamente anisotrópico, en términos de dureza, que presenta este material. La tenacidad de fractura, K_c, ha sido evaluada mediante el método de microfractura por indentación utilizando una punta cúbica, a partir de la medida de la longitud de las grietas generadas en los vértices de las huellas residuales de nanoindentación. En este estudio se ha establecido una metodología válida que permita determinar K_c, discutiéndose la aplicabilidad de los distintos modelos semiempíricos comúnmente utilizados. Los valores de tenacidad obtenidos concuerdan con los resultados obtenidos en estudios previos a partir de la curva R sobre este tipo de material.

ABSTRACT

In this work the hardness, Young modulus and fracture toughness of micro-sized tungsten carbide particles embedded in a cobalt matrix (hardmetal) has been evaluated by means of nanoindentation. Hardness and Young modulus of these hard particles have been determined using a *Berkovich* tip indenter. The obtained hardness values show a broad spread due to the marked hardness anisotropy of this material. Fracture toughness, K_c, has been measured by inducing cracks at the corner of the indentation (IM, Indentation Microfracture method) by using a cube corner indenter. In this paper, the applicability of different expressions for the evaluation of K_c by IM method is discussed. The fracture toughness value for WC obtained by nanoindentation is in agreement with the initial value of the R-curve.

PALABRAS CLAVE: Nanoindentación, tenacidad de fractura, metal duro.

1. INTRODUCCIÓN

Las partículas duras juegan un rol importante en la respuesta mecánica de materiales multifásicos. Este es el caso, por ejemplo, de los aceros de herramienta, donde los carburos gobiernan la resistencia al desgaste y actúan como puntos de inicio de fractura. Por tanto, el conocimiento de las propiedades mecánicas intrínsecas de estas partículas proporciona una información crucial en el desarrollo de nuevos materiales multifásicos con altas prestaciones mecánicas. En este sentido, la resistencia al desgaste y a la fractura de estos materiales puede optimizarse a partir de una relación dureza-tenacidad adecuada de las partículas duras constituyentes. Sin embargo, en muchas ocasiones no se conoce en detalle las propiedades mecánicas de estas partículas debido, básicamente, a la dificultad experimental que comporta su análisis. En este sentido, el potencial analítico de la técnica de nanoindentación ofrece la posibilidad de evaluar la dureza, el módulo elástico y la tenacidad de fractura de partículas duras de tamaño micrométrico.

Entre la gran variedad de materiales multifásicos utilizados para distintas aplicaciones en el sector metal-metálico (corte, conformado, etc.), el metal duro constituye un material estratégico. Dicho material está formado por una dispersión de carburos de tungsteno WC, de tamaño micrométrico, en una matriz de cobalto. El presente trabajo se ha centrado en la caracterización micromecánica de estos carburos mediante la técnica de nanoindentación, evaluándose su dureza y módulo de Young, así como la tenacidad de fractura (K_c) mediante el método de microfractura por indentación. Este estudio

ha permitido establecer una metodología válida para la determinación de K_c, discutiéndose la aplicabilidad de los dos modelos semiempíricos más comúnmente utilizados, el de Anstis y el de Laugier.

2. ANÁLISIS DE LA TENACIDAD DE FRACTURA

La tenacidad de fractura de los carburos ha sido analizada mediante el método de microfractura por indentación IM (*Indentation Microfracture*). Mediante la aplicación de indentadores puntiagudos es posible inducir pequeñas grietas de tamaño y forma controladas. La morfología final de las grietas dependerá de la carga de indentación, la geometría del indentador y la tenacidad del material. La configuración de grieta más común en los materiales frágiles es la radial o *halfpenny* (figura 1a) [1]; mientras que las grietas tipo *Palmqvist* (figura 1b) se desarrollan a cargas de indentación muy bajas o en materiales con una tenacidad muy elevada (como es el caso de los metales duros [2] o la circona [3]). La transición entre estas dos configuraciones tiene lugar cuando la carga de indentación se incrementa.

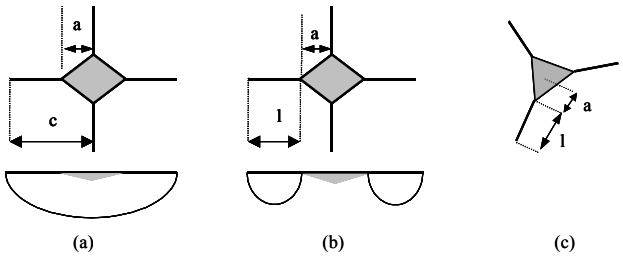


Figura 1. (a) Grietas radiales y (b) grietas tipo Palmqvist generadas a partir de una huella de indentación Vickers; (c) grietas generadas por un indentador Berkovich.

Las grietas que emanan de los vértices de una indentación Vickers o *Berkovich* se detienen cuando la tensión residual en la punta de la grieta está en equilibro con K_c. Por lo tanto, en materiales frágiles K_c puede evaluarse midiendo la longitud de las grietas inducidas por la indentación. Existen numerosas expresiones para determinar K_c mediante el método IM dependiendo de la geometría del indentador y la morfología de la grieta [1, 2, 4]. Una de las expresiones más ampliamente utilizada para grietas radiales es la relación propuesta por Anstis y col. [1]:

$$K_c = \chi \frac{P}{c^{3/2}} = \xi_\upsilon^R \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \qquad (1)$$

Donde P es la carga de indentación, c la longitud de la grieta, E el módulo de Young, H la dureza y ξ_υ^R es un coeficiente de calibración que depende de la geometría del indentador y de la geometría de la grieta. Los valores que han sido propuestos por Anstis y col. con el objetivo de reproducir la tenacidad de fractura de un conjunto de materiales frágiles para la constante ξ_υ^R para indentadores Vickers y *Berkovich* es de 0.016 ± 0.004 [1].

Se han desarrollado varias expresiones para calcular K_c para la configuración de grieta tipo Palmqvist. Entre otras, la expresión comúnmente utilizada es la propuesta por Laugier [4]:

$$K_c = \chi_v \left(\frac{a}{l}\right)^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}} \qquad (2)$$

Donde a es la mitad de la diagonal de la huella de indentación, l es la longitud de la grieta (figura 1b) y χ_v es una constante evaluada en 0.015 a partir del ajuste de la expresión (2) a los datos previamente generados por Anstis y col. [1] utilizando indentadores Vickers.

La aplicabilidad de la expresión (1) está limitada a grietas radiales y ha de cumplir la condición c > 2a. Este sistema de grietas es fácilmente aplicable a la geometría simétrica de un indentador Vickers (figura 1a). No obstante, la naturaleza no simétrica de un indentador *Berkovich* o cúbico, no permite que las grietas radiales se unan por debajo de la huella de indentación (figura 1c) y, en consecuencia, la aplicación de la ecuación (1) , en este caso, resulta dudosa. Hay que destacar que las expresiones anteriores fueron desarrolladas y aplicadas para indentación en materiales frágiles policristalinos, por lo que su aplicabilidad a nanoindentación de fases cristalinas aisladas no es directa. En este sentido, Casellas y col. [5] han evaluado las propiedades micromecánicas de carburos primarios de varios aceros de herramienta, demostrando que la expresión de Laugier con χ_v = 0.016 es la más indicada para su evaluación mediante el uso de puntas *Berkovich*.

En el caso de una punta cúbica, Pharr y col. [6] utilizan la expresión de Anstis con ξ_υ^R = 0.040. Sin embargo, varios autores sugieren diferentes valores para ξ_υ^R . Si se asume que esta constante está relacionada con el ángulo de la punta del indentador ($\xi_\upsilon^R = \xi_r^R (\cot\theta)^{2/3}$, donde ξ_r^R es una constante) se obtiene un valor de 0.033 [7]. No obstante, se han reportado valores de 0.036 por otros autores [8]. Esta falta de definición de ξ_υ^R incrementa la incertidumbre en el cálculo de K_c mediante puntas cúbicas.

En el presente estudio se ha utilizado un indentador cúbico a bajas cargas de indentación, siendo de esperar la generación de grietas tipo Palmqvist. Por otra parte, las grietas generadas no cumplen con la condición de aplicabilidad de la expresión de Anstis (c > 2a). Por este motivo, se espera que la expresión de Laugier (con un

valor de χ_v apropiado) proporcione mejores resultados que la expresión de Anstis en la evaluación de K_c.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Caracterización del material

El estudio se ha centrado en los carburos de tungsteno de un metal duro cuya composición química y propiedades mecánicas se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química y propiedades mecánicas del metal duro estudiado.

WC (% en peso)	91,5 ± 0,2
Co (% en peso)	8,5 ± 0,2
Tamaño de grano medio (μm)	20
Dureza (HV10)	1050 ± 50
Densidad (g/cm^3)	14,65 ± 0,1
Resistencia a la flexión (MPa)	2100

La identificación de fases y grado de orientación cristalina del material se llevó a cabo mediante difracción de rayos X en la configuración de Bragg-Brentano θ-2θ (Bruker D8-DISCOVER) utilizando radiación Cu Kα.

3.2. Caracterización micromecánica

La dureza (H), módulo elástico (E) y tenacidad de fractura de los carburos (K_c) ha sido determinada mediante la técnica de nanoindentación (NanoIndenter XP de MTS). Se ha utilizado una punta de diamante tipo *Berkovich*, calibrada sobre una muestra patrón de sílica según el método de Oliver y Pharr [9]. Las medidas de H y E se han realizado suponiendo un coeficiente de Poisson de los carburos de ν = 0.25, y aplicando una carga de indentación de 200 mN. La tenacidad de fractura ha sido evaluada mediante el uso de una punta de diamante cúbica con cargas de indentación de 200 y 300 mN. La longitud de las grietas radiales generadas en los vértices de las huellas de indentación ha sido evaluada mediante microscopía óptica confocal (Sensofar PLμ 2300).

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de H y E obtenidos del análisis de los carburos se muestran en la figura 2. Como puede observarse, existe una notable dispersión en la dureza, variando ésta entre 22,0 y 30,7 GPa, aunque el valor de E/H se mantiene relativamente constante (~24±1). Debido a esta gran dispersión de valores no se puede establecer un valor promedio de dureza. Por otra parte, no se distinguen dos o más poblaciones de dureza, puesto que ésta varía de forma continua. En trabajos previos de nanoindentación sobre segundas fases en aceros de herramientas no se ha observado esta variabilidad en la dureza para un mismo tipo de carburo [5].

La variabilidad observada en los valores de dureza puede estar asociada a un efecto de anisotropía en las partículas de WC. La morfología cristalina del WC corresponde a un prisma truncado con dos tipos de caras prismáticas y un plano basal, tal y como se muestra en la figura 3 [10].

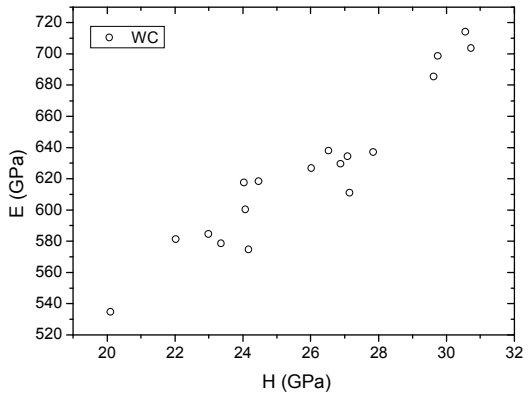


Figura 2. E en función de H para los carburos WC en el metal duro estudiado.

Estudios de French y col. [11] muestran que la dureza del plano basal es aproximadamente dos veces mayor que la dureza de las caras prismáticas. Por otra parte, los resultados de difracción de rayos X obtenidos en este trabajo muestran una única fase cristalina correspondiente al WC policristalino, en la que los carburos no presentan ninguna orientación preferencial respecto al plano analizado de la muestra. Puesto que se han analizado de manera aleatoria distintos carburos, la dispersión de dureza observada se debería, principalmente, al carácter marcadamente anisotrópico de este material cuya dureza depende notablemente del plano cristalino analizado.

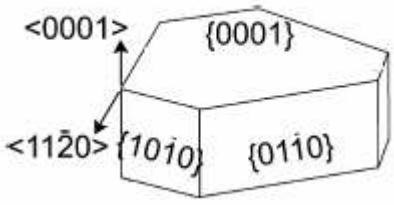


Figura 3. Morfología cristalina del WC, mostrándose el plano basal (0001) y las caras prismáticas (10$\underline{1}$0) y (01$\underline{1}$0)

En la figura 4 se muestra una imagen de microscopía óptica confocal donde pueden observarse dos carburos indentados con punta *Berkovich*. En la figura 5 puede observarse un detalle de una huella residual de nanoindentación generada sobre una partícula de WC con un indentador cúbico y las grietas resultantes. Cabe indicar que las grietas inducidas en las partículas no emanan siempre de los vértices de la indentación y que, en algunos casos, no es posible generarlas.

La tenacidad de fractura de las partículas de WC se ha obtenido utilizando la expresión de Laugier (2). Para el cálculo de K_c se ha utilizado el valor medio de E/H obtenido a partir de las nanoindentaciones realizadas con el indentador tipo *Berkovich*, ya que con el indentador cúbico no se pueden obtener las propiedades mecánicas del material debido a que no se puede calibrar adecuadamente el área de contacto.

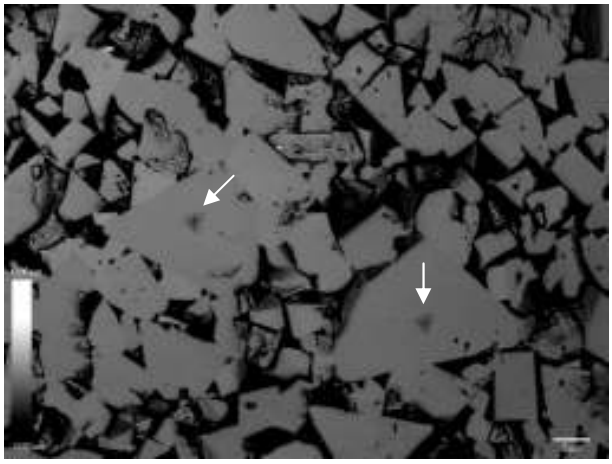


Figura 4. Nanoindentaciones en partículas de WC en metal duro realizadas con un indentador Berkovich a una carga de 200 mN.

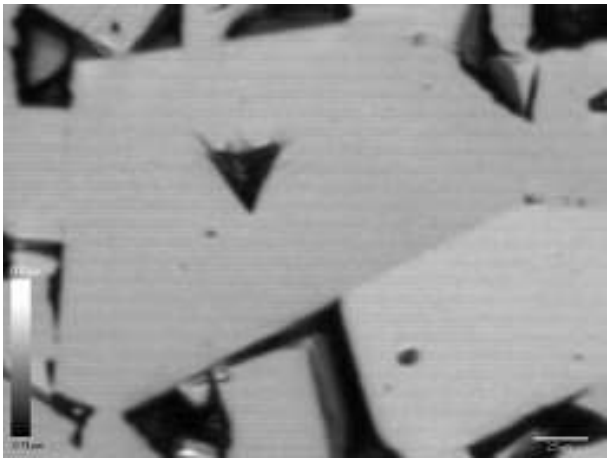


Figura 5. Nanoindentación en una partícula de WC en metal duro realizada con un indentador cúbico a una carga de 200 mN.

Para determinar si una grieta es válida o no para el cálculo de K_c se ha utilizado el criterio de Niihara [2], según el cual la longitud de las grietas ha de cumplir con la condición 0.4<a/l<1. En la tabla 2 se muestran los resultados obtenidos para K_c utilizando distintos valores para χ_v debido a la incertidumbre de este valor para indentadores cúbicos. Se ha asumido que para indentadores cúbicos χ_v varía de la misma manera que el parámetro ξ_v^R cuyo valores reportados varían entre 0.033 y 0.04 tal y como se discute en el apartado 2.

Como puede observarse, el valor de la constante χ_v varía de forma notable el valor de K_c. Con el objeto de poder determinar un valor preciso de esta constante, se procederá, en futuros trabajos, a la calibración de la ecuación de Laugier mediante la indentación con punta cúbica de distintos materiales frágiles cuya tenacidad de fractura sea bien conocida.

Tabla 2. Valores de tenacidad de fractura para las partículas de WC en metal duro.

χ_v	K_c (MPa/√m)
0.040	7.4 ± 2.0
0.036	6.6 ± 2.0
0.033	6.1 ± 1.8

En la figura 6 se comparan los resultados obtenidos de tenacidad de fractura en función de la dureza con los de otras partículas duras [5]. Destacar que en la figura 6 se incluyen resultados de tenacidad y dureza para WC medidos por Warren [12] mediante indentación esférica. Los valores reportados por Warren son similares a los obtenidos en el presente estudio. Estos resultados indican que la nanoindentación es una técnica interesante para medir la tenacidad de partículas duras dispersas en materiales multifásicos.

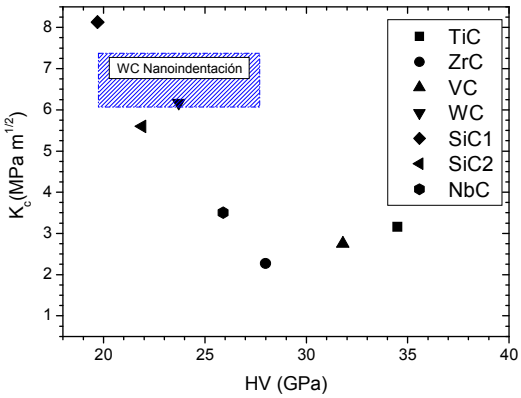


Figura 6. Relación entre K_c y dureza en varias partículas duras. El recuadro representa el rango de variabilidad de dureza y tenacidad de las partículas estudiadas en este trabajo.

El conocimiento de la tenacidad del WC en el metal duro puede se utilizado para racionalizar su comportamiento a fractura. La microestructura del metal duro permite el desarrollo de un comportamiento de curva-R, mediante la formación de microligamentos dúctiles de Co [13,14]. El punto de inicio de la curva-R, se define como K_0, o tenacidad intrínseca, y hasta la fecha sólo ha podido ser estimada. Según Sigl y Exner la curva-R se desarrolla hasta el valor máximo de apantallamiento a lo largo de 4-5 carburos [14,15]. Teniendo esto en cuenta, la tenacidad del primer carburo de WC donde se inicia la curva-R se puede tomar como K_0. Llanes y col. han estimado este valor en 7.1 MPa $m^{1/2}$ a partir de mediciones experimentales de curva-R

[13,15]. Este valor está en el rango de tenacidad calculada en WC mediante nanoindentación que muestra la tabla 2.

Estos resultados permiten concluir que la evaluación de la tenacidad de fractura en partículas duras en materiales que pueden desarrollar curva-R permite determinar la tenacidad intrínseca o K_0 y por tanto definir con más exactitud los primeros tramos de la curva-R.

5. CONCLUSIONES

A partir de los resultados de nanoindentación en partículas de WC en metal duro se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Se ha establecido una metodología experimental y de análisis válida para la determinación de K_c en partículas duras de tamaño micrométrico mediante la técnica de nanoindentación utilizando puntas tipo *Berkovich* y cúbicas.
- Se observa que la dureza varía de forma continua entre 22,0 y 30,7 GPa, dependiendo del carburo indentado, manteniéndose la relación E/H relativamente constante. Esta variabilidad se debe a la marcada anisotropía del WC, por lo que su dureza depende del plano cristalino analizado.
- La tenacidad del WC se ha evaluado mediante puntas cúbicas. Debido a la incertidumbre de la expresión de Laugier para este tipo de geometría no se puede establecer un valor preciso para K_c, que oscila entre 6.1 y 7.4 MPa $m^{1/2}$. Por este motivo se requiere seguir analizando la aplicabilidad de la expresión de Laugier para puntas cúbicas, recalibrando el valor de χ_v.
- La tenacidad del WC coincide con los valores estimados de K_0 por otros autores en la evaluación experimental de la curva-R en metal duro.
- La técnica de nanoindentación de partículas duras en materiales multifásicos puede ser utilizada para calcular K_0 en materiales que desarrollen curva-R.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por el Ministerio de Educación y Ciencia (DPI2006-12279). Los autores desean agradecer a M. Marsal (ETSEIB, UPC) su asistencia técnica en las medidas de microscopía electrónica de barrido y al Dr. F. Gispert (Universitat Rovira i Virgili) la realización de las medidas de difracción de rayos X.

REFERENCIAS

[1] Anstis, G.R, Chantikul, P., Lawn, B.R., Marshall, D.B., *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness.1.Direct crack measurements*, J. Am. Ceram. Soc. (64), pp. 533-538, 1981.

[2] Niihara, K., Morena, R., Hasselman, D.P.H, *A fracture mechanics analysis of indentation induced palmqvist crack in ceramics*, J. Mater. Sci. (2), pp. 221-223, 1983.

[3] Casellas, D., Feder, A., Llanes, L., Anglada, M., *Fracture toughness and mechanical strength of Y-TZP/PSZ ceramics*, Scrip. Mater. (45), pp. 213-220, 2001.

[4] Laugier, M.T., *Palmqvist indentation toughness in WC-Co composites*, J. Mater. Sci. Letters (6), pp. 897-900, 1987.

[5] Casellas, D., Caro, J., Molas, S., Prado, J.M., Valls, I., *Fracture toughness of carbides in tool steels evaluated by nanoindentation*, Act. Mater. (55), pp. 4277-4286, 2007.

[6] Pharr, G.M., *Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation*, Mater. Sci. and Eng. A (253), pp. 151-159, 1998.

[7] Chen, J., Bull, S.J., *Indentation fracture and toughness assessment for thin optical coatings on glass*, J. Phys. D: Appl. Phys. (40), pp. 5401-5417, 2007.

[8] Harding, D.S., Oliver, W.C, Pharr, G.M., *Cracking during nanoindentation and its use in the measurement of fracture toughness*, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. (356), pp. 663-668, 1995.

[9] Oliver, W.C., Pharr, G.M., *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, J. Mater. Res. (7), pp. 1564-1583, 1992.

[10] Lay, S., Allibert, C.H., Christensen, M., Wahnström, G., *Morfology of WC grains in WC-Co alloys*, Mater. Sci. and Eng. A (486), pp. 253-261, 2008.

[11] French, D.N., Thomas, D.A., *Hardness anisotropy and slip in WC crystals*, Trans. Metal. Soc. AIME (233), pp. 950-952, 1965.

[12] Warren, R., *Measurement of the fracture properties of brittle solid by hertzian indentation*, Act. Metal. (26), pp. 1759-1769, 1978.

[13] Llanes, L., Torres, Y., Anglada, M., *On the fatigue crack growth behavior of WC-Co cemented carbides: kinetics description, microstructural effects and fatigue sensitivity*, Act. Mater. (50), pp. 2381-2393, 2002.

[14] Sigl L.S., Exner H.E., *Experimental study of the mechanics of fracture in WC–Co alloys*, Metall Trans A (18), pp. 1299–1308, 1987.

[15] Torres Y., Bermejo R., Llanes L., Anglada M., *Influence of notch radius and R-curve behaviour on the fracture toughness evaluation of WC–Co cemented carbides*, Eng. Frac. Mech., (15) pp. 4422-4430, 2008.

ANALISIS DE LA DETERMINACION DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA MEDIANTE EL ENSAYO SPT

I. Peñuelas, C. Rodríguez, F.J. Belzunce y C. Betegón

Escuela Politécnica Superior de Ingeniería, Universidad de Oviedo, Campus Universitario, 33203 Gijón, Tfno: 985181980

e-mail: penuelasines@uniovi.es

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objeto la comparación del comportamiento a fractura de distintas probetas SPT entalladas tras la realización del ensayo miniatura de punzonado o Small Punch Test (SPT), con objeto de definir la configuración más apropiada para la determinación de la tenacidad a fractura de aceros estructurales utilizando probetas miniatura. Para ello se han ensayado experimentalmente cuatro configuraciones de entalla distintas: entalla centrada pasante y entalla lateral pasante en probetas de 0.5 mm de espesor, y entallas circulares no pasantes de distinto diámetro, estas dos últimas sobre probetas de mayor espesor (1 mm).

Además del programa experimental, se ha llevado a cabo el análisis numérico consistente en la simulación tridimensional mediante el código comercial de elementos finitos ABAQUS, de las distintas configuraciones ensayadas. De este modo se han determinado las curvas teóricas fuerza-desplazamiento y la triaxialidad operativa en la región de fractura de cada una de las probetas.

ABSTRACT

A comparison among the fracture behaviour of different notched small punch test (SPT) specimens has been carried out in order to define the most appropriate notch configuration for the determination of the fracture toughness of structural steels. Four different configurations have been tested: a central and a lateral notch produced in samples with a thickness of 0.5 mm and two circunferencial notches of different diameters practiced in samples with a thickness of 1 mm.

A numerical analysis of the four specimens has also been performed by means of a tridimensional finite element simulation using the ABAQUS code. The load versus the displacement curves were obtained and the triaxiality existing in the fracture region.

Palabras Claves: Ensayo miniatura de punzonado (SPT), probetas agrietadas, tenacidad a fractura

1.- INTRODUCCIÓN

La caracterización mecánica de los materiales mediante el uso de probetas miniatura tiene una gran importancia bien porque la región a caracterizar sea muy pequeña (zonas afectadas térmicamente en procesos de soldeo o recargues, p.e.) o bien porque se disponga de cantidades muy pequeñas de material (p.e., en componentes en servicio no es posible más que extraer un pequeña muestra representativa). En estas situaciones el ensayo miniatura de punzonado o Small Puch Test (SPT) se ha revelado ya como un ensayo efectivo a la hora de determinar las propiedades mecánicas convencionales de los aceros [1], pero sin embargo, hasta ahora, no ha sido posible determinar con una fiabilidad suficiente la tenacidad a la fractura de estos mismos materiales.

2. – ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO

El ensayo miniatura de punzonado es un ensayo que puede considerarse como no destructivo debido al reducido tamaño de las probetas que utiliza (10x10x0.5 mm de espesor), a partir del cual se pueden obtener parámetros que permiten predecir directamente las propiedades mecánicas fundamentales del material, como el límite elástico, la resistencia a la tracción, la ductilidad y la energía de rotura [2,3].

El ensayo consiste en la aplicación de una carga con la ayuda de un punzón de cabeza semiesférica de 2.5mm de diámetro, con objeto de obligar a la probeta, que está firmemente sujeta en todo su contorno, a deformarse en el interior de un orificio de 4mm de diámetro

(expansión biaxial) hasta su rotura. La Figura 1 muestra un esquema del dispositivo de ensayo [4].

Con la ayuda de un extensómetro que se coloca entre la matriz fija y la móvil se obtiene el desplazamiento del punzón que, previa corrección de la flexibilidad del dispositivo de ensayo, permite calcular el desplazamiento del punto central de la probeta.

Los datos de carga y de desplazamiento generados, nos permiten obtener la curva característica del ensayo, que para un material dúctil muestra la forma que se expone en la Figura 2.

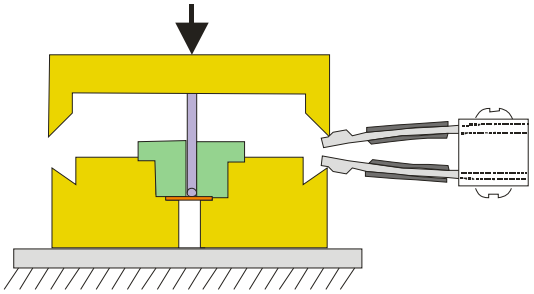


Fig. 1. Esquema del ensayo miniatura de punzonado (EMP).

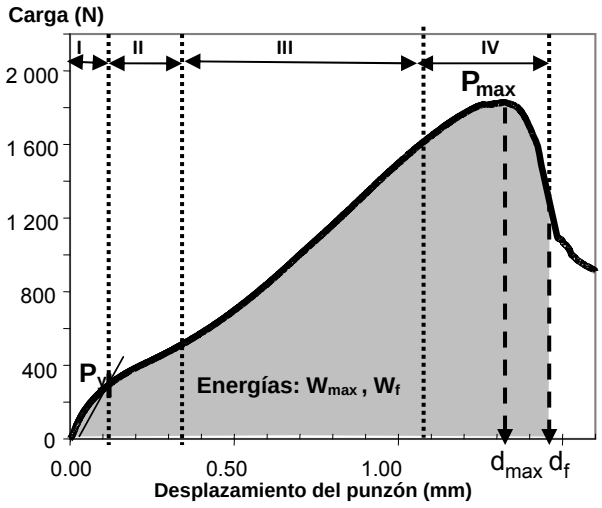


Fig. 2: Curva característica obtenida en un ensayo SPT sobre un material dúctil

El gráfico de la figura 2 muestra las siguientes zonas características [5]: la *zona I*, que corresponde a la deformación inicial predominantemente elástica, la *zona II* representativa de deformación mayoritariamente plástica, una *zona III* en la que la deformación plástica es generalizada y se extiende a toda la zona de proceso hasta que, en las proximidades del máximo de carga se inicia una grieta, momento en el que comienza la *zona IV*, caracterizada por el crecimiento de la grieta hasta que sobreviene la fractura total de la probeta.

A partir de estas curvas se obtienen parámetros característicos que están directamente relacionados con propiedades mecánicas tales como el límite elástico, la resistencia a la tracción y el alargamiento [6-9]. Otros parámetros que se relacionan esta vez con la tenacidad, ya que miden la energía de fractura en el ensayo, son W_{max}/t^2 y W_f/t^2, siendo W_{max} y W_f las energías absorbidas en el punto de carga máxima y en el de rotura (área encerrada debajo de la curva SPT hasta las desplazamientos citados anteriormente) y t el espesor de la probeta. No obstante para poder determinar numéricamente las propiedades mecánicas y de fractura del material ensayado, es necesario recurrir a métodos numéricos inversos [1] y, de cualquier manera, estos parámetros no nos permiten evaluar la tenacidad a la fractura del material, ya que para ello resulta imprescindible realizar el ensayo sobre una probeta agrietada.

En este trabajo se han ensayado diferentes configuraciones de probetas SPT entalladas con objeto de definir una probeta miniatura capaz de permitir la medida de la tenacidad a la fractura de los aceros estructurales.

3.- MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se ha utilizado como material de ensayo un acero tipo S460N (EN 10113-2), con 0.18%C, laminado en forma de chapa de 15mm de espesor, que tras la laminación en caliente y posterior normalizado mostraba una microestructura ferrito-perlítica. El material fue caracterizado convencionalmente a temperatura ambiente mediante ensayos de tracción, dureza y tenacidad a la fractura. La Tabla 1 recoge las principales características mecánicas del acero obtenidas tras estos ensayos.

Tabla 1: Propiedades mecánicas fundamentales del acero AE460

E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_R (MPa)	A (%)	HV10	J_{IC} * (kJ/m^2)
200	480	680	22	208	270

* Ensayos realizados según ASTM E 1820 [10] sobre probetas C(T)

Al objeto de identificar la configuración agrietada más apropiada para la determinación de la tenacidad a la fractura a partir del ensayo SPT se han preparado mediante micromecanizado cuatro configuraciones distintas. Así y partiendo de una probeta Charpy de 55x10x10 mm^3 con una orientación LT, se realizaron cortes transversales con una cortadora metalográfica de precisión con la que se obtuvieron láminas de 10x10 mm^2 de sección y de espesor igual a 1mm en el caso de las probetas destinadas a contener entallas

circunferenciales no pasantes (figura 3) y de 0.5mm para el caso de las probetas con entallas pasantes (figura 4). Una vez extraídas las muestras y tras comprobar que sus dimensiones entraban dentro de las estrechas tolerancias exigidas para la ejecución de este tipo de ensayo, se procedió al mecanizado de las entallas con la ayuda de una máquina de micromecanizado. Las configuraciones analizadas fueron las siguientes:

- Probeta 0.5mm de espesor con entalla lateral pasante de longitud a=3.8mm y un radio en la punta de la entalla de 0.2mm
- Probeta de 0.5mm de espesor con entalla central pasante de longitud a= 1mm y un radio en la punta de la entalla de 0.2mm
- Probeta de 1mm de espesor con entalla central no pasante (0.1 mm de profundidad, a/t = 0.1), de forma circular con un diámetro de 1 mm
- Probeta de 1mm de espesor con entalla central no pasante (0.1 mm de profundidad, a/t = 0.1), de forma circular con un diámetro de 3 mm

También fueron ensayadas, a modo de comparación, probetas SPT carentes de entalla de 0.5mm y 1 mm de espesor.

Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento a una velocidad de 0.2 mm/min, utilizando un dispositivo experimental diseñado y fabricado en la EPSIG acoplado a una máquina estática dotada de una célula de carga de 10 kN y en el que el desplazamiento se mide de forma muy precisa a través de un extensómetro tipo COD colocado entre las partes superior e inferior del dispositivo de ensayo, tal y como se esquematiza en la Figura 1. Esta disposición del extensómetro hace que junto con el desplazamiento del punto de carga se esté contabilizando el desplazamiento debido a la deformación de otras partes del dispositivo de ensayo (bola y punzón). Por esta razón, y al objeto de corregir estos desplazamientos, se determinó la flexibilidad del dispositivo de ensayo a través de la realización de una serie de cargas y descargas sobre un patrón suficientemente rígido. Esta curva de flexibilidad nos ha permitido corregir las obtenidas en los ensayos SPT, y obtener de este modo la curva carga-desplazamiento del punto de carga real de cada probeta.

4. DESCRIPCIÓN DE LOS MODELOS FEM UTILIZADOS

Se han desarrollado distintos modelos para reproducir el ensayo mediante cálculo numérico. Para ello se ha utilizado el código comercial de elementos finitos ABAQUS [11]. Al tratarse de probetas agrietadas ha sido necesario recurrir a mallas tridimensionales, si bien se ha utilizado simetría para disminuir el tiempo de computación. La probeta se ha discretizado mediante una malla de elementos sólidos de ocho nodos con integración reducida. La matriz y el punzón se han modelizado como sólidos rígidos y se han considerado contactos entre superficies. Los cálculos se han realizado bajo el supuesto de grandes deformaciones y cálculo explícito. Las propiedades macroscópicas del material que se han introducido en el modelo se han obtenido a partir de ensayos convencionales. Se ha considerado asimismo que la fractura dúctil del material se produce de acuerdo con el modelo micromecánico de daño de Gurson-Tvergaard-Needleman, en el que se considera la nucleación, el crecimiento y la coalescencia de cavidades, de modo que es posible simular el comportamiento del material hasta la rotura. Por otra parte, se ha supuesto que el coeficiente de rozamiento durante el ensayo es aproximadamente μ=0.1, ya que además este valor es adecuado para un contacto acero-acero inicialmente lubricado, que es el que se produce en el ensayo. La Figura 3 muestra las geometrías utilizadas para la simulación.

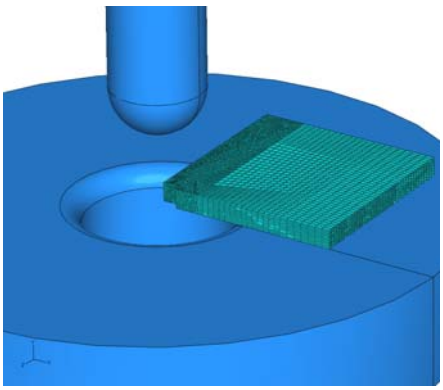


Fig. 3: Geometrías y malla utilizada para la simulación

5.- RESULTADOS Y DISCUSION

Las Figuras 4 y 5 muestran los resultados obtenidos tras la realización de los ensayos miniatura de punzonado sobre las probetas de 0.5mm y de 1mm de espesor, respectivamente.

En los cuatro casos analizados puede observarse que en las primeras regiones de la curva, y hasta que no se desarrolla una amplia deformación plástica generalizada, las curvas correspondientes a las probetas entalladas coinciden perfectamente con las de las probetas sin entallas. En el caso de las probetas con entallas rectas pasantes (Figura 4), es la correspondiente a la entalla centrada la que primero se desvía de la trayectoria de la probeta no entallada, pero también la que muestra un comportamiento aparentemente más dúctil, caracterizado por una caída muy suave desde el punto de carga máxima. Por el contrario, la probeta con la entalla lateral larga muestra un comportamiento anómalo en el sentido de ser capaz de soportar una carga incluso mayor que la de la probeta no entallada. Este comportamiento es debido al cierre de la grieta que se produce como consecuencia de un pequeño desplazamiento de la probeta sobre la matriz, y ha sido

verificado mediante distintas simulaciones numéricas en las que se ha fijado o liberado el desplazamiento de la probeta en determinados grados de libertad.

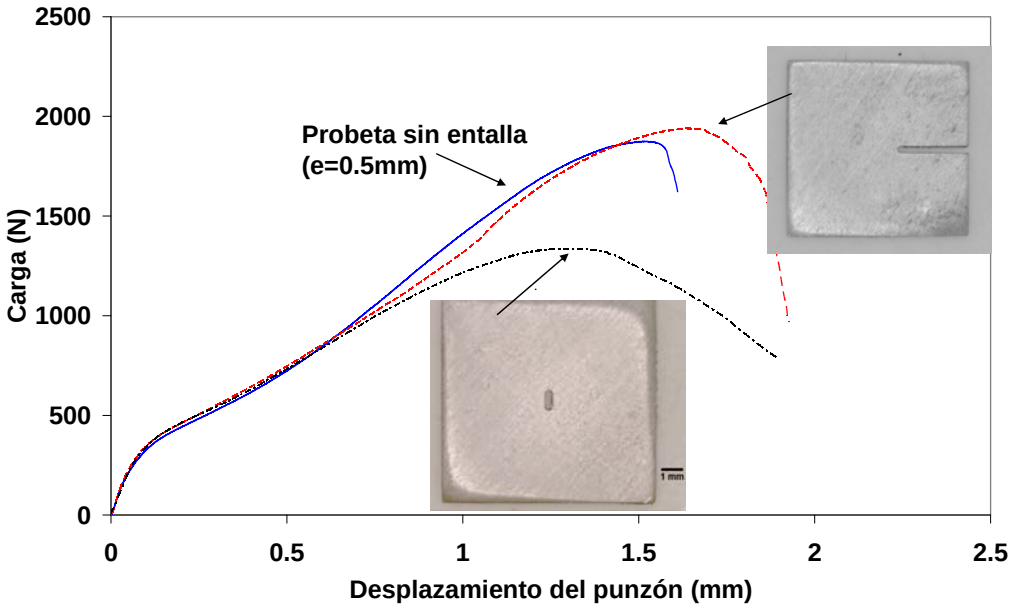


Fig. 4: Curvas SPT correspondientes a las probetas de 0.5 mm de espesor con entallas rectas pasantes

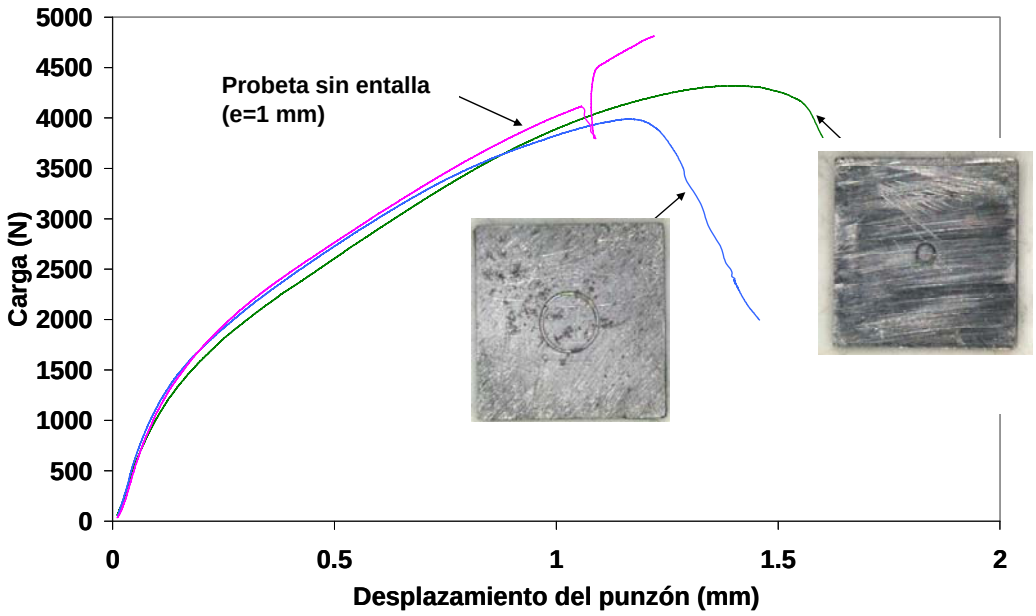


Fig. 5: Curvas SPT correspondientes a las probetas de 1 mm de espesor con entallas circulares no pasantes

Las curvas obtenidas con las probetas con entallas circulares no pasantes (a/t = 0.1), Figura 5, han dado lugar a curvas fuerza-desplazamiento claramente diferentes de las anteriores, que solo se han desviado de la curva correspondiente a la probeta sin entalla en el estadio final del proceso, es decir en el momento mismo de su rotura. Nótese además que la probeta que soporta una carga mayor fue la que tenía el diámetro de entalla menor.

Las Figuras 6a, 6b, 7a y, 7b muestran las roturas de estas cuatro probetas. En el caso de la probeta con la entalla pasante central (Figura 6a), que mostraba el comportamiento aparentemente más dúctil, vemos que la entalla se abre completamente antes de que finalmente se desarrolle una grieta en dirección radial que es la que da lugar al fallo.

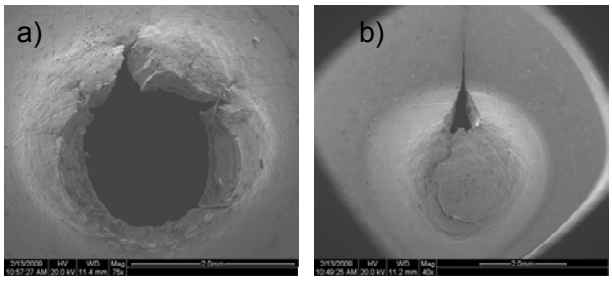


Fig. 6. Rotura de las probetas con entallas pasantes

La Figura 6b muestra la rotura de la probeta con la entalla pasante lateral, en la que se destaca la amplia apertura que tiene lugar en el frente de la entalla así como el cierre de la grieta en las proximidades de la región de sujeción.

Las Figuras 7a y 7b dan cuenta de la rotura de las probetas con las entallas circunferenciales no pasantes, en las que el punto de mayor interés, que debe destacarse, es que la región central de la probeta con la entalla de menor diámetro no se ha deformado en absoluto y ha permanecido perfectamente plana hasta el final del ensayo (Figura 7b).

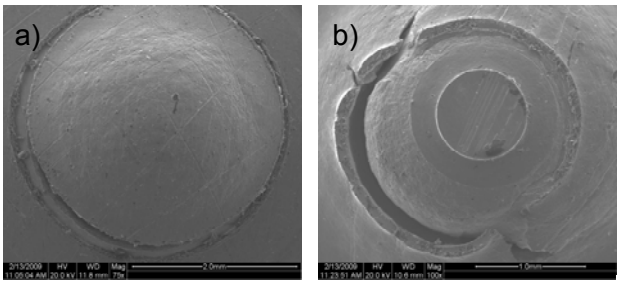


Figura 7. Rotura de las probetas con entallas circulares no pasantes

Mediante la simulación numérica se ha podido comprobar que los métodos numéricos son válidos para la reproducción del comportamiento a fractura de distintas probetas SPT agrietadas.

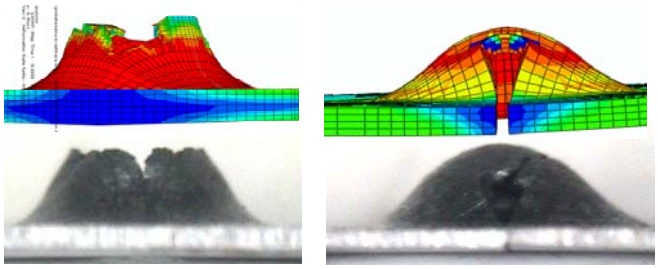


Fig. 8. Rotura de las probetas con entallas pasantes

En las Figuras 8 y 9 se muestra la comparación de la rotura experimental y numérica obtenida para algunas de las probetas estudiadas. Hay que destacar la buena correspondencia observada en todos los casos.

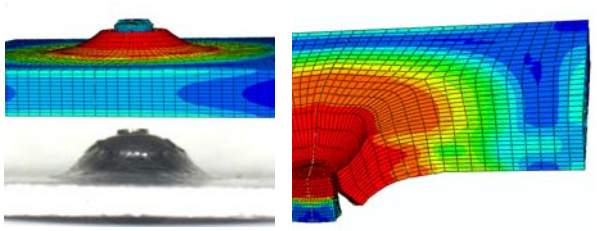


Fig. 9. Rotura de la probeta con entalla circular no pasante de diámetro 1 mm

Por su parte, de cara a obtener la configuración más idónea para la determinación de la tenacidad a fractura, es necesario determinar la triaxialidad de cada una de las geometrías estudiadas, ya que se necesitan geometrías de ensayo que conduzcan a estados de alta triaxialidad para poder estimar la tenacidad del lado de la seguridad. La triaxialidad de cada configuración puede obtenerse mediante simulaciones numéricas a partir de la presión hidrostática y de la tensión de von Mises.

Las Figuras 10 y 11 muestran la distribución de presiones hidrostáticas en dos de las geometrías estudiadas. En estas figuras se aprecia la clara diferencia que presentan estas distribuciones, siendo la probeta con la entalla no pasante la que proporciona una triaxialidad apreciablemente mayor.

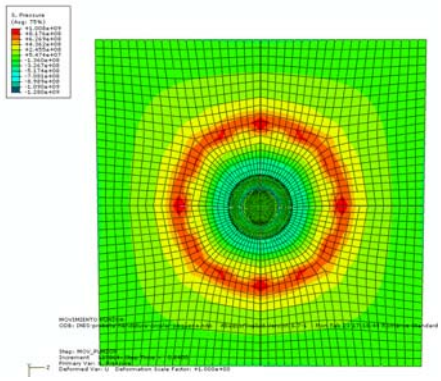


Fig. 10. Presión hidrostática para la probeta con grieta circular de 1 mm de diámetro no pasante

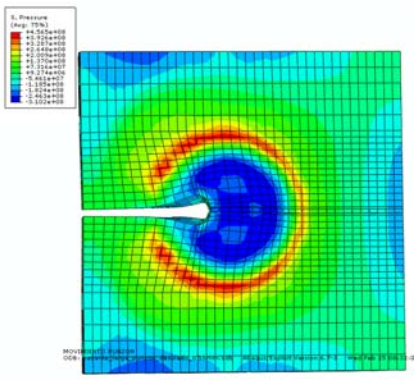


Fig. 11. Presión hidrostática para la probeta con grieta lateral pasante

5.- CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha realizado la comparación del comportamiento a fractura de distintas probetas SPT agrietadas.

Se ha puesto en evidencia que la combinación de los métodos experimentales y numéricos constituye una potente herramienta a la hora de caracterizar la fractura de los aceros estructurales.

Las simulaciones realizadas permiten definir correctamente la deformación de la probeta en el curso del ensayo y conocer la distribución de tensiones que se producen en la misma. Por otra parte también permiten determinar la triaxialidad de las distintas geometrías agrietadas.

De las cuatro geometrías agrietadas, las que tienen grietas pasantes muestran triaxialidades inferiores que las dos geometrías con grieta circulares no pasantes, por lo que éstas últimas serían las que, en principio, y a falta de realizar un estudio más profundo, habría que utilizar para la determinación de la tenacidad a fractura mediante el ensayo miniatura de punzonado.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación obtenida del Ministerio de Educación y Ciencia (Plan Nacional I+D+I), mediante los proyectos MEC-04-MAT2004-06992-C02-01 y MAT2008-06879-C03-00, a Hibbit, Karlsson y Sorensen por el acceso a ABAQUS mediante la licencia educacional, y al Centro Tecnológico para el diseño y la producción industrial de Asturias (PRODINTEC) por la realización de las entallas en todas geometrías agrietadas analizadas. Sin el apoyo de todas estas instituciones no hubiera sido posible la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

[1] Peñuelas I., Cuesta I.I., Betegón C., Rodriguez C., Belzunce F.J., *Determinación de los parámetros elastoplásticos y de daño mediante métodos inversos sobre ensayos SPT*, Anales de Mecánica de la Fractura, **25**, 492-497, 2006

[2] Lucas G.E. et al., Recent progress in small specimen test technology, J. Nucl. Mater., 307-311, 2002, 1600-1608.

[3] Contreras MA., Tesis doctoral, universidad de Oviedo, 2007.

[4] Autillo J., Contreras M.A., Betegón C., Rodríguez C., Belzunce F.J., *Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento en la caracterización mecánica de aceros*, Anales de Mecánica de la Fractura, **23**, 77-83, 2006.

[5] M.A. Contreras, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón, *Use of the small punch test to determine the dúctiles-to-brittle transition temperature of structural steels*, Fatigue Fract Engng Mater Struct, 31, 727-737, 2008.

[6] Fleury E. y Ha J.S., Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plants, Int. J. Press. Vessels and Piping, 75, 699-706, 1998

[7] Vorlicek et al., Evaluation of a miniaturizad disc test for establishing the mechanical properties of low-alloy steels, J. Mater. Scie., 30, 2936-2943, 1995.

[8] Foulds J. y Viswanathan R., Determination of the toughness of in-service steam turbine disks using small punch testing, J. Mater. Perform., 10, 5, 614-619, 2001

[9] Ruan Y., Spätig P. and Victoria M., Assessment of mechanical properties of the martensitic steel Eurofer97 by means of punch tests, J. Nucl. Mater., 307-311, 236-239, 2002.

[10] ASTM E 1820, Standard test method for measurement of fracture toughness, ASTM, 1999.

[11] ABAQUS 6.4., Hibbit, Karlsson and Sorensen, Inc., Pawtucket, 2003.

IN-SITU MICROTRIBOLOGY WITH HIGH LOCAL RESOLUTION

Wolfgang P. Weinhold[1], Ralp Stengler[2], Thomas Schuessler[3]

[1] Departament of Plastic Engineering,
University of Applied Sciences, 64295 Darmstadt, Germany .
E-mail: info@innowep.com

[2] Departament of Plastic Engineering,
University of Applied Sciences, 64295 Darmstadt, Germany
E-mail: stengler@fbk.fh-darmstadt.de

[3] Innowep GmbH, Measuring and Testing
Haugerring 6, 97084 Wuerzburg, Germany
E-mail: info@innowep.de

ABSTRACT

Common material properties, e.g. hardness, tensile modulus and strength, poisson´s ratio, are well known. On the other hand, properties of thin layers or composite materials can differ significantly from those data, in particular for micro- or nano-particle systems. AFM and FFM methods work with excellent lateral, topographic and force resolution but often do not provide testing-situations close to practical applications.
Optimization of scratch- and wear-properties especially of relevance on curved and topographically structured and textured surfaces need access to measurement techniques, that cover the gap between micro and nano scale. The results presented are done with the Micro-Structure-Analysis procedure MISTAN. The advantages of in-situ measurements of total, permanent, elastic deformation and friction force on polymer-, glass- and metal-samples as well as on coated and composite materials are shown and discussed. It could also be shown, that in-situ measurements of scratch resistance with stepwise increase of load correlated with simultaneous micro force measurements are of great relevance for the characterization and differentiation of materials.
This new in-situ micro-structure procedure with high local resolution opens completely new doors in understanding of microtribological phenomena on all types of materials.

KEYWORDS: Material Testing, Abrasion, Surface Durability

1. INTRODUCTION

Tribology in general describes everything which takes place between two or more bodies in contact, being moved against each other. The status quo before and after the tribological incident, especially the values of roughness and structure, have to be taken into account to understand the results [1]. The load and course of movement have to be described exactly. It is also of great relevance to measure the resulting forces which direction is opposite the moving direction of the counterparts. Tribology also describes wear and abrasion phenomena. These phenomena are the sum of all nonreversible changes of a materials surface. The elementary processes of wear and friction are of stochastical nature, which happen as dissipative, non-linear, dynamical events with temporal and local micro contacts [2]. But polymer and composite materials have become more and more relevant in construction nowadays. Up to now nearly every tribological consideration uses older models, which strictly speaking only have a range of validity in the metal sector [2]. Notably the viscoelastic behaviour of polymer materials or the inhomogeneous distribution of materials behaviour within composites in addition of topographical surface variation demand a new way of thinking and measuring. Many effects can only be detected when measurement methods have the possibility of in-situ-consideration and recording with local resolution.
Within this work the sophisticated demands of polymers and composite materials are considered using a new method for the in-situ characterization of surface materials and functional properties with high local and temporal resolution [3].

2. QUANTITATIVE DESCRIPTION OF SCRATCHES

Four different scenarios can be distinguished concerning the interaction of a stylus and a surface under load:

1. If an elastic deformation of the surface occurs with abrasion of local unevennesses like fish eyes, this is called grooving.

2. In the process of viscoelastic plowing, material is densified under the contact area as well as viscoelastically and plastically pushed to the outside. A relative height level will be reached that overtops the testing level.
3. Immediate formation of cracks either in the middle or at the edge of the scratch. Several particles can be quarried out and arranged along the scratch afterwards.
4. Non-viscoelastic plowing by which material is directly removed permanently from the surface. Loss of material from the sample occurs.

It is of great importance to understand the process of scratching physically. The results should not only be evaluated qualitatively but also quantitatively in a reproducible manner. This is important because with the scratch test extremely thin layers must be estimated where the qualitative rating is not enough. With the quantitative examination it is possible to optimize techniques for the increase of scratch resistance systematically.

Besides the changes in deformation values the friction coefficient plays an important role in a scratch process. It can be assumed that the friction coefficient describes the force that leads to the scratch. A dramatic change in friction forces is a clear evidence for a beginning scratch.

In general, materials with high recovery rates have a better scratch resistance since from the total deformation the elastic part has to be subtracted. For an exact evaluation of the degree of damage or resistance against damages of a material respectively it is necessary to estimate the penetration depth in-situ during the scratching process. Besides, the local pressure on the surface during the penetration process and the moving of the stylus along the surface has to be evaluated for friction resistance.

In the numeric evaluation of scratches most insights come from engineering where a penetrator – as a tool – is used for the machining of metal surfaces. These insights and techniques can hardly be transferred to polymer materials. This is due to their material behaviour like viscoelasticity, creeping and relaxation as a function of time that do not occur with metals. Through this special elastic and viscoelastic behaviour of polymers the scratching leads to a three dimensional, the penetrator surrounding process where it is no more possible to simulate real contact areas and thus local pressures correctly. Since the effective geometry and contact areas affect the local material behaviour massive, e.g. the viscoelasticity can increase erratic especially if local plastification or melting of polymers occurs, all numeric models collapse that do not consider these specific properties. Due to the penetration behaviour of the tip, directly beneath the surface lies a region of strong plastic behaviour so that in contrast to pure elastic material it becomes clear that because of the contact area a zone of high tension and surface pressure forms.

Due to the characteristics of polymer materials considering elasticity, plasticity and viscoelasticity it is extremely hard to develop a prediction of a specific material behaviour with regard to its scratch behaviour. Up to now there is no suitable extensive model to describe, picture and predict the scratch and wear process.

3. CRITICAL REFLECTION

Even if we assume homogenous material properties different local abrasion mechanisms result from different regional surface structures of both friction partners. Within a tactile relative motion different mountains on both material and stylus meet each other. Which demolishing mechanism occurs on a certain point of the surface depends on the local topography. Although the local topography affects the tribosystem crucial, common scratching techniques take neither the spatial resolution nor the geometries of the tribologic partners into account. Roughness parameters are not useful since these values summarize over the structure or topography and give no hint on local or punctual effects.

A tribosystem that deals with inhomogeneous material properties and also takes the interaction between material behaviour and topography into account has to include and consider properties and topographies of both tribologic partners, material and penetrator. So, for detailed insights into the wear and abrasion mechanisms the border and crossover zones like in composites have to be comprised.

To force a surface abrasion it is essential that the penetrator has a greater hardness than the specimen. Only then micro plowing or micro cracking can occur. These effects are generated by the actual local pressure on the surface as well as the material or composite behaviour near to the surface. To capture the different aspects of micro plowing, cutting, exhaustion and breaking an evaluation of the damage after the load process is not enough. In fact it is necessary to measure local deformations, distortions and dislocations during the abrasion process to make a statement about cause and effect of the abrasion.

All existing environmental simulation techniques are only applicable to flat surfaces and are not able to gather information spatially resolved. Abrasion values determined in that way are only summarized results, like loss of weight, glance and volume or gain of roughness. Furthermore, relatively large specimen are needed that have to be planar and flat. On rough and structured surfaces these techniques fail, reproducibility is not assured. Information about the abrasion and wear process is not available since the evaluation takes place only after the load process. One has to measure in real time to get in-situ values for not only the permanent but also the elastic and total deformation.

Current scratch tests use a steel tip with a radius of curvature of 1 mm as penetrator which is a realistic value. Evaluation of damage takes place after 24 hours which is disadvantageous since there is a correlation between the damage and the temporal interval until its evaluation especially for polymers with viscoelastic properties. So, besides spatial resolution temporal logging is important to appraise time dependent processes.

Nanoindentation techniques use radii of curvature of less than 100 nm. This leads to extremely high local pressures which are completely out of touch with reality for abrasion and wear processes. The shape of the tip is mostly pyramidal or elliptic. In the literature no evidence is found for the measurement of its shape or topography in built-in condition. An acquisition of the real geometries would be imperative for precise statements about the contact area and local pressures. Thus, scratches created by nanoindentors are not very realistic because of the high local pressures and the obtuse angles of the penetrator.

The same applies to AFM machines especially if they are used as scratch testers. The radii of curvature of the tips range from 1 µm to only a few atom layers. It could be shown that the tip itself wears off right from the start of the abrasion process. This leads to a constantly changing geometry of the tip. Due to the unknown contact geometry reproducible abrasion processes are not possible. Besides, the measuring of absolute height profiles with a tip changing its shape is impossible. Furthermore, the AFM has no lateral guide. If the tip meets an area of greater hardness it will sidestep to softer regions making an exact determination of the x- and y-coordinates on the surface impossible. All this makes the AFM an instrument that is not reasonably applicable for the evaluation of abrasion and wear processes.

An improvement of the available techniques should perform and evaluate abrasion and wear processes in a comprehensible and reproducible way even on coated and composite materials. It should be applicable not only to flat but also to convex or concave surfaces. In addition, geometry and topography appraisal of the tip in built-in condition should be accomplishable fast and exactly.

4. DESCRIPTION OF METHOD

The innovation consists of a patented method for determination of deformation values of a materials surface called micro structure analysis MISTAN. The measurement procedure can be divided into three measuring steps (fig. 1) which are performed continuously in sequence with linear speed and one calculation step (fig. 2):

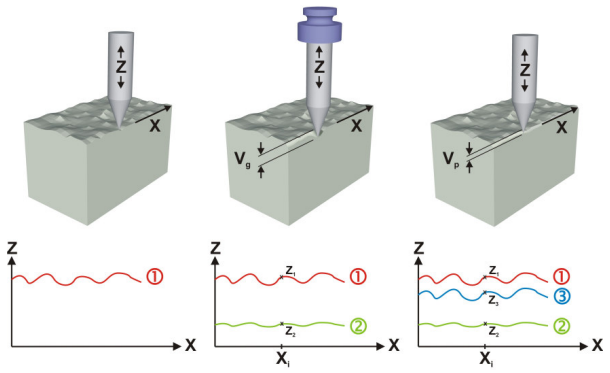


Figure 1. MISTAN procedure, height profiles

A defined stylus is moved linearly over the area of interest with contact to the surface. The load applied should be the lowest possible. As result the height profile ← of the virgin surface is obtained.

The same stylus is moved over the same area again with a constant test load. A second height profile ↑ is recorded. The difference between height profile ← and ↑ represents the varying distribution of total deformation V_g over the whole measurement range with high local resolution, i.e. for every single measurement point x_i the value of deformation can be calculated.

$$V_g(x_i) = z_1(x_i) - z_2(x_i) \tag{1}$$

For a third and last time the stylus is moved over the area of interest, again with the lowest possible load. The third height profile → is obtained. This profile is placed between the height profiles ← of the first and ↑ of the second measurement step. The materials properties plasticity V_p and elasticity V_e are calculated directly from the three height profiles with high local resolution, what is shown in equation 2 a,b:

$$V_p(x_i) = z_1(x_i) - z_3(x_i) \tag{2a}$$

$$V_e(x_i) = z_3(x_i) - z_2(x_i) \tag{2b}$$

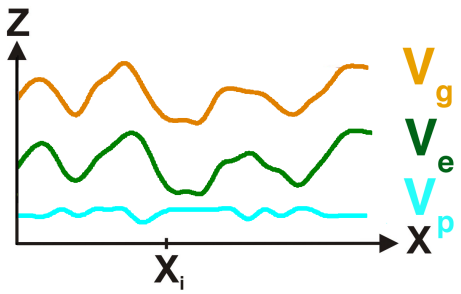


Figure 2. MISTAN procedure, calculated deformation profiles

Further special characteristics of this method are the possibility of stepwise increase of load within the second measurement step for evaluation of scratch resistance and the possibility of simultaneous force measurement. The highly detailed display of load plateaus allows exact statements about the break down of a surface. Whenever the surface of a material sustains damage or even sudden collapse, the force interaction between the surface and the penetrating counter body will change dramatically.

5. MEASUREMENT RESULTS

All measurements were performed with the Universal Surface Tester UST®. All samples were stored and measured under standardized climate conditions at 23 °C and 50 % rel. humidity. The minimum load for the first and third step of deformation measurements was 1 mN, the test load was 500 mN. For the in-situ

microtribology test (scratch test with in-situ force measurement) the load was increased from 1 mN up to 500 mN in 11 steps. Measurements of elasticity and plasticity were done on paper, uncoated and coated glass, copper, anodized aluminium, PMMA and SiO_x plasma polymerized PMMA with a diamond cone. The in-situ microtribology tests were done on uncoated and coated glass, copper, anodized aluminium, PMMA and SiO_x plasma polymerized PMMA with a scratch diamond. The broad variety of different materials was chosen to verify the general suitability of this method for the characterization of materials and their surfaces with respect to deformation values and scratch resistance. Table 1 shows the results of deformation measurements:

Table 1. Results of deformation measurements with diamond cone

sample	V_p in µm	V_e in µm
paper	28,41 ± 10,240	25,25 ± 5,738
uncoated glass	1,10 ± 0,395	6,44 ± 0,403
coated glass	5,10 ± 7,757	27,04 ± 6,012
Cu	5,38 ± 1,055	6,85 ± 1,495
Al anodized	1,92 ± 0,909	5,69 ± 0,786
PMMA	15,19 ± 3,087	13,48 ± 2,415
PMMA SiO_x	9,27 ± 1,682	13,01 ± 1,551

Deformation values of all samples could be measured successfully. As expected soft materials like paper, soft coating on glass and PMMA have higher deformation values whereas hard coatings like anodized aluminium or SiO_x have lower deformation values. The in-situ microtribology measurement showed comparable results investigating the scratch resistance. It is important to mention, that this method enables to make a difference between a real scratch with removal of material from the surface and a groove without removal but high permanent compression of material. Whenever material is removed, the surface roughness increases suddenly and the measuring signal becomes highly dynamic. Also an increase of standard deviation is a clear signal for the beginning of a damage. Whereas grooving mostly is going along with linear increase of the permanent deformation.

Table 2. Deformation values on scratch test at a load of 500 mN

Sample	V_p in µm	V_e in µm
uncoated glass	0,29 ± 0,295	6,14 ± 0,269
coated glass	18,50 ± 14,476	16,66 ± 9,579
Cu	1,66 ± 0,425	7,33 ± 1,495
Al anodized	1,17 ± 0,553	7,33 ± 0,786
PMMA	7,15 ± 1,850	8,96 ± 0,497
PMMA SiO_x	5,94 ± 1,351	18,71 ± 0,966

Soft coated materials and non coated materials have poorer scratch resistance. The results of simultaneously recorded force showed, that poorer scratch resistance goes along with a sudden increase of force at a lower load step. All glass samples and anodized aluminium showed no significant increase of friction force.

Table 3. Critical load step when sudden increase of force happened

Sample	critical load in mN
uncoated glass	>> 500
coated glass	>> 500
Cu	455
Al anodized	>> 500
PMMA	275
PMMA SiO_x	320

Table 3 shows, that samples without hard coating like copper and uncoated PMMA have poorer scratch resistance than samples with hard coating like anodized aluminium or SiO_x coated PMMA.

REFERENCES

[1] Yu, M. M.-H., Bhushan, B.: *Contact analysis of three-dimensional rough surfaces under frictionless and frictional contact.* Wear 200 (1996) 265-280

[2] Czichos, H., Habig, K. H.: *Tribologie-Handbuch – Reibung und Verschleiß; Systemanalyse, Prüftechnik, Werkstoffe und Konstruktions-elemente*, Braunschweig: Vieweg (1992).

[3] Weinhold, W. P.: *Entwicklung eines Verfahrens zur ortsaufgelösten Charakterisierung von mikrotribologischen Oberflächeneigenschaften homogener und heterogener Werkstoffe*, PhD-Thesis (2008), TU Bergakademie Freiberg.

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

ANÁLISIS DE LA ROTURA DEL EXTREMO DE UN EJE MOTOR

G. Atxaga y A. M. Irisarri

PINASMET – Tecnalia. Mikeletegi Pasealekua 2. 20009 DONOSTIA-SAN SEBASTIÁN
airisar@inasmet.es

RESUMEN

El objetivo del presente trabajo es analizar las causas de la rotura prematura del extremo de un eje motor teóricamente fabricado en un acero C45. Este eje presentaba un chavetero dañado, que fue reparado por soldadura, mecanizando uno nuevo en otro punto de su circunferencia. Ni el contenido en carbono ni las características mecánicas del acero concuerdan con las especificadas en el pedido de compra, ofreciendo una resistencia sensiblemente menor que la esperada. El examen de la superficie de fractura reveló que el origen del fallo se encontraba situado en un ángulo vivo del primer chavetero que no había sido reparado correctamente. A partir de este origen el agrietamiento progresó por fatiga hasta que la sección unida fue insuficiente para soportar las cargas, provocando la rotura. El fuerte deterioro sufrido por dicha superficie de fractura impidió valorar la relación existente entre las áreas de propagación de la grieta por fatiga y de fractura final y dictaminar si el nivel de tensiones había sido alto. La observación de las probetas metalográficas confirmó la falta de unión, prácticamente total, existente entre la chaveta utilizada para la reparación del daño previo y el eje lo que ha promovido que el agrietamiento haya sido más rápido. En consecuencia, el fallo del eje se debe a la suma de una serie de factores (resistencia insuficiente, mal diseño y ejecución de la reparación) que han promovido el mismo.

ABSTRACT

The aim of this paper is to analyse the root causes of the premature failure of the end of the shaft of an engine, which was theoretically manufactured using a C45 steel. This shaft presented a keyway which was damaged and repaired by welding, machining a new one in another zone of its periphery. Neither the carbon content nor the mechanical properties of the steel agreed with those specified in the purchase order, having strength significantly lower than the envisaged one. Examination of the fracture surface revealed that the origin of the failure was sited in one corner y of the first keyway which was incorrectly repaired. From this origin, cracking progressed by fatigue until the area which remained joined was not enough for bearing the applied loading, inducing the failure. The marked damage suffered by the fracture surface precluded evaluating the existing ratio between fatigue crack growth and final fracture and determining if the stress level was high. Observation of the metallographic samples confirmed the deficient union between the key used for repairing the previous damage and the shaft promoting a faster cracking. Consequently, the failure of the shaft was attributed to the sum of various factors (lack of strength, incorrect design and execution of the repair) which have promoted the failure.

PALABRAS CLAVE: Reparación, fatiga, defectos de soldadura, falta de resistencia.

1. INTRODUCCIÓN

En el análisis de muchos fallos la identificación del origen del mismo va ligada a la consecución de indemnizaciones más o menos cuantiosas, que pueden variar desde la simple reposición de los componentes dañados hasta alcanzar unas cifras importantes por los gastos originados por la parda de máquinas o equipos, sin contar los costes sociales producidos como consecuencia de algunas roturas [1]. Esta labor resulta sencilla en algunas ocasiones, ya que el origen puede ser inequívocamente determinado, pero, en otras, el fallo se produce como suma de una serie de factores que por si solos quizás no hubieran sido lo suficientemente graves para haber provocado la rotura pero cuya acción sinérgica conduce al fallo. En esta situación la labor del analista se ha de centrar en exponer claramente cada uno de los factores que han contribuido a la rotura y valorar la relativa importancia que poseen a su juicio pero sin poder culpar a uno sólo del fallo.

Este es el caso del extremo del eje de un motor que falló tras un periodo muy breve de su vuelta al servicio del cual había sido retirado para que el acusado agrietamiento que presentaba pudiera ser reparado. Se debe recalcar que estos datos fueron suministrados por el usuario del motor sin que hubiera ninguna constancia documental de ninguna de estas operaciones. De acuerdo con la información obtenida cuando se produjo

el primer fallo se envió el eje al fabricante del mismo para que procediera a su reparación. Esta reparación consistió en insertar una chaveta en este primer chavetero y fijarla al eje mediante soldadura. Realizada esta reparación se procedió a mecanizar un nuevo chavetero en otro punto de la circunferencia del eje, a la misma altura del anterior, y el eje retornó al servicio.

Tras un periodo muy breve se produjo un nuevo fallo, que, en este caso, provocó la rotura del eje en dos partes, así como serios daños en otros equipos. Al objeto de determinar las causas del fallo una de estas partes fue enviada para que se efectuara un análisis del fallo. En el presente trabajo se presenta el estudio realizado y expone las conclusiones alcanzadas tras el análisis de los resultados obtenidos.

2. TÉCNICA EXPERIMENTAL

En este apartado se describe la metodología empleada en el análisis de las causas de rotura del eje.

2.1. Historial previo

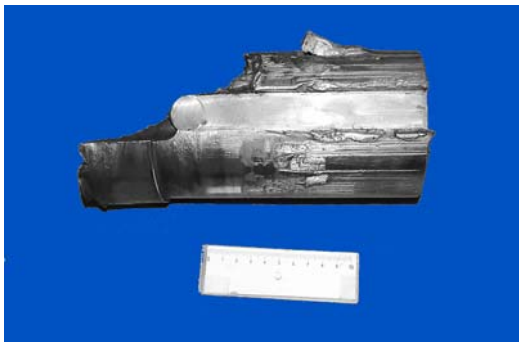


Figura 1. Vista lateral de la muestra analizada.

En primer lugar se recabó información acerca del historial previo del eje, con vistas a disponer de más datos sobre su funcionamiento. Como se ha comentado en el apartado anterior apenas se obtuvo ninguna información reseñable ni ningún documento que mostrará un control de calidad del material recibido, ni del posterior trabajo de reparación del daño sufrido, salvo los datos que se han incluido en la introducción.

Tan sólo se señaló que de acuerdo con el pedido de compra el acero debía pertenecer a la calidad antigua F114N, prácticamente equivalente a la actual C45. Éste es un acero al carbono con un contenido medio de este elemento que se puede utilizar en estado bruto de laminación o tras ser normalizado o templado y revenido. Dado que se añade la letra N a la designación del material el estado de recepción debería ser normalizado.

2.2. Examen visual

El primer trabajo experimental consistió en una observación de la superficie de fractura del eje y de los laterales del mismo. Esta labor se llevó a cabo a simple vista y, una vez efectuado el corte que permitió una manipulación más fácil de las muestras, acudiendo a la ayuda de un pequeño microscopio estereoscópico para detectar alguna faceta que hubiera podido pasar inadvertida. La figura 2 presenta una vista de la superficie de fractura del eje. En la parte superior se observa el chavetero reparado, con el trozo de chaveta insertado, en tanto que en la inferior se halla el nuevo chavetero mecanizado.

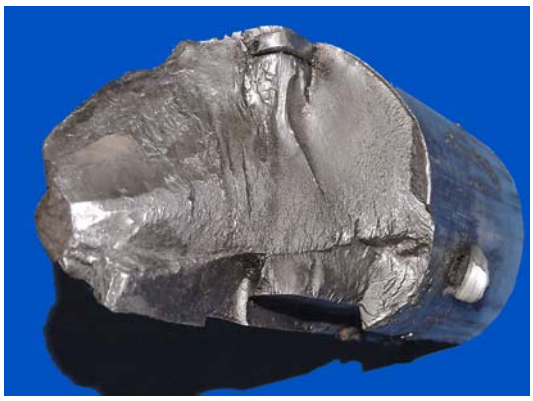


Figura 2. Vista superior de la superficie de fractura de uno de los dos trozos en que se fracturó la herramienta.

2.3. Composición química.

Se efectuó el análisis químico de una muestra del material del eje con objeto de comprobar si el material utilizado concordaba con el pedido (F114N). Asimismo se comprobó la presencia de elementos residuales que pudieran haber dificultado el proceso de reparación.

2.4. Caracterización mecánica

Se mecanizó una probeta de tracción del acero del eje. Tanto en el mecanizado de esta probeta como en su ensayo a temperatura ambiente se siguieron las indicaciones de la norma europea EN10002.1 [2].

2.5. Estudio metalográfico.

Finalizada la observación visual de la superficie de fractura se procedió a la extracción de las probetas metalográficas para su observación en el microscopio óptico. Se debe recalcar que pese a efectuar los cortes con el máximo cuidado se

produjo la fractura en dos partes, hecho que no se debió a esta operación sino a la deficiente unión entre la chaveta insertada para reparar el daño y el eje. Posteriormente se comenta con mayor detalle este punto.

Las probetas así preparadas fueron examinadas en el microscopio óptico, primero sin ataque, ya que éste puede enmascarar agrietamientos o inclusiones y, posteriormente, una vez atacadas para revelar su microestructura.

3. RESULTADOS

Una observación a simple vista del eje revela las siguientes evidencias acerca de su rotura. En primer lugar se comprobó que el origen de la grieta que ocasionó la rotura del eje se sitúa en un ángulo vivo existente en el fondo del primer chavetero aquél que estuvo en el origen del fallo anterior y fue reparado antes de mecanizar el segundo. La macrografía de la figura 3 exhibe dicha zona, apreciándose también la aparición de otra grieta a partir del ángulo vivo opuesto.

Figura 3. Zona de inicio del fallo.

Además, se observa una grieta cuyo origen se sitúa en el ángulo vivo del segundo chavetero, pero cuya longitud es apreciablemente menor ya que se originó con posterioridad a la que indujo el fallo del eje. La progresión de ambas grietas se produjo por un mecanismo de fatiga como atestiguan las denominadas marcas de playa, típicas de la actuación del mismo. Asimismo, se observan otras grietas secundarias, cuyo origen se encuentra también en el mencionado primer chavetero y que se aprecian mejor una vez que se efectúa el corte necesario para poder extraer las probetas metalográficas

Se aprecia que una zona amplia de la superficie de fractura se encuentra muy deteriorada con claros signos de haber sufrido un rozamiento muy acentuado contra la otra parte del eje, bien durante el propio proceso de fractura o en la posterior manipulación de la pieza ya rota. Este deterioro aconseja no intentar revelar las facetas fractográficas en el microscopio electrónico de barrido, pues con toda seguridad habrán sido eliminadas y tan sólo se observará el fuerte daño producido en esta superficie de fractura. En la macrografía de la figura 4 se ofrece una vista de algunas grietas secundarias y se pueden apreciar los claros signos de los golpes y roces que ha sufrido la pieza.

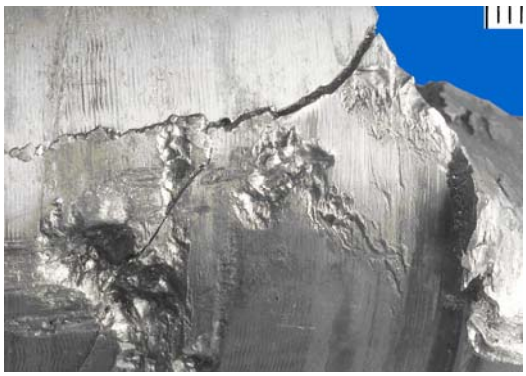


Figura 4. Daño sufrido por la superficie de fractura y agrietamientos secundarios.

Esta observación visual condujo a requerir la preparación de probetas metalográficas de la zona donde, en base al examen visual, se situó el inicio del fallo y a tanto efectuar el análisis químico del material como el ensayo de tracción de una probeta extraída del mismo con el fin de comprobar si concordaba con el solicitado.

El análisis químico conduce a un porcentaje de carbono (0.21%) muy inferior al valor mínimo establecido tanto para la antigua calidad F114 como para la actual C45. Como muestra la tabla 1, tampoco se alcanza el mínimo de resistencia mecánica exigido para la citada calidad de acero en estado normalizado. Esta discordancia tanto de composición como de propiedades permite afirmar que el acero no satisface las condiciones establecidas en el pedido de compra y, por tanto, el suministrador del material debe afrontar el coste de las indemnizaciones correspondientes a los daños causados. Sin embargo, este punto que ha sido ahora constatado en el análisis del fallo del eje no fue comprobado en el momento de la compra del acero, acción que hubiera ahorrado muchos problemas.

	L. E. (MPa)	R. T (MPa)	Alarg. (%)
muestra	336	553	29.2
norma	> 305	> 580	> 16.0

Tabla 1. Resultados del ensayo de tracción a temperatura ambiente de una probeta extraída del eje fracturado,

Desde el punto de vista de las indemnizaciones esta conclusión es suficiente y no se requería en principio proseguir en el estudio. No obstante, se optó por profundizar en esta labor efectuando un estudio metalográfico de probetas extraídas de la zona de la rotura. Este análisis adicional reveló que el fallo había sido promovido no sólo por la falta de resistencia del acero sino que se vio ayudado por la existencia de otros defectos tal y como se comenta a continuación.

Antes de efectuar el estudio metalográfico se procedió a cortar la superficie de fractura del eje al objeto de poder observarla en el microscopio estereoscópico. Este corte reveló la existencia de grietas secundarias, situadas por debajo de la superficie de fractura, y cuyo origen también se halla en un ángulo del chavatero, sin casi radio de acuerdo, como atestigua la figura 5.

Figura 5. Grietas secundarias iniciadas en el ángulo vivo del chivetero.

Se debe recalcar que esta operación de corte se efectuó con la máxima precaución, utilizando una cortadora de precisión, a baja velocidad, y con una adecuada refrigeración en un intento de evitar generar daños adicionales que pudieran conducir a conclusiones erróneas. Pese a ello, al intentar extraer una probeta metalográfica del origen de la fractura, incluyendo la chaveta insertada para efectuar la reparación y una parte del eje, al cual se suponía se hallaba soldada se comprobó que ambas piezas no tenían cohesión en esa zona, por lo que la soldadura había sido inefectiva.

La observación de la probeta metalográfica en el microscopio óptico, antes de ser atacada, pone de manifiesto la existencia de una considerable cantidad de sulfuros de manganeso, orientados en la dirección longitudinal del eje. La figura 6 presenta un claro ejemplo de estas inclusiones, pudiéndose apreciar tanto su número como su orientación. Estas inclusiones no se pueden considerar como el origen del fallo que tiene otras causas pero disminuyen la tenacidad del acero y facilitan la progresión de las grietas con el consiguiente acortamiento del tiempo de vida en servicio del eje

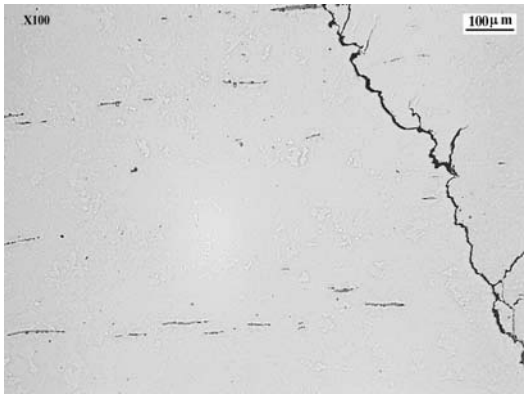


Figura 6. Inclusiones de sulfuro de manganeso y grieta secundaria ramificada del eje.

Además, en el lado derecho de la citada figura 6 se puede observar una de las grietas secundarias, situada por debajo de la superficie de fractura del eje. Esta observación apunta claramente a que no sólo no se consiguió unir la chaveta al eje sino que tampoco se reparó el agrietamiento existente en el momento de intentar esta labor, lo que indica que la misma se efectuó sin llevar a cabo una inspección posterior del estado en el que se encuentra el eje tras su realización. Por su parte, la figura 7 ofrece otro claro ejemplo del acentuado agrietamiento sufrido por el eje y que no sólo se hallaba presenta la grieta que condujo a la fractura sino un gran numero de grietas secundarias de mayor o menor longitud.

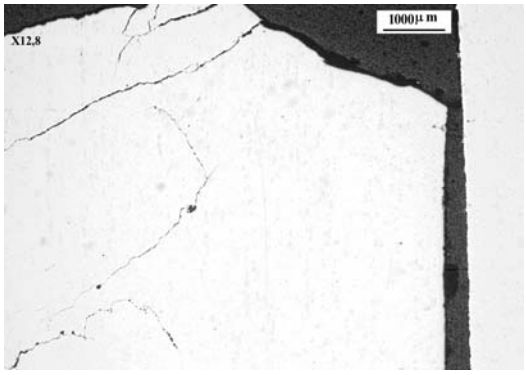


Figura 7. Grietas secundarias.

Finalizada esta observación sin ataque de las probetas se procedió a revelar la microestructura del acero, aplicando el reactivo adecuado. Este ataque confirmó la falta de unión entre el acero del eje y el de la chaveta, empleada para intentar reparar el daño causado. En la micrografía de la figura 8 se puede comprobar que únicamente existen restos del material aportado en zonas muy localizadas de la teórica junta soldada y tan

sólo en uno de los materiales a unir. Ello supone que, además de las grietas previas que quedaron sin reparar existían las discontinuidades debidas a esta defectuosa unión. Esto implica que la vida a fatiga del eje se vio sensiblemente acortada ya que el tiempo de nucleación de las grietas fue nulo, puesto que se hallaban ya presentes en el momento de la vuelta a servicio del eje.

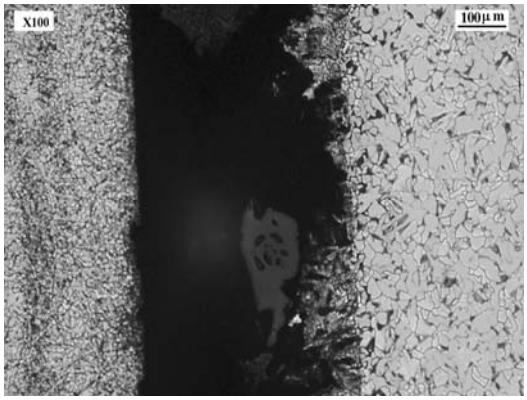


Figura 8. Falta de unión entre las dos partes de la reparación del eje.

El examen de la microestructura del acero del eje puso de manifiesto que ésta se encontraba constituida fundamentalmente por ferrita, tal y como se aprecia en la micrografía de la figura 9. Este resultado se halla totalmente de acuerdo con el obtenido en el análisis químico del acero de este eje que condujo a un valor de 0.21% de carbono, muy inferior al que debería poseer en el caso de haber cumplido las especificaciones de compra.

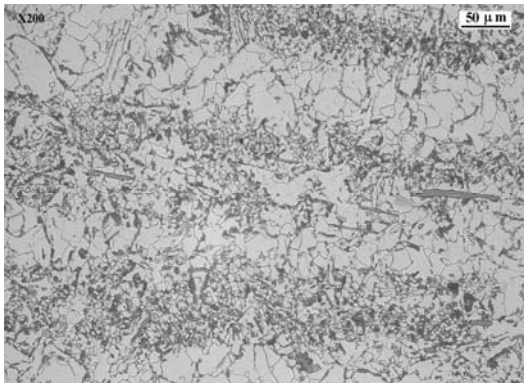


Figura 9. Microestructura bandeada del acero constituida principalmente por ferrita.

Además, se observa en esta figura el acentuado bandeado del acero, con algunas formadas por ferrita exclusivamente en tanto que en otras, en que la segregación del carbono ha conducido a su enriquecimiento en este elemento, se detecta una cierta presencia de perlita. Un examen más detallado de la microestructura reveló agujas de ferrita Widmanstätten, apuntando claramente a que el acero empleado en la fabricación del eje no se hallaba normalizado realmente, sino que había sido enfriado más o menos lentamente tras el proceso de laminación. En la mencionada micrografía de la figura 9 se observa también la presencia de algunas inclusiones de sulfuro de manganeso, que están situadas preferentemente en las bandas más ricas en perlita. Ya se ha comentado previamente que no se considera que estas inclusiones hayan sido responsables del fallo, aunque si han acelerado su progresión al generarse pequeñas cavidades (por su fractura o descohesión con la matriz) por delante del frente de avance de la grieta, uniéndose a ésta con la consiguiente aceleración en su crecimiento.

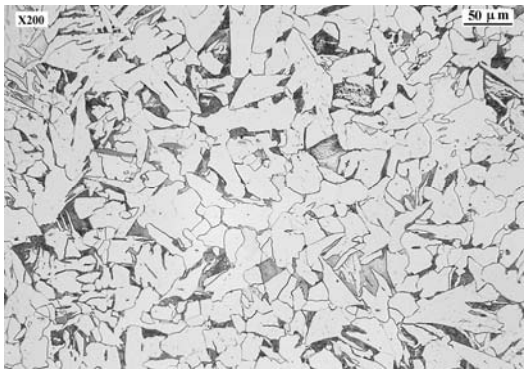


Figura 10. Microestructura del acero empleado para la chaveta.

Por su parte, el acero de la chaveta tampoco parece poseer el contenido en carbono requerido puesto que, como muestra la micrografía de la figura 10, se halla constituido principalmente por ferrita con sólo algunos pequeños islotes de perlita o bainita.

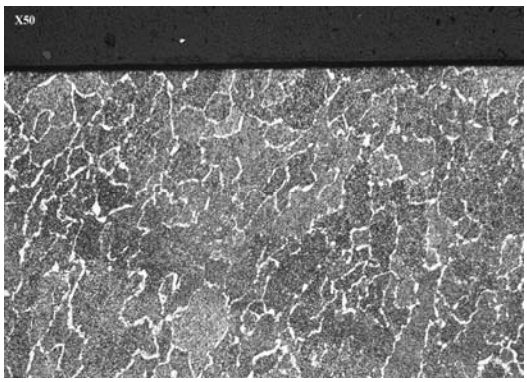


Figura 11. Microestructura del material depositado por soldadura para unir el eje con la chaveta.

Finalmente, la figura 11 exhibe una micrografía obtenida en el metal depositado en el extremo de la chaveta. El aspecto más reseñable es el

constatar que la superficie exterior es recta, sin la más mínima rugosidad, indicando que no se ha producido ningún desgarro. Esto implica que no ha llegado a estar unida al eje en ningún momento, hecho que se halla en consonancia con el desprendimiento de la misma en el corte metalográfico. El segundo aspecto a comentar es la diferente microestructura de este metal fundido que parece poseer un contenido más alto de carbono. Aunque este punto no ha sido confirmado por el análisis químico del mismo, la medida de durezas que conduce a valores sensiblemente más elevados que los del acero base (256 frente a 156HV10) apoya la validez de esta hipótesis.

4. CONCLUSIONES

El estudio realizado permite llegar a una serie de conclusiones que se presentan a continuación y que pueden ser clasificadas en dos grupos: las que conducen a definir las responsabilidades y quien debe pagar las indemnizaciones y aquellas otras que apuntan a una serie de factores que han contribuido a la aparición del fallo.

Entre las primeras se hallan las siguientes:

a. La composición química del acero empleado en la fabricación del eje no concuerda con la establecida para la calidad F114 (actual C45) requerida en el pedido de compra.

b. La resistencia mecánica se halla por debajo del valor mínimo admisible para la citada calidad.

c. El acero se encuentra en estado bruto de laminación, habiéndose enfriado, como mucho a velocidades más o menos lentas pero sin haber sido sometido a un tratamiento real de normalizado.

Estas conclusiones permiten responsabilizar del fallo al suministrador del acero al no haber cumplido los requisitos. No obstante se pueden señalar otros aspectos que han contribuido al fallo.

a. El mecanismo responsable del fallo es uno de fatiga, iniciado a partir del ángulo vivo existente en el primer chavetero, que no fue reparado adecuadamente.

b. A partir de ese punto se generó un gran número de grietas de fatiga, que progresaron hacia el núcleo del eje y una de las cuales provocó la rotura.

c. El acentuado deterioro sufrido por la superficie de fractura impidió valorar la relación existente entre las zonas de progresión de la grieta y fractura final. No obstante, en la evaluación del nivel de tensiones aplicado hay que tener en cuenta que la resistencia del eje es inferior a la prevista en su diseño.

d. El mecanizado de los chaveteros, tanto del primero, que fue reparado, como del segundo presenta ángulos vivos, sin radio de acuerdo, lo que supone que en esos puntos exista una notable concentración de tensiones que promueva el fallo.

e. La reparación por soldadura del daño observado en el primer chavetero ha sido defectuosa puesto que no se ha conseguido una unión real entre la chaveta insertada y el eje. Además, algunas grietas preexistentes no han sido reparadas en esta operación.

5. REFERENCIAS

[1] Herrera E. J., Soria L. y Gallardo J. M. Ingeniería Forense (Diagnosis de fallos). Anales de Mecánica de la Fractura. Vol. 21 (2004); 21-27

[2] UNE-EN 10002-1 Materiales metálicos. Ensayo de tracción. Parte 1. Método de ensayo a temperatura ambiente.

[3] UNE-EN 10083-1; 1997. Aceros para temple y revenido. Parte 1. Condiciones técnicas de suministro de aceros especiales.

ANÁLISIS DEL ENVEJECIMIENTO TÉRMICO EN UNA VÁLVULA DE ACERO INOXIDABLE COLADO Y EVALUACIÓN DE SU EFECTO EN LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL

S. Cicero[1], J. Setién[1], I. Gorrochategui[2]

[1]Universidad de Cantabria, ETS Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos
Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales
Av/Los Castros s/n, 39005, Santander, Cantabria, Spain
ciceros@unican.es

[2]Centro Tecnológico de Componentes, CTC
Centro de Desarrollo Tecnológico de la Universidad de Cantabria, CDTUC, Fase A
Av/Los Castros s/n, 39005, Santander, Cantabria, Spain
igorrochategui@ctcomponentes.com

RESUMEN

Este artículo analiza la fragilización por envejecimiento térmico producida en una válvula de acero inoxidable colado que actualmente se encuentra en servicio formando parte del sistema de agua de limpieza (*Reactor Water Clean-Up*, RWCU) de un reactor nuclear tipo BWR (*Boiling Water Reactor*). El objetivo es estimar el estado actual y futuro del material de la válvula, así como evaluar la integridad estructural de la misma en ambos escenarios.

Dado que no hay material disponible para la caracterización mecánica del mismo, la evolución de las propiedades mecánicas (tenacidad a fractura, límite elástico, tensión de flujo y parámetros de Ramberg-Osgood) ha sido determinada haciendo uso del procedimiento ANL. Con los resultados obtenidos se ha calculado la fisura crítica en la válvula mediante los procedimientos de evaluación de integridad estructural FITNET FFS y Código ASME.

Este análisis no solo considera la evolución de las propiedades mecánicas hasta nuestros días, sino que también establece la evolución futura de las mismas hasta un hipotético cierre de la planta en el año 2029.

ABSTRACT

This paper analyses the thermal aging embrittlement occurred in a casting stainless steel valve, which is currently working in the Reactor Water Clean-Up (RWCU) system of a Spanish Boiling Water Reactor (BWR) nuclear power plant. The aim is to estimate the current and future state of the material and the corresponding structural integrity of the valve.

Given that there is no material available for the experimental characterization of the material, the evolution of the mechanical properties (fracture toughness, yield stress, flow stress and Ramberg-Osgood parameters) has been estimated using the ANL procedure. With the obtained estimations, the critical crack size has been calculated using the European procedure FITNET FFS and the ASME Code.

This analysis considers not only the evolution of the mechanical properties up to now but also its future evolution in case there is a life extension of the plant until year 2029.

PALABRAS CLAVE: Válvula, envejecimiento, fragilización

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables colados de tipo austenoferrítico (dúplex), siguiendo la especificación SA – 351 [1], se usan generalmente para la fabricación de componentes de altas prestaciones en las industrias nuclear y química (ej., tuberías, válvulas, bridas...).

La presencia de cantidades significativas de ferrita en el interior de la matriz austenítica evita la formación de fisuras durante el moldeo de las piezas, aumenta la soldabilidad del acero austenítico y mejora las propiedades resistentes del material frente a la tracción, la corrosión bajo tensión y la corrosión intergranular [2]. Sin embargo, este tipo de aceros son susceptibles frente a la Fragilización por Envejecimiento Térmico (FET) en el rango de temperaturas a las que trabajan los

reactores tipo BWR (entre 270 y 290 ºC), provocando sensibles reducciones (en comparación con los valores iniciales) en la ductilidad, la resistencia al impacto y la tenacidad a fractura, así como incrementos de la dureza y de la resistencia a tracción.

La FET aparece, de forma inevitable, cuando la temperatura supera los 250 ºC y está asociada a cambios microestructurales que ocurren (principalmente) en la fase ferrítica [3]. Por esta razón, la susceptibilidad frente a este fenómeno aumenta con el contenido de ferrita. Igualmente, es conocido que los aceros grado CF8M, con mayores cantidades de molibdeno que otros aceros (CF3, CF3A, CF8 y CF8A) de la misma especificación (SA – 351), muestran (comparativamente) mayor sensibilidad frente al proceso de fragilización. Algo similar ocurre en relación con el proceso de moldeo, con mayor sensibilidad frente a la FET en el caso de los componentes obtenidos por moldeo de tipo estático en comparación con aquellos componentes obtenidos mediante moldeo por centrifugación (tuberías, anillos, casquillos de cojinetes…). La razón de esta diferencia es que el proceso de enfriamiento del acero es notablemente diferente de unos procesos de moldeo a otros, lo cual condiciona el tamaño y la distribución de los granos de ferrita.

Debido a los procesos de fragilización que tienen lugar en estos aceros, se hace necesario evaluar su efecto en la integridad estructural de los correspondientes componentes. Sin embargo, no existe ningún umbral de tenacidad a fractura de estos materiales que sea universalmente aceptado para la determinación de los tamaños críticos de fisura en tales componentes. La Sección XI del Código ASME [4] proporciona pequeñas orientaciones sobre cómo evaluar defectos en aceros inoxidables dúplex y cómo analizar la integridad estructural y la posible extensión de vida de los componentes fabricados con estos materiales. En todo caso, el Código ASME no proporciona ningún procedimiento específico para este tipo de análisis.

Con esta falta de definición, en los últimos años se han desarrollado estrategias capaces de gestionar de forma eficiente los efectos de la FET en componente fabricados con aceros inoxidables colados. Dichas estrategias consisten, básicamente, en el establecimiento de criterios que permiten determinar si la reducción en la tenacidad a fractura del material es significativa y, en tal caso, definir una metodología que asegure la integridad estructural del componente. En este sentido, destacan los documentos publicados por el *Electric Power Research Institute* (EPRI) en 1997 [5] y 2001 [6], así como los trabajos desarrollados en 1994 por el *Argonne National Laboratory* (ANL) [7,8]. Estos documentos han sido autorizados por la *U. S. Nuclear Regulatory Commission* (NRC) y constituyen la base de la toma de decisiones en lo relativo a la extensión de vida de componentes de centrales nucleares en Estados Unidos.

En este artículo se aplica el procedimiento ANL a un componente del sistema RWCU de una central nuclear tipo BWR. El componente es una válvula fabricada en acero inoxidable colado que, por lo tanto, es susceptible frente a procesos FET. Partiendo de la composición química del material y de la correspondiente predicción del contenido de fase ferrita, se determinan valores de resistencia al impacto para las condiciones de trabajo (temperatura y tiempo de operación) de la central que se comparan con los correspondientes valores de saturación. Este análisis permite realizar predicciones sobre la evolución de las propiedades mecánicas del material en caso de producirse una extensión de la vida en servicio de la planta.

Además, la determinación del estado tensional ha permitido establecer el tamaño crítico de fisura haciendo uso tanto del FITNET FFS [9] como del Código ASME [4].

2. COMPONENTE Y MATERIAL.

El componente analizado es una válvula de acero inoxidable colado (ASTM A – 351 Grade CF8M) perteneciente al sistema RWCU de una central nuclear. La geometría de la válvula se muestra en la Figura 1.

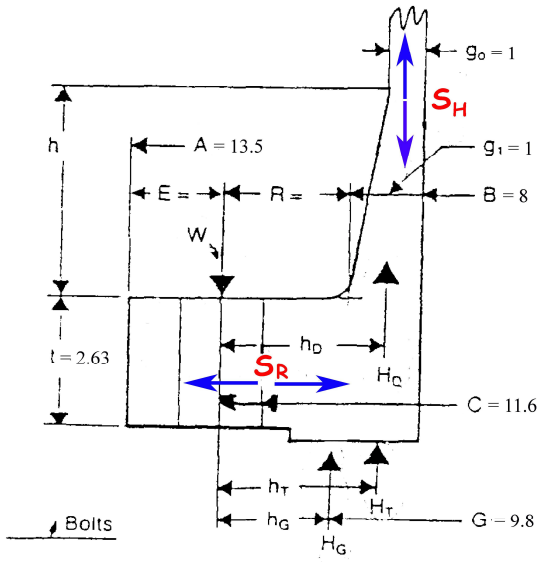


Figura 1. Geometría de la válvula con las tensiones en cuello (S_H) y brida (S_R). Dimensiones en pulgadas.

La Tabla 1 muestra la composición química del material, mientras que la Tabla 2 recoge las propiedades mecánicas originales del mismo.

Tabla 1. Composición química del material (% en peso)

Componente	C	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	P	S
Válvula–1201–14	0.05	19.5	9.5	2.1	0.94	1.0	0.025	0.009

Tabla 2. Propiedades mecánicas del material

Componente	$\sigma_{Y,0.2}$ (MPa)	σ_m (MPa)	Elongación (%)
Válvula –1201–14	309.8	567.2	45.4

Desde un punto de vista microestructural los aceros CF8M son, tal y como se ha comentado anteriormente, aceros dúplex con microestructura bifásica compuesta por una matriz austenítica e islas de ferrita en porcentajes que alcanzan hasta el 40%.

Finalmente, cabe mencionar que la válvula fue fabricada por moldeo estático (por gravedad), lo cual tiene influencia en la distribución de la fase ferrítica y, por lo tanto, en la cinética del proceso de envejecimiento.

3. CINÉTICA DE LA FRAGILIZACIÓN POR ENVEJECIMIENTO TÉRMICO (FET)

En [10] se explica la cinética de la FET en aceros duplex, la cual se produce exclusivamente en la fase ferrítica. Igualmente, se demuestra que la FET es un fenómeno activado térmicamente, siendo la energía de activación, Q, una característica de tal fenómeno.

Existen distintas expresiones para la estimación de la energía de activación [11, 12] y para el análisis del proceso de envejecimiento [12,13]. En todas estas referencias el contenido de ferrita tiene una influencia decisiva en el proceso de FET, algo que resulta totalmente obvio si se tiene en cuenta que dicho proceso ocurre en la ferrita, permaneciendo la austenita inalterada. En este sentido, se puede establecer un umbral de fragilización, localizado aproximadamente en el 10% de ferrita, por debajo del cual el proceso de envejecimiento puede considerarse despreciable.

Igualmente, la composición química juega un importante papel tanto en la energía de activación (Q) como en el contenido de ferrita. Según [12, 13], la fragilización aumenta con los contenidos nominales de Cr, Mo y Ti, así como con los elementos intersticiales en la ferrita (C y N). Finalmente, la fragilización aumenta proporcionalmente con el contenido de Mo, aunque la velocidad del proceso no se ve afectada claramente por este elemento. Por ejemplo, incrementos en el contenido de Mo de entre el 2% y el 3% producen un efecto similar en la fragilización que los causados por incrementos del contenido de ferrita de entre el 22% y el 40%. Como consecuencia, el acero CF8M es más sensible frente a la FET que otros aceros de la misma especificación (que tienen un contenido de Mo sensiblemente menor).

4. ESTIMACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS CON EL PROCEDIMIENTO ANL

A pesar de que existen diversas formulaciones para la estimación del contenido de ferrita a partir de la composición química del material [14,15], en este trabajo se ha utilizado la propuesta en el procedimiento ANL [8]. Esta formulación (y el resto de la recogida en [8]), cuya aplicación es directa, no se incluye en el artículo al objeto de evitar una extensión excesiva y dado que no es el objetivo de este trabajo la revisión crítica del procedimiento ANL. En todo caso, su aplicación proporciona un contenido de ferrita del 15.32 ± 3.03 %. Igualmente, se ha aplicado el procedimiento ANL para estimar la tenacidad a fractura del material tras el proceso de envejecimiento. La Tabla 3 muestra el tiempo acumulado de operación hasta febrero de 2008 y los valores efectivos correspondientes, asumiendo que la planta opera a plena carga durante el 80% del tiempo. También muestra los valores para una extensión de vida hipotética hasta el año 2029.

Tabla 3. Tiempo de operación reales y efectivos (hasta 2008 y suponiendo 58 años de vida útil).

Periodo	Tiempo real de operación		Tiempo efectivo de operación	
	Años	Horas	Años	Horas
1971 – 2007	36	315360	28.8	252288
2007 – 2029	22	192720	17.6	154176
Total	58	508080	46.4	406464

La Figura 2 muestra la evolución de la temperatura en el RWCU durante el periodo analizado.

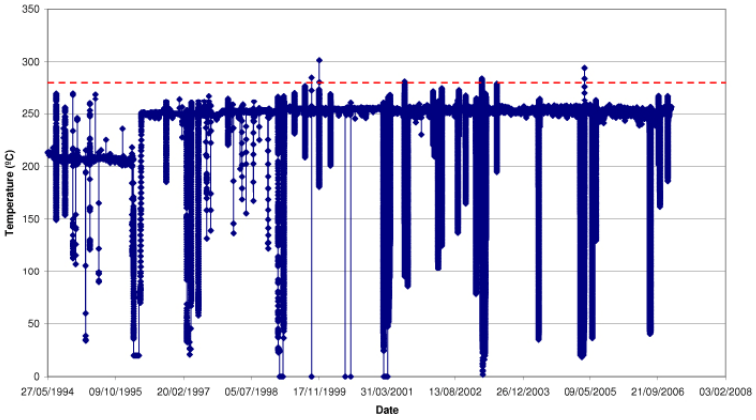


Figura 2. Evolución de la temperatura en el RWCU

Se observa que la temperatura raramente supera el umbral de los 280ºC (línea de puntos), que ha sido tomado como temperatura de operación.

La composición química del material junto con el contenido de ferrita estimado puede utilizarse para estimar la energía Charpy de saturación (C_{Vsat}) a temperatura ambiente (TA). La formulación propuesta en [8] proporciona un valor de 65.49 J/cm^2, que puede

utilizarse para estimar la correspondiente curva J-R de saturación, tanto a TA como a 280ºC. Esta última ha sido obtenida por interpolación lineal entre las curvas correspondientes a TA y a 290ºC, que son las proporcionadas por el procedimiento. La Tabla 4 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 4. Curvas J – R a TA y a 280 ºC (condiciones de saturación).

Componente	
Válvula–1201–14	$n_{(TA)}$ / $n_{(280ºC)}$
	0.37 / 0.34
	J – R (TA)
	$J_d = 263.6\ [\Delta a]^{0.37}$
	J – R (280ºC)
	$J_d = 272.2\ [\Delta a]^{0.34}$

Dado que tanto la temperatura de operación como el tiempo que ha estado trabajando el componente son conocidos, es posible continuar el análisis haciendo uso del tercer nivel definido en [8], que permite estimar los valores actuales tanto de la energía Charpy como de las curvas J-R.

La Tabla 5 incluye las estimaciones de la energía Charpy a las 350000 y a las 500000 horas, que se corresponden, respectivamente, con los tiempos de operación a los 40 años (tiempo presente) y a los 58 años (extensión de vida esperada).

Tabla 5. Valores Charpy a TA.

Componente	C_V (J/cm^2)	
	350000 h	**500000 h**
Válvula–1201–14	82.36	77.66

El valor Charpy para las 350000 horas de operación se ha utilizado para la estimación (según [8]) de las curvas J-R actuales, tanto a TA como a 280ºC. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6. Curvas J – R a TA y a 280 ºC (esimación de los valores actuales).

Componente	
Válvula–1201–14	**J – R (TA)**
	$J_d = 307.4\ [\Delta a]^{0.38}$
	J – R (280ºC)
	$J_d = 299.0\ [\Delta a]^{0.34}$

Por último, el procedimiento ANL permite estimar las propiedades a tracción del material a lo largo del proceso de envejecimiento. El límite elástico, σ_Y, y la tensión de flujo (definida como la media entre el límite elástico y la tensión de rotura, σ_u) pueden estimarse a la TA siguiendo la formulación específica proporcionada en [8] y conociendo tales valores en las condiciones de material no envejecido. La Tabla 7 muestra los resultados obtenidos a TA para 350000 y 500000 horas de operación.

Tabla 7. Estimaciones del límite elástico y de la tensión de flujo a TA. t = 0 se corresponde con las propiedades originales del material (dato).

Componente	σ_Y (t=0) (MPa)	σ_f (t=0) (MPa)	350000 h	500000 h
			σ_f / σ_Y (MPa)	σ_f / σ_Y (MPa)
Válvula–1201–14	309.8	438.50	491.1 / 319.1	495.5 / 322.2

Una vez que las curvas J-R y las propiedades a tracción son conocidas, es posible realizar estimaciones del tamaño crítico de defecto en el componente, tal y como se muestra a continuación.

5. ESTIMACIÓN DE DEFECTOS CRÍTICOS

Las condiciones consideradas para la estimación de los defectos críticos son las correspondientes al estado actual de envejecimiento del material y para una temperatura de trabajo de 280 ºC. Las tensiones se han calculado según el Código ASME (*Annex II – Type 1: Weld Neck Flange Design -Integral-*) [4], considerando las dimensiones mostradas en la Figura 1. Este código requiere el análisis de dos hipótesis de carga diferentes: (a) ΔP (presión) más cargas exteriores y (b) condición de asiento. En ambos casos los resultados se obtienen en forma de tensiones en el cuello de la válvula (S_H, tensión de cuello) y tensiones radiales en la brida de la válvula (S_R, tensión en brida). Los resultados se muestran en la Tabla 8 [16].

Tabla 8. Stress conditions on valve – 1201 – 14

Componente	Condición	S_H (MPa)	S_R (MPa)
Valve–1201–14	(A)	84.16	25.83
	(B)	85.77	26.32

En los cálculos a fractura se asume que el componente se divide en dos partes: un cilindro sometido a la tensión S_H y una chapa sometida a S_R. Igualmente, se ha seguido el procedimiento FITNET FFS *Procedure – Section 6*- [9] y, de forma más específica, el enfoque CDF (*Crack Driving Force*), que compara directamente la fuerza motriz de agrietamiento aplicada con la tenacidad a fractura del material. Dicho análisis se completa con la evaluación del componente frente al colapso plástico. En cualquier caso, el procedimiento se basa en la obtención del parámetro L_r (carga aplicada dividida entre la carga de colapso plástico), que varía entre cero y L_r^{max} ($0 \le L_r \le L_r^{max}$) permite determinar el CDF según (1):

$$J = J_e\left[f\left(L_r\right)\right]^{-2} \quad (1)$$

siendo

$$J_e = \frac{K_e^2}{E'} \quad (2)$$

K_e es el factor de intensidad de tensiones elástico lineal y E´ es el módulo de Young del material (E en condiciones de tensión plana y $E/(1-\nu)^2$ en condiciones de deformación plana). El procedimiento proporciona las funciones $f(L_r)$, que dependen del nivel de análisis elegido y del grado de conocimiento que se tenga de la curva de tracción del material. En este caso se conocen tanto el límite elástico como la tensión de rotura, por lo que la Opción 1 (*Option 1*) de análisis resulta la más adecuada (ver Tabla 9), siendo las funciones $f(L_r)$ las recogidas en la Tabla 10 (se ha considerado material sin escalón de cedencia).

Tabla 9. Selección de la opción de análisis a partir de los datos disponibles de la curva de tracción [9]

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

El análisis de procesos de desgarro dúctil requiere la representación de la curva CDF aplicada (J_{ap}) como una función del tamaño de fisura para el nivel de cargas aplicado. Igualmente, la curva resistente a fractura del material (J_R) se representa como una función de la propagación de fisura, estando determinada la condición de rotura por el cumplimiento simultáneo de las ecuaciones (3) y (4), tal y como muestra la Figura 3:

$$J_{ap} = J_R \quad (3)$$

$$\frac{dJ_{ap}}{da} = \frac{dJ_R}{da} \quad (4)$$

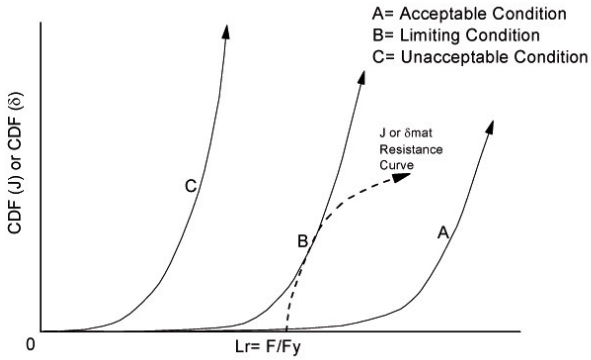


Figura 3. Análisis CDF de desgarro dúctil [9].

La aplicación del FITNET FFS al componente analizado ha permitido estimar los tamaños críticos de fisura (para las distintas hipótesis de geometría de fisura) tanto para el cuello de la válvula (tratado como cilindro) y en la brida (tratada como chapa). La Figura 4 muestra la evaluación de la brida (considerada como una chapa plana con fisura larga en superficie - *long surface flaw* [9]- y una relación a/B de entre 0.0 y 0.8). La longitud de fisura crítica resultante es a = 43 mm, lo cual representa una considerable proporción de la sección de la chapa (66.8 mm). La hipótesis de fisura elíptica también fue considerada, pero los resultados quedaban fuera del rango de validez del procedimiento.

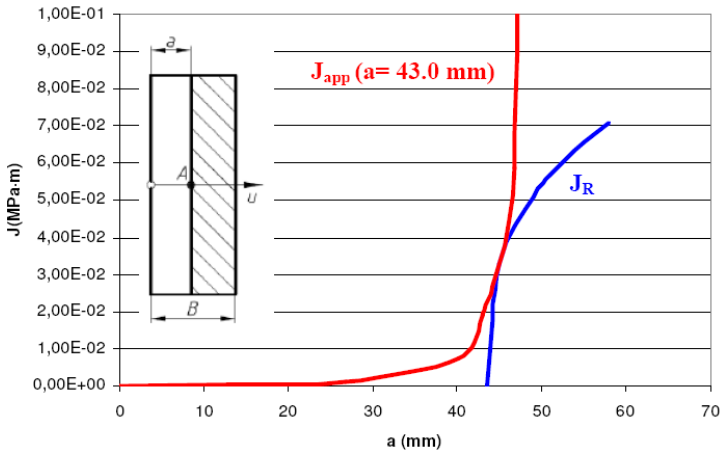


Figure 4. Análisis CDF de desgarro dúctil para chapa plana con fisura larga en superficie. a/B = 0 – 0.80.

De igual modo, las Figuras 5 y 6 muestran la evaluación del cuello de la válvula considerando, respectivamente, las hipótesis de fisura larga interior en superficie orientada circunferencialmente (*long internal surface flaw oriented circumferentially*) y fisura pasante orientada circunferencialmente (*through-thickness flaw oriented circumferentially*) [9].

Tabla 10. Ecuaciones para $f(L_r)$ en la Opción 1 [9].

Equation No	Formula for $f(L_r)$	Definitions	Tensile Data	Range of L_r
(6.14)	$f(L_r)=\left(1+0.5L_r^2\right)^{-1/2}\left[0.3+0.7\exp\left(-\mu L_r^6\right)\right]$	$\mu=\min\left[0.001\left(E/R_p\right);0.6\right]$ E is Young's modulus R_p is proof strength in MPa	Continuous Yielding	$L_r \le 1$
(6.15)	$f(L_r)=f(1)L_r^{(N-1)/2N}$	N is an estimate of the strain hardening exponent given by $N=0.3\left[1-\left(R_e/R_m\right)\right]$ R_e is either R_p or $0.95R_{eH}$ depending on material, in MPa. R_m is the material's ultimate tensile strength in MPa $L_r^{max}=0.5\left(1+R_m/R_e\right)$	Continuous And Discontinuous Yielding	$1 \le L_r \le L_r^{max}$
(6.16)	$f(L_r)=0$		Continuous And Discontinuous Yielding	$L_r > L_r^{max}$
(6.17)	$f(L_r)=\left[1+0.5\left(L_r\right)^2\right]^{-1/2}$		Discontinuous Yielding	$L_r \le 1$
(6.18)	$f(1)=\left(\lambda+\frac{1}{2\lambda}\right)^{-1/2}$	$\lambda=\left(1+E\Delta\varepsilon/R_{eH}\right)$ $\Delta\varepsilon$ is the lower yield strain given by $\Delta\varepsilon=0.0375\left(1-R_{eH}/1000\right)$ R_{eH} is the material's upper yield strength or limit of proportionality.	Discontinuous Yielding	$L_r = 1$

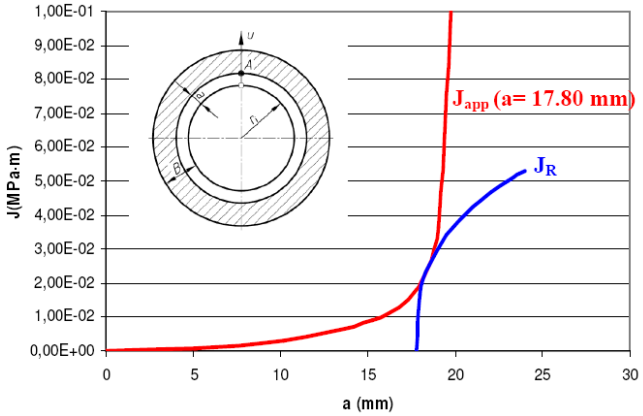


Figura 5. Análisis CDF de desgarro dúctil para fisura larga interior en superficie orientada circunferencialmente.

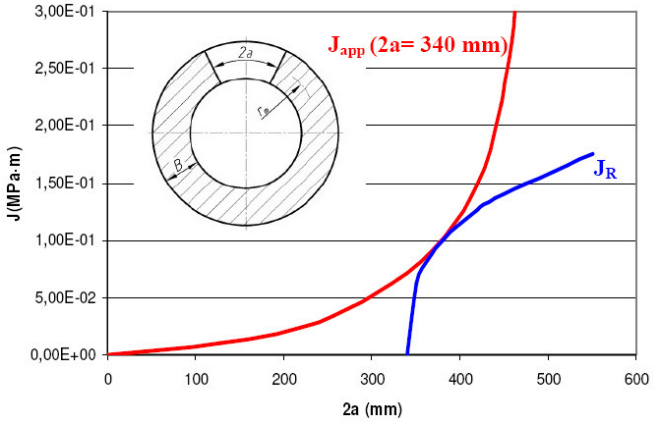


Figura 6. Análisis CDF de desgarro dúctil para fisura pasante orientada circunferencialmente.

Como puede observarse, en el primer caso (Figura 5) la situación crítica se corresponde con a = 17.80 mm, mientras que en el segundo la fractura se produciría para 2a= 340 mm, que también representa una parte importante de la sección circunferencial de la válvula.

En todos los casos se ha comprobado que $L_r \le L_r^{max}$ (L_r^{max} viene definido por el propio FITNET FFS – ver Tabla 10-), lo cual garantiza que el fallo se produciría por procesos de desgarro dúctil (y no por colapso plástico). Esto queda justificado por el hecho de que el envejecimiento produce incrementos del límite elástico y reducciones de la tenacidad a fractura, lo cual equivale a un proceso de fragilización.

Por otra parte, se ha realizado una evaluación alternativa del tamaño crítico de defecto en el cuello de la válvula (fisura interna) haciendo uso del Código, Sección XI- *Nonmandatory Appendix C: Evaluation of flaws in piping* (2004)- [4]. Esta metodología proporciona un procedimiento para la evaluación de integridad estructural de tuberías fisuradas que considera las diferentes posibilidades de mecanismos de fallo: colapso plástico de la sección remanente, fractura elástico-lineal (condiciones de fractura frágil) y fractura elastoplástica (cuando hay propagación dúctil previa al fallo). Al objeto de poder establecer comparaciones entre los dos procedimientos se ha seguido el análisis elastoplástico de una fisura interna circunferencial, según el *Article C – 6000* del *Appendix C*. En éste, se define el "*stress ratio*" (SR) como:

$$\text{Stress Ratio} = \frac{SF_m \cdot \sigma_m}{\sigma_f} \cdot Z \qquad (5)$$

en donde σ_m es la tensión de membrana en el componente (σ_m = 85.77 MPa) y σ_f es la tensión de flujo del material (σ_f = 517.4 MPa). El parámetro SF_m es un factor de seguridad adimensional para la tensión de membrana cuyo valor viene dado por el propio Código ASME en función del nivel de servicio del componente (*Service A*: SF_m = 2.7; *Service B*: SF_m = 2.4; *Service C*: SF_m = 1.8; *Service D*: SF_m = 1.3), correspondiendo el nivel A al análisis más conservador y el nivel D al menos conservador. Z es un parámetro

multiplicador adimensional que depende del material y de las dimensiones del componente. Aquí se ha tomado Z = 1.27. La Tabla 11 muestra los valores obtenidos para el SR en función del nivel de servicio considerado.

Tabla 11. Valore del SR para los diferentes niveles de servicio considerados en el análisis elastoplástico.

Componente	Nivel de Servicio	SF_m	Stress Ratio, SR
Válvula–1201–14	A	2.7	0.568
	B	2.4	0.505
	C	1.8	0.379
	D	1.3	0.274

Estos valores permiten estimar la máxima fisura admisible haciendo uso de la *Table C – 5310 – 5* [4], y asumiendo que la relación entre la longitud de fisura (l_f) y la longitud de la circunferencia (calculada con el diámetro exterior D) cumple que $l_f/\pi D \geq 0.75$, con el fin de que los resultados obtenidos sean comparables a los obtenidos con el FITNET FFS ($l_f / \pi D = 1$, fisura larga interior orientada circunferencialmente). En la Tabla 12 se recogen los valores de fisuras críticas (a_c) correspondientes a los cuatro niveles de servicio predeterminados.

Tabla 12.Valores de fisura crítica (a_c) para los distintos niveles de análisis elastoplástico.

Componente	Nivel de Servicio	a_c / t	a_c (mm)
Válvula–1201–14	A	0.43	10.92
	B	0.50	12.70
	C	0.62	15.75
	D	0.71	18.03

Puede observarse cómo el valor de fisura crítica obtenida con el nivel D (18.03 mm) es muy similar al obtenido con el procedimiento FITNET FFS (17.80 mm).

6. CONCLUSIONES

Los aceros inoxidables colados o de moldería tipo dúplex sufren fenómenos de envejecimiento térmico a las temperaturas de trabajo de las centrales nucleares tipo BWR (≈ 280 ºC). La principal consecuencia de tal envejecimiento es la fragilización del material, la cual aumenta la dureza y el límite elástico del material y reduce significativamente la tenacidad a fractura.

El análisis realizado en este trabajo permite obtener las siguientes conclusiones:

a) Tras cerca de cuarenta años de servicio la válvula analizada, con un contenido de ferrita de en torno al 15.32%, presenta valores moderados de energía Charpy (82.36J/cm^2) a Temperatura Ambiente, aún alejados de los correspondientes a las condiciones de saturación (65.5 J/cm^2). En todo caso, la estimación para hipotéticas extensiones de vida del componente (hasta el 2029) revela reducciones en la energía Charpy inferiores a 5 J/cm^2, proporcionando valores aceptables de tenacidad a fractura del material.

b) Para el componente analizado y sus condiciones de trabajo correspondientes, la evaluación realizada con el FITNET FFS proporciona valores de fisura crítica lo suficientemente grandes (en comparación con las dimensiones del componente) como para ser detectadas fácilmente durante las inspecciones ordinarias realizadas en la planta.

c) El análisis de los resultados obtenidos mediante el FITNET FFS y mediante el Código ASME, revela que ambos proporcionan valores similares cuando la evaluación ASME se realiza para un nivel de Servicio D. En el resto de casos el Código ASME proporciona valores más conservadores.

REFERENCIAS

[1] SA-351-SA-351M, Specification for Castings, Austenitic, Austenitic-ferritic (duplex), for Pressure-containing Parts, *ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Vol.2 Materials, Part A-Ferrous Material Specification*, 2001.

[2] Solomon, H.D., Devine, T.M.Jr., *Duplex Stainless Steels – A Tale of Two Phases*. R. A. Lula Ed., *Duplex Stainless Steel*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1983. pp. 693 – 756.

[3] Chung, H.M., "Aging and Life Prediction of Cast Duplex Stainless Steel Components", *International Journal of Pressure Vessels & Piping*, Vol. 50, 1992. pp. 179 – 213.

[4] Rules for in – service inspection of nuclear power plant components, *ASME Boiler and Pressure Vessel Code*, *Section XI*, The American Society of Mechanical Engineers, New York, 2004.

[5] Evaluation of Thermal Aging Embrittlement for Cast Austenitic Stainless Steel Components in LWR Reactor Coolant Systems, *EPRI TR – 106092 Final Report*, September 1997.

[6] Evaluation of Thermal Aging Embrittlement for Cast Austenitic Stainless Steel Components, *EPRI TR – 1000976 Final Report*, January 2001.

[7] Chopra, O.K., Shack, W.J., "Assessment of Thermal Embrittlement of Cast Stainless Steel", *NUREG/CR–6177*, U.S. Nuclear Regulatory Commission, Washington DC, May 1994.

[8] Chopra, O.K., "Estimation of Fracture Toughness of Cast Stainless Steels during Thermal Aging in LWR Systems", *NUREG/CR – 4513 Rev. 1*, U. S. Nuclear Regulatory Commission, Washington DC, August 1994.

[9] FITNET Fitness-for-Service (FFS) *Procedure - Volume 1,* Editors: M. Kocak, S. Webster, J.J. Janosch, R.A. Ainsworth, R. Koers, ISBN 978-3-940923-00-4, Printed by GKSS Research Centre, Geesthacht, Germany, 2008

[10] Grobner, P. J., "The 885 ºF (475 ºC) Embrittlement of Ferritic Stainless Steels", *Metallurgical Transactions*, Vol. 4, 1973. pp. 251 – 260.

[11] Trautewein, A., Gysel,W., "Influence of Long – Time Aging of CF8 and CF8M Cast – Steel at Temperatures Between 300 and 500 ºC on Impact Toughness and Structural Properties", *Stainless Steel Casting STP – 756*, V. G. Behal and A. S. Melilli Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1982. pp. 165 – 189.

[12] Chopra, O.K., Chung, H.M., "Long – Term Embrittlement of Cast Duplex Stainless Steeels in LWR Systems", *NUREG/CR – 4503 Report*, 1986.

[13] Chopra, O.K., Chung, H.M., "Aging of Cast Duplex Stainless Steeels in LWR Systems", *Nuclear Engineering and Design,* Vol. 89, 1985. pp. 305 – 318.

[14] Aubrey, L.S., Weser, P.R., Pollard, W.J., Schoefer, E.A., Ferrite Measurement and Control in Cast Duplex Stainless Steels, *Stainless Steel Casting STP – 756*, V. G. Behal and A. S. Melilli Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1982. pp. 126 – 164.

[15] Leger, M.T., "Predicting and Evaluating Ferrite Content in Austenitic Stainless Steels", *Stainless Steel Casting STP – 756*, V. G. Behal and A. S. Melilli Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1982. pp. 105 – 125.

[16] "Cálculo válvula CASS". Dirección de Tecnología. Sección de Ingeniería de Materiales. Informe Interno NUCLENOR. Febrero 2007.

ESTUDIO DE LA ROTURA DE UNA HERRAMIENTA DE MECANIZADO

E. Silveira y A. M. Irisarri

PINASMET – Tecnalia. Mikeletegi Pasealekua 2. 20009 DONOSTIA-SAN SEBASTIÁN
airisar@inasmet.es

RESUMEN

El presente trabajo aborda el estudio de la fractura en dos mitades de una herramienta de mecanizado. El análisis topa con la dificultad que supone la imposibilidad de destruir la pieza que debe ser conservada en su estado de recepción por motivos legales. Ello ha impedido la extracción de probetas metalográficas. Por ello, el estudio se centró en la observación de las superficies de fractura en el microscopio electrónico de barrido y la identificación mediante espectrometría por dispersión de energía de rayos X de las sustancias presentes. Este examen reveló que el origen se hallaba en una entalla existente en la periferia de la herramienta en la zona de la rosca de la misma. Por otra parte, el hecho de encontrarse cubierta por una sustancia de la misma composición que la aplicada en el tratamiento de pavonado de la pieza indicó que se hallaba ya abierta cuando se llevó a cabo éste. Finalmente, se apreció la morfología intergranular de la fractura, con presencia de pequeños carburos en las juntas de grano que se consideran responsables de la debilidad mostrada por la junta. Analizando los resultados se llega a la conclusión de que el fallo se debió a la presencia de una entalla cuyo origen se debe buscar en el mecanizado de la herramienta previo al pavonado, propagándose intergranularmente debido a la fragilización de las juntas. Esta hipótesis debería verse confirmada, o desmentida, por el estudio metalográfico de las probetas extraídas de las zonas seleccionadas, trabajo que no se ha efectuado aún por las razones antes comentadas.

ABSTRACT

This paper presents the study of the fracture in two pieces of one machining tool. This analysis came up against the impossibility of destroying the sample that must be kept in its as-received condition due to legal requirements. That situation has precluded obtaining metallographic samples. Consequently, the study was centred in observing the fracture surfaces in the scanning electron microscope and identifying the nature of the substances which were present by X-ray energy dispersive spectrometry. This analysis revealed that the failure origin corresponded to a notch sited on the periphery of the tool in its threaded end. Moreover, as the surface of this notch was covered by a substance whose composition was the same than that used for the blueing coating, indicating that it was opened when this treatment was applied. Finally, an intergranular morphology of the fracture was observed and also some small carbides present on these grain boundaries promoting their embrittlement. Analysing these results, a conclusion blaming for the failure to the machining operation previous to the blueing coating was reached. This crack grew along the grain boundaries. This hypothesis was due to be confirmed or denied by the metallographic study carried out on samples obtained from the selected zones of the component, labour precluded for the moment because of the legal requirements.

PALABRAS CLAVE: Análisis no destructivo, fractura intergranular, fractografía.

1. INTRODUCCIÓN

En la investigación de un fallo el analista debe recopilar, examinar y evaluar cuidadosamente todos los datos disponibles, por insignificantes que puedan parecer en ocasiones, para poder determinar los orígenes probables del mismo y la secuencia de sucesos que han conducido a la rotura. El objetivo inmediato es determinar las causas del fallo aunque el realmente importante es el evitar que se produzcan fallos similares en futuras partidas y a él debe ir dirigido el trabajo que se realice. Un principio fundamental en el análisis de fallos es conservar la evidencia de la muestra en la condición en que se recibió, sea no destruyéndola, sea documentándola mediante la obtención de fotografías de la totalidad de la pieza y de aquellos detalles que se consideran significativos previamente a la realización de los cortes para la extracción de probetas.

En algunas situaciones el análisis del fallo debe quedar restringido a un examen no-destructivo lo que dificulta la identificación de los orígenes del mismo. Éste es el caso analizado en este trabajo en el cual se debía determinar las causas de la rotura de una herramienta de mecanizado, que había fallado en servicio, provocando un

serio daño a la pieza que se estaba procesando en ese momento. Ante las reclamaciones de tipo legal que pudieran surgir en el caso de que el estudio apuntara al fabricante de la herramienta como responsable del fallo el estudio debía poseer un carácter totalmente no-destructivo, preservando la pieza en la misma condición en que se recibió para este estudio previo. No es preciso señalar que ello imposibilita extraer probetas metalográficas, limitándose el estudio al examen visual y gracias al pequeño tamaño de una de las dos partes en que se fracturó la herramienta a la observación de esta superficie de fractura mediante microscopía electrónica de barrido.

El presente trabajo describe el análisis del fallo de la herramienta de mecanizado, efectuado por medios totalmente no destructivos y presenta las conclusiones provisionales a las que se llegó. Se debe recalcar que no fue necesario proseguir en el estudio ya que se consideró suficientemente concluyente este diagnóstico.

2. TÉCNICA EXPERIMENTAL

2.1. *Historial de la pieza*

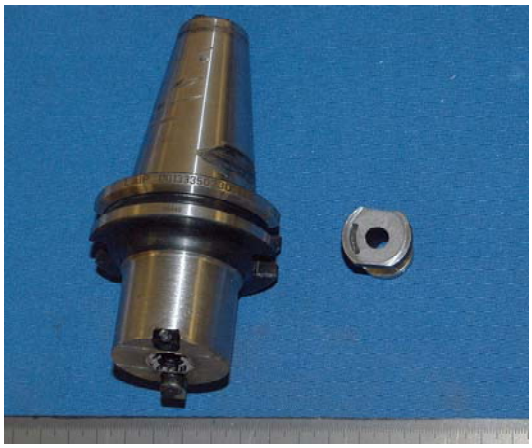


Figura 1. Vista general de las dos mitades en que se fracturó la herramienta.

En primer lugar se recabó información acerca del historial previo de la herramienta objeto del estudio. Desgraciadamente, la información que se dispone sobre el fallo es casi nula, ya que se limita simplemente al hecho de que ha sufrido una rotura brusca, prematura, en dos partes, provocando un grave daño a la pieza que estaba siendo mecanizada en ese momento. La figura 1 ofrece una vista de las dos partes en que se fracturó la herramienta, tal y como se recibió para el análisis. Tampoco se obtuvieron datos acerca de la composición química del acero que se empleó en la fabricación de la herramienta, ni el proceso seguido en esta labor, aunque dado el uso al cual va destinada parece lógico pensar que se hallará en estado de temple y revenido.

2.2 *Examen visual*

Ya se ha señalado el carácter no destructivo que debe poseer el estudio por lo que la observación visual de las superficies de fractura que siempre constituye un paso importante adquiere en este caso incluso una mayor trascendencia. La figura 2 presenta una vista de la superficie de fractura de una de las dos partes en que se fracturó la herramienta.

Figura 2. Vista superior de la superficie de fractura de uno de los dos trozos en que se fracturó la herramienta.

Esta observación, no sólo de la fractura sino de la totalidad de la herramienta, se efectuó tanto a simple vista como acudiendo a la ayuda de un pequeño microscopio estereoscópico para poder detectar las facetas fractográficas más finas.

2.3 *Estudio fractográfico***.**

Hay que recalcar una vez más la limitación que supone el hecho de no poder cortar ninguna de las dos partes en que se fracturó la herramienta. Afortunadamente, el tamaño de una de las dos partes en que se rompió ésta fue suficientemente pequeño para permitir su introducción en la cámara del microscopio electrónico de barrido y efectuar su análisis fractográfico. Por otra parte, el espectrómetro por dispersión de energía de rayos X incorporado a este equipo facilitó la identificación de las sustancias presentes.

3. RESULTADOS

El examen de las superficies de fractura de las dos partes apunta a una rotura de morfología frágil, observación que se halla en consonancia con el hecho de que el fallo se haya producido de forma brusca y prematura. Tanto el examen visual como el más detallado realizado con la

ayuda del microscopio estereoscópico pusieron de manifiesto la existencia de una acentuada marca, de tonalidad más oscura que el resto de la fractura, situada en el extremo izquierdo de la figura 2, antes mencionada. El aspecto de esta marca apunta a que su origen pudiera hallarse en el mecanizado de la rosca que presenta la herramienta y que se halla situada precisamente en la zona donde se produjo la rotura.

A partir de este origen la grieta ha progresado circunferencialmente hasta provocar la rotura cuando la zona que permanece unida (superior derecha) es insuficiente para poder soportar los esfuerzos aplicados sobre la herramienta.

El análisis fractográfico de la parte más pequeña de las dos en que se rompió la pieza realizado en el microscopio electrónico de barrido aporta una serie de datos de gran valor para determinar no sólo el origen del fallo sino también el modo en que progresó el mismo. Tal y como muestra la micrografía de la figura 3, la morfología de la fractura es claramente intergranular. Esto indica que las juntas de grano constituían las zonas más débiles por lo que la fractura progresa a lo largo de las mismas

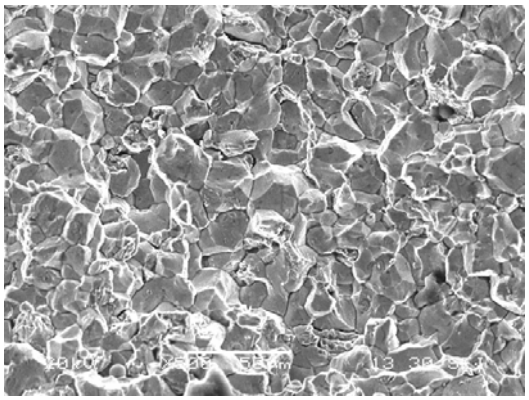


Figura 3.Micrografía mostrando la morfología intergranular de la fractura.

El examen a mayores aumentos permite detectar la presencia de algunas partículas situadas en las juntas de grano cuyo análisis por dispersión de energía de rayos X identifica como carburos de cromo y, en mucha menor proporción, hierro. En este punto sería de gran interés poder contar con una probeta metalográfica que confirmara la existencia de una retícula de carburos situados en las juntas de grano. Desgraciadamente, no ha sido posible la extracción de esta probeta por el motivo de la necesidad de preservar los dos trozos en el mismo estado en que se recibieron sin poder efectuar ningún corte de las mismas.

En un intento de superar esta limitación en el estudio metalográfico se consideró el empleo de réplicas. Esta metodología posee un carácter no-destructivo por lo que el daño provocado a la pieza se limitaría al ocasionado por el pulido y ligero ataque de la periferia de la misma. Esta posibilidad también quedo descartada ya que la pieza posee un recubrimiento, aparentemente de pavonado, que impide el acceso al material base sin eliminarlo previamente. Resulta evidente que esta acción alteraría el estado de las piezas, por lo que no pudo ser utilizado tampoco este método de estudio metalográfico.

Volviendo al estudio de la superficie de fractura en el microscopio electrónico de barrido se debe señalar que un análisis más profundo de la zona donde se halla la marca de tonalidad oscura, detectada en la observación visual proporciona una valiosa información sobre los orígenes de la fractura. La micrografía de la figura 4 obtenida en el microscopio electrónico de barrido pone de manifiesto que esta zona se halla totalmente cubierta por la capa de una sustancia depositada sobre la misma que exhibe un aspecto cuarteado.

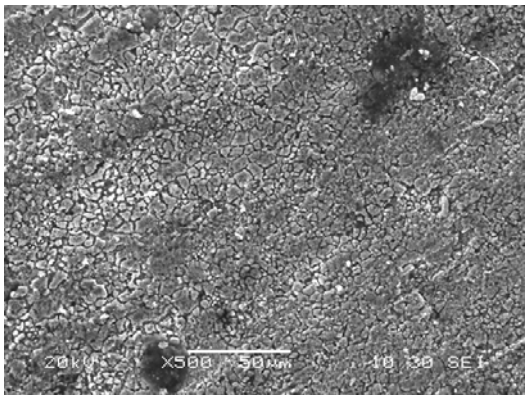


Figura 4. Capa que recubre la zona dónde se situó el origen potencial del fallo.

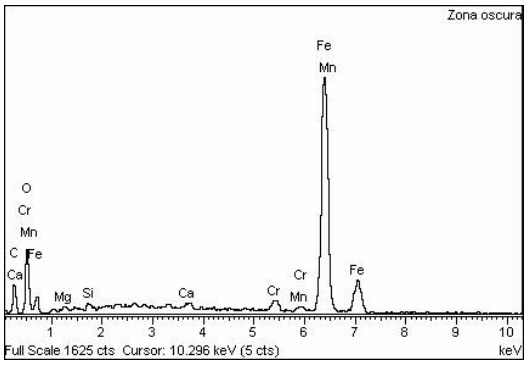


Figura 5. Espectro de dispersión de energía de rayos X obtenido en la zona oscura.

El análisis por dispersión de energía de rayos X conduce al espectro que se ofrece en la figura 5.

Se puede comprobar que este espectro presenta los picos de varios elementos destacando los de hierro, oxígeno y carbono, apareciendo también otros de menor altura de cromo y manganeso y unos mínimos de silicio, magnesio y calcio. El posible origen de estos tres elementos se discute posteriormente.

A la vista de este espectro la identificación de la sustancia que recubre la zona oscura como óxido de hierro y, en mucha menor medida, de cromo y manganeso parece lógica. Estos tres elementos entran en la composición del acero por lo que se puede pensar en la oxidación del mismo como origen de dicha capa.

La tonalidad oscura que presenta esta marca es muy similar a la de la periferia de la herramienta, donde se ha aplicado un recubrimiento que, por su aspecto parece corresponder al denominado como pavonado. Este recubrimiento consiste en la aplicación de una capa superficial de óxido abrillantado, de composición principalmente de óxido de hierro, coloración azul oscura, negra o café. No es éste el punto de entrar a detallar la aplicación de este tratamiento pero si señalar que el aspecto que confiere su aplicación resulta muy similar al observado en la periferia de la herramienta Este tratamiento se emplea para mejorar su aspecto y evitar que sufran un ataque corrosivo.

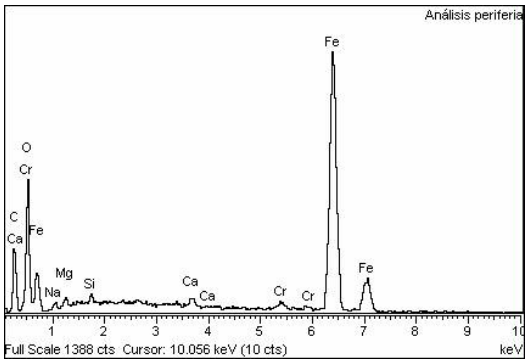


Figura 6. Espectro de dispersión de energía de rayos X de la periferia de la herramienta

Con vistas a comprobar si la similitud entre esta capa de la zona oscura y el recubrimiento de la pieza se limitaba a su aspecto o la naturaleza de ambos era la misma, se procedió al análisis de la periferia de la herramienta. El resultado de este análisis se muestra en la figura 6. Este espectro resulta muy similar al obtenido en la entalla en la que se ha situado el inicio del fallo. Tan sólo señalar la mayor altura de los picos de oxígeno y carbono obtenidos en el análisis de la periferia de la pieza frente a los registrados en el análisis de la capa que cubre la entalla..

La mayor altura del pico de oxígeno se justifica por la aplicación intencionada del tratamiento en esa zona, en tanto que en la entalla ha sido de modo accidental. Una explicación razonable del pico de carbono lo asociaría con el aceite que se ha empleado para la limpieza de la herramienta o a algún lubricante añadido. Los minúsculos picos de sodio, magnesio o calcio pueden tener su origen en la contaminación de la muestra o provenir del medio alcalino empleado para el pavonado. Éste es el origen más plausible de los detectados también en la zona de la entalla que se ha identificado como origen de la rotura de la herramienta. En cualquier caso, se puede llegar a la conclusión de que esta entalla se hallaba ya presente en el momento de aplicar el pavonado.

El examen de la zona final de esta entalla oscura revela la presencia de una mayor contaminación y unos claros signos de roces que enmascaran las facetas existentes. Pese a ello aún se detectan algunas que se pueden identificar como aquellas huellas dejadas el dispositivo o herramienta que ha mecanizado la rosca de la que es objeto del presente estudio. La figura 7 exhibe una vista de esta zona.

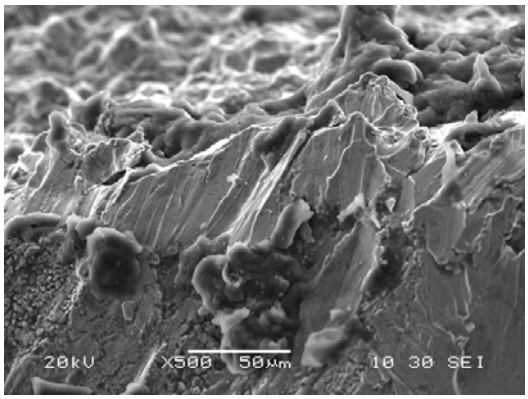


Figura 7. Zona final de la entalla presente e inicio de la fractura.

Teniendo en cuenta todas estas observaciones resulta lógico considerar que el origen del fallo de la herramienta se encuentra en la realización de un roscado deficiente. Este proceso ha creado un serio daño hasta el punto de provocar la aparición de una entalla que ha sido identificada como el punto de nucleación del fallo. El hecho de que esta entalla se halle cubierta por una capa de composición muy similar a la del pavonado aplicado a la herramienta indica claramente que la entalla se encontraba ya abierta en el instante en que se aplicó este tratamiento, apoyando, por tanto, la hipótesis formulada en el sentido de que el origen del fallo se halla en el mecanizado de la herramienta, previo al tratamiento.

Una vez identificado el origen del fallo resta por determinar el mecanismo que ha propiciado su propagación. Ya se ha comentado previamente el carácter marcadamente intergranular de esta zona de propagación de la rotura, tal y como muestra la figura 3. El hecho de que la fractura posea esta morfología indica que las juntas de grano constituían las zonas más débiles del material y por ello el fallo progresó a lo largo de ellas. Existen diversos mecanismos de fallo que provocan la aparición de fracturas de este tipo, entre los cuales se pueden citar la corrosión intergranular, los agrietamientos de temple o los debidos a la fragilización del revenido.

Un nuevo examen de dicha superficie permite detectar la presencia de algunas partículas cuya naturaleza es diferente a la de los carburos antes mencionados. El análisis de estas partículas por dispersión de energía de rayos X conduce al resultado que se muestra en la figura 8. Este espectro contiene notables picos de cloro, sodio y oxígeno en este espectro, así como de otros de menor entidad de potasio y azufre. El pico de hierro no pertenece a las partículas sino al acero base situado alrededor de las partículas y que ha sido excitado por el haz de electrones. Este resultado confirma la diferencia existente entre estas partículas y los carburos presentes en las juntas de grano.

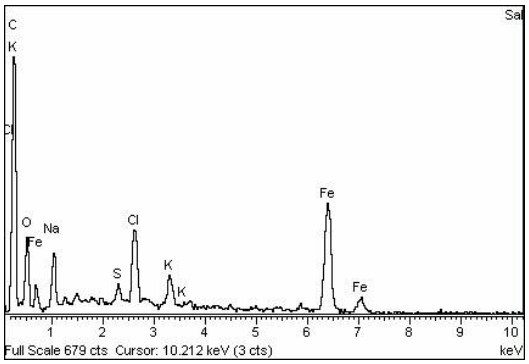


Figura 8. Espectro de difractometría de rayos X de la sustancia presente en la superficie de fractura.

En primer lugar se debe analizar la posibilidad de que estas partículas no hayan intervenido en el proceso de fallo sino que se hayan depositado en la superficie de fractura una vez que ésta se había ya formado.

Contra esta hipótesis se puede plantear algún argumento que impide aceptarla como cierta, tal y como se comenta a continuación, al menos en tanto que no se pueda profundizar en el estudio con el análisis microestructural. En primer lugar es necesario explicar el origen de la sustancia contaminante. Muy difícilmente se puede buscar en el medio ambiente del taller de mecanizado donde se ha producido el fallo. También podrían provenir en principio de una contaminación con la taladrina u otro fluido de corte. La razón para el empleo de estos fluidos se debe buscar en el deseo de mejorar la operación de mecanizado, elevando la productividad, alargando la vida de la herramienta y facilitando la eliminación de las limaduras, evitando su efecto abrasivo. Este origen resulta muy poco probable puesto que si bien se añaden algunos aditivos a estos fluidos su base está constituida por aceites minerales de composición diferente a la de estas partículas.

Más lógico parece pensar en el fluido utilizado en el pavonado de la herramienta puesto que se utilizan con este fin soluciones que contienen nitrato potásico e hidróxido sódico en agua. El hecho de que el origen de las sustancias que se han detectado en la superficie de fractura fuera éste indicaría que han penetrado en el curso del pavonado, es decir que gran parte del daño se hallaría ya presente en el momento en que la herramienta entró en servicio. Esto supone que el daño inicial era más grave que el que supone la simple entalla que ha sido identificada como origen del fallo. En consecuencia se deberían analizar las posibles causas que hubieran podido conducir a un agrietamiento tan profundo.

Una posible explicación a la presencia de estas partículas en la superficie de fractura se ofrece a continuación. Los agrietamientos producidos en el tratamiento de temple o, más probablemente, en el posterior revenido, aplicado a temperaturas dentro del margen en que se fragiliza el material, produciría una fractura intergranular. Sin entrar en detalles un incremento de la temperatura de revenido induce un aumento de tenacidad salvo en un rango de temperaturas donde no sólo no se logra ninguna mejora sino el valor registrado es inferior al obtenido a temperaturas más bajas.

En el caso de que la secuencia de operaciones hubiera sido la de mecanizado, temple, revenido y pavonado, el agrietamiento, provocado en las operaciones de tratamiento estaría ya presente cuando se aplicó el pavonado de la herramienta, lo que permitiría la entrada de las sustancias del baño de pavonado. Se intentó recabar, sin éxito, una mayor información acerca de fabricación de la herramienta. Pese a ello, y considerando que esta secuencia de operaciones es la más lógica, y que si hubiera sido la real hubiera conducido al resultado observado, la hipótesis que atribuye el avance intergranular del agrietamiento a un incorrecto tratamiento térmico no debe ser, ni mucho menos, rechazada.

La otra posibilidad a analizar asocia el fallo de la herramienta a la actuación de un mecanismo de corrosión intergranular. Éste también hubiera conducido a una fractura de morfología similar a la observada. Un punto a favor de la acción de un ataque corrosivo intergranular se halla en el hecho de que las juntas de grano, debilitadas por la precipitación de los carburos, constituyen un camino preferencial para que se produzca el ataque. Los fallos por corrosión intergranular en medios cloruros son habituales en los aceros inoxidables austeníticos, sensibilizados por la precipitación de carburos en las juntas de grano y el consiguiente empobrecimiento en cromo de las zonas circundantes. Este empobrecimiento puede ser tan acusado, que pasa a situarse por debajo del porcentaje mínimo requerido para otorgar al acero la adecuada resistencia frente a la corrosión. También algunos otros materiales metálicos presentan una susceptibilidad a sufrir corrosión intergranular en determinados medios.

Sin embargo, en aceros al carbono o de baja aleación como es el caso del estudiado el ataque intergranular resulta mucho menos probable y difícilmente se puede pensar que la herramienta ha operado en un medio corrosivo capaz de provocar el ataque. No obstante, la entrada de algunas sustancias del medio de pavonado en la entalla de mecanizado y la aparición posterior de un ataque corrosivo de las mismas no puede ser rechazada totalmente. El disponer de una probeta metalográfica permitiendo observar la microestructura del material y comprobar si la fractura intergranular se encuentra o no asociada con un ataque corrosivo hubiera supuesto una gran ayuda. La necesidad de conservar las dos mitades de la herramienta en el estado en que se recibieron impidió esta labor.

4. CONCLUSIONES

A falta de una mayor información que se pueda obtener una vez se disponga de las probetas metalográficas se pueden adelantar una serie de conclusiones que, por el momento, poseen un carácter provisional si bien algunas de ellas (por ejemplo, la relativa al punto de origen del fallo) se pueden considerar definitivas.

a. La fractura se ha iniciado en una muesca generada en el mecanizado de la rosca de la herramienta, lo que ha inducido la aparición de la entalla que ha constituido el origen del fallo.

b. A partir de este origen la fractura progresó circunferencialmente hasta el momento en que la zona que aún permanecía unida fue insuficiente para poder soportar los esfuerzos aplicados produciéndose una rotura brusca e inesperada.

c. El hecho de que la mencionada muesca, identificada como inicio de la fractura, se encuentre cubierta por una capa de la misma naturaleza que la formada en el tratamiento aplicado sobre la periferia de la herramienta indica que esta muesca se hallaba ya presente en el momento en que se aplicó dicho tratamiento.

d. La fractura posee una morfología acentuadamente intergranular lo que indica que las juntas de grano eran las zonas más débiles del material.

e. Se detecta la presencia de algunos carburos en la superficie de fractura, situados en las juntas de grano del acero, por lo que se puede considerar que han contribuido a que el fallo se produjera a lo largo de estas juntas.

f. El análisis de algunas partículas que se hallan presente en la superficie de fractura revela la presencia de cloro, sodio, potasio y azufre. Aunque no se puede descartar que hayan podido promover el fallo parece más lógico pensar que se han depositado tras la fractura aunque no se encuentra un origen lógico de las mismas.

g. Existen dos posibles explicaciones al carácter intergranular de la fractura. La primera la atribuye a corrosión intergranular.La segunda la asociaría a un deficiente tratamiento térmico, más en concreto al revenido aplicado a una temperatura dentro del margen en que se produce la fragilización del acero. Esta última hipótesis parece más probable pero sin poder alcanzar una conclusión definitiva sobre este punto.

h. El estudio metalográfico de probetas extraídas de la pieza debe constituir una notable ayuda para confirmar o desmentir las hipótesis formuladas.

ESTUDIO DEL FALLO POR FATIGA DE UN MUELLE PERTENECIENTE AL MECANISMO DE MANIOBRA DE PUERTAS DE ASCENSOR.

R. Rivera[1], A. Chiminelli[1], C. Gómez[1], J. L. Núñez[1]

[1] Laboratorio de Materiales y Simulación Computacional del Área de Investigación, Desarrollo y Servicios Tecnológicos,
Instituto Tecnológico de Aragón, C/ María de Luna 8, 50018 Zaragoza, España.
E-mail: rrivera@ita.es

RESUMEN

El presente trabajo detalla el estudio realizado para la determinación de las causas de la rotura prematura acaecida sobre un muelle perteneciente al mecanismo de maniobra de puertas de un ascensor.
El plan de trabajo llevado a cabo está basado en la metodología general aplicable a los estudios de análisis de fallo.
Los resultados obtenidos en los análisis experimentales y cálculos analíticos efectuados han permitido concluir que la rotura del muelle se ha producido por la actuación de un mecanismo de fatiga mecánica cuyo inicio se relaciona con la presencia en la periferia del material de inclusiones y pliegues superficiales (concentradores de tensiones), posiblemente favorecido por el estado tensional derivado de la falta de alineación en la aplicación de la carga sobre el muelle respecto al eje axial del mismo.

ABSTRACT

The present work details the study performed for the determination of the causes of the spring premature rupture belonging to the doors control mechanism of an elevator.
The schedule plan carried out is based on the general methodology applicable to the failure analysis studies.
The results obtained in the experimental analysis and the analytical calculations have allowed to conclude that the fracture of the spring has taken place by the action of a mechanical fatigue mechanism whose origin is related to the presence in the periphery of the material of inclusions and superficial folds (stress concentrators), and probably it has been favoured by the tensional state derived from the lack of alignment in the application of the load on the spring with respect to its axial axis.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, Inclusiones, Muelle.

.

1. INTRODUCCIÓN

En el siguiente trabajo se presentan los resultados obtenidos en el análisis de fallo llevado a cabo sobre un muelle de tensión perteneciente al mecanismo de maniobra de las puertas de un ascensor, con el objetivo de determinar las causas de la rotura prematura del mismo acaecida en servicio.

La metodología empleada se basa principalmente en la utilización de técnicas experimentales de análisis de fallo [1]. La primera etapa ha consistido en la recopilación de los antecedentes del componente. Posteriormente a la inspección visual efectuada sobre el mismo, se ha caracterizado la fractura a nivel macro y microscópico (SEM). A partir de estos análisis se ha identificado el mecanismo de rotura actuante, que junto a la caracterización del material de fabricación del muelle y la verificación del diseño mediante un cálculo analítico clásico han proporcionado las bases necesarias para identificar la causa del fallo del componente y clasificarlo en un fallo de diseño, uso/mantenimiento o fabricación.

El muelle analizado corresponde a los utilizados en determinados mecanismos de apertura y cierre de puertas en donde se ven sometidos en servicio a ciclos de carga de tensión-tensión. Estos componentes suelen estar fabricados a partir de aceros al carbono especiales para muelles, como la designación SH según norma EN-10270-1. Las características geométricas de muelle analizado y la composición química del acero constituyente se describen en las tablas 1 y 2 respectivamente.

Tabla 1. Características geométricas del muelle analizado.

Diámetro medio (mm)	10
Diámetro del alambre (mm)	1,2
Longitud del muelle descargado (mm)	530

Tabla 2. Composición química del acero constituyente del muelle (designación SH según norma EN-10207-1).

Elemento	Min.	Max.
Carbono (%)	0.35	1.00
Cobre (%)		0.2
Manganeso (%)	0.5	1.20
Sílice (%)	0.1	0.3
Fósforo (%)		0.035
Azufre (%)		0.035

Las cargas generadas en el accionamiento de las puertas se han determinado utilizando células dinamométricas mediante mediciones sobre puertas reales, obteniéndose los valores medios especificados en la tabla 3.

Tabla 3. Fuerzas actuando sobre el muelle en servicio.

Posición	Longitud (mm)	Fuerza(N)
Puerta abierta	780	26
Puerta cerrada	1010	43

Bajo estas cargas, se requiere que los muelles sean capaces de soportar hasta 1200000 maniobras sin que se generen agrietamientos, fisuras ni deformaciones permanentes que afecten al funcionamiento del componente.

En los siguientes apartados se describen las tareas llevadas a cabo y los resultados obtenidos en el presente estudio.

2. ANÁLISIS EXPERIMENTAL

2.1. Análisis macroscópico.

La muestra objeto de estudio está constituida por un fragmento de muelle de 127mm de longitud aproximadamente, en cuyo extremo se localiza la superficie de rotura a analizar. Ver figura 1.

En el extremo opuesto a la fractura, las espiras del terminal del muelle ofrecen deformación plástica en el material y pérdida de la linealidad respecto al eje axial de transmisión de la carga.

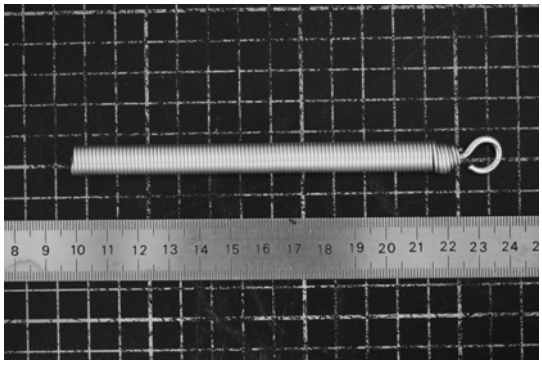


Figura 1. Macrografía general del fragmento de muelle analizado.

No se detectan anomalías macroestructurales en la superficie exterior del muelle.

El análisis de la superficie interior del muelle revela la presencia de una marca superficial continua localizada en las espiras. Ver figura 2.

Figura 2. Macrografía de detalle del extremo del muelle que contiene la rotura, superficie interior.

2.2. Análisis macrofractográfico.

Con el objeto de determinar la macromorfología de la rotura, el primer análisis llevado a cabo ha sido el macrofractográfico, realizado sobre la superficie de fractura contenida en el fragmento de muelle con la ayuda de una lupa estereoscópica.

Como resultado de este análisis, se ha observado que la rotura se desarrolla según planos con diferentes orientaciones a través de una de las espiras del muelle. La superficie ofrece marcas alineadas en la dirección de propagación de la fractura, que permiten localizar el inicio de la misma en la superficie interior del muelle, en las proximidades de la marca superficial continua que presentan las espiras. Ver figura 3.

El sector inicial de la fractura está caracterizado por ser una rotura plana, con presencia de marcas elípticas concéntricas a la zona de inicio de la misma. Estos macrocaracteres de rotura son coherentes con la actuación de un mecanismo de fatiga mecánica. [2]

La extensión de la superficie de rotura asociada al inicio y progresión de la rotura por fatiga mecánica corresponde a una superficie en torno al 50% de la rotura, lo que pone de manifiesto que el nivel tensional al que se ha producido la rotura es medio.

Finalmente, el resto de la rotura está asociada a la rotura mecánica final, y presenta una macromorfología aparentemente dúctil caracterizada por una superficie mate con presencia de deformación del material.

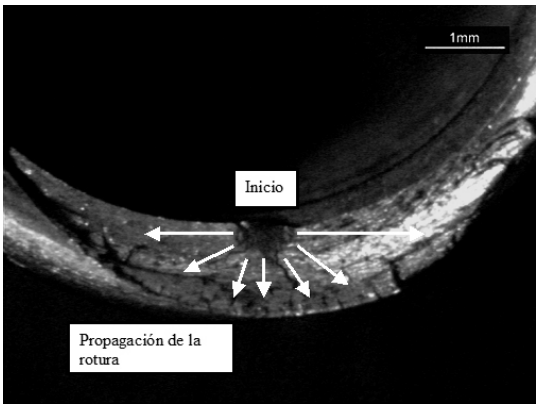


Figura 3.Esquema de la rotura del muelle.

2.3 Análisis por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Energía Dispersada de Rayos X (EDS)

El análisis microfractográfico de la superficie de rotura se ha realizado mediante el uso de un microscopio electrónico SEM EDX Hitachi S-3400 N de presión variable con analizador EDX Röntec XFlash de Si(Li).

Como resultado de este análisis se ha observado que la zona de inicio y progresión de la rotura está caracterizada por la presencia de estrías de fatiga perpendiculares a la dirección de progresión de la rotura, micromorfología característica de la actuación de un mecanismo de rotura por fatiga mecánica [3]. Ver figura 4.

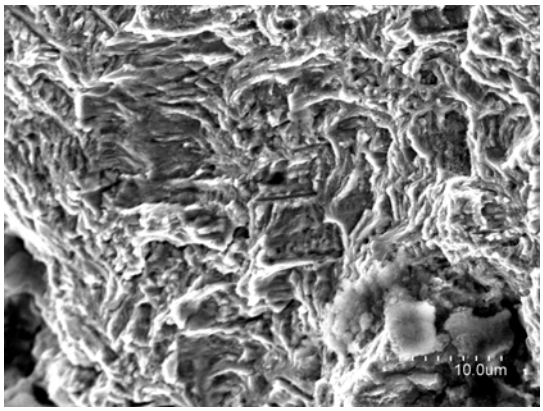


Figura 4. Micrografía electrónica zona de inicio de la rotura.

Asociado al inicio de la rotura, se detecta la presencia de inclusiones en un sector de la periferia del material, cuya naturaleza elemental determinada mediante un análisis por energía dispersada de rayos X (EDS) está compuesta por silicio, azufre, aluminio, potasio, calcio y oxígeno [4].

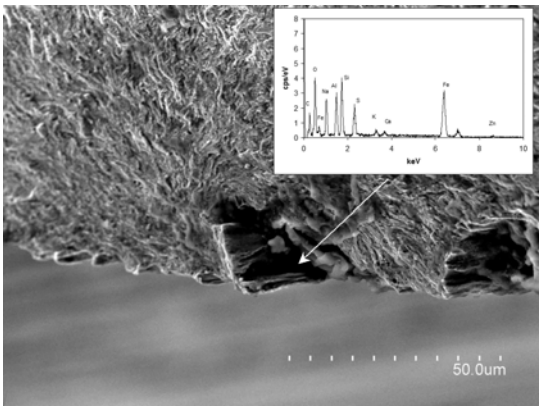


Figura 5. Micrografía electrónica y espectrograma del análisis EDS efectuado en el inicio de la rotura.

La superficie correspondiente a la zona de rotura mecánica final ofrece una micromorfología de rotura por coalescencia de microvacíos o "*dimples"* de carácter dúctil [3]. Ver figura 6.

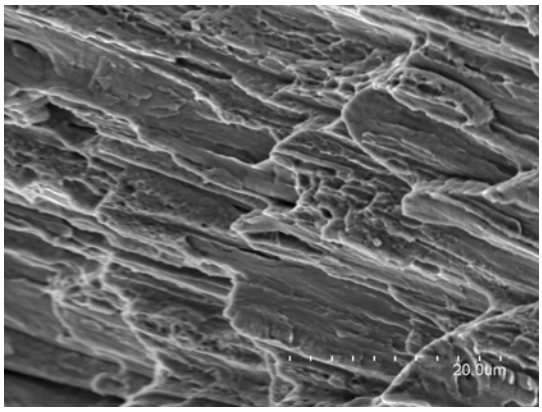


Figura 6. Micrografía electrónica zona de rotura mecánica final de la rotura.

2.4 Análisis por Microscopía Óptica

Adicionalmente a los análisis anteriores se han preparado probetas metalográficas a partir de una sección longitudinal al eje del muelle que contiene la superficie de la rotura en una zona próxima al inicio y una sección transversal al muelle. Ver figura 7.

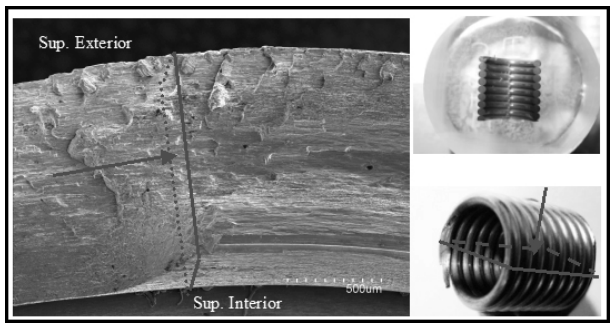


Figura 7. Esquema de la localización de las secciones analizadas.

La microestructura que ofrece el material corresponde de manera generalizada a una microestructura martensítica.

La marca continua que presentan las espiras del muelle en la superficie interior del mismo está relacionada con la presencia de pliegues superficiales y deformación plástica superficial del material relacionados con los procesos de fabricación del muelle. Ver figura 8.

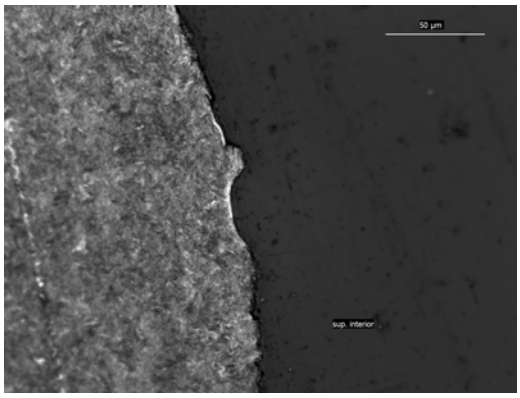


Figura 8. Micrografía óptica con revelado metalográfico de la superficie interior de la espira adyacente a la rotura.

De manera adyacente a la localización de la marca superficial se sitúa la rotura principal del muelle. Se detecta la presencia de agrietamientos secundarios paralelos a la rotura principal, que ofrecen su misma progresión y morfología, y que se localizan en las proximidades de la marca superficial del muelle.

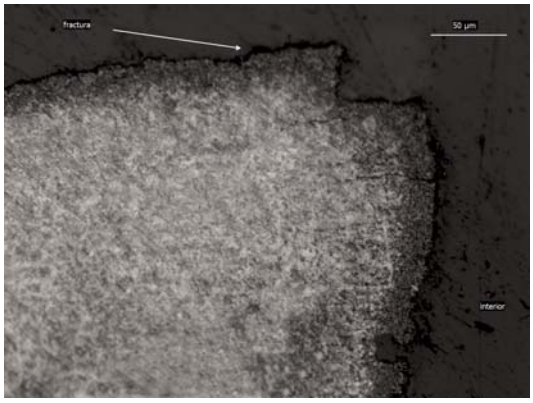


Figura 9. Micrografía óptica con revelado metalográfico de la superficie interior de la espira que contiene la rotura.

En esta zona próxima a la rotura de la sección analizada, se detecta la presencia de pliegues e inclusiones (impurezas) en la superficie de la espira que contiene la rotura, con una extensión aproximada de 30 micras.

2.5 Medida de durezas Vickers.

Con el objeto de completar la caracterización del material respecto a la información aportada por el fabricante se han llevado a cabo medidas de dureza Vickers HV0,3 sobre la sección analizada por microscopía óptica según la norma UNE-EN ISO 6507-1:2006.

Los resultados de los ensayos se presentan en la tabla 4.

Tabla 4.- Resultados de dureza Vickers HV0,3.

Referencia	Dureza HV0,3	Dureza media HV0,3
Muelle espira fractura	692	691
	700	
	680	
Muelle espira adyacente	673	669
	671	
	664	

La dureza que presenta el material es coherente con el estado de tratamiento termomecánico que presenta el material del muelle.

3. COMPROBACIÓN DEL MUELLE A FATIGA

La comprobación analítica del muelle para las cargas de servicio actuantes ha sido llevada a cabo en forma complementaria al análisis de fallo propiamente dicho, a fin de corroborar que la rotura no se ha presentado como consecuencia de un error de diseño ó selección del componente.

El cálculo realizado abarca los siguientes aspectos:

- Determinación de los esfuerzos cortantes máximos que aparecen en muelles helicoidales de sección circular bajo carga uniaxial (en la dirección del eje del muelle).
- Determinación de la resistencia última a la cortadura y de la resistencia a fatiga por cortadura del material del muelle.
- Cálculo del coeficiente de seguridad para el diseño de muelle actual, considerando condiciones de fatiga y diseño a "vida infinita" según el modelo de Goodman.

3.1. Esfuerzos cortantes máximos

El esfuerzo cortante máximo ($\tau_{\max}$) que aparece sobre el alambre del muelle se calcula como suma de un esfuerzo cortante directo y un esfuerzo generado por el momento torsor que genera la propia fuerza axial [5]:

$$\tau_{\max} = \frac{4 \cdot F}{\pi \cdot d^2} + \frac{8 \cdot F \cdot D}{\pi \cdot d^3} \qquad (1)$$

donde F es la fuerza axial ejercida sobre el muelle, D es el diámetro medio y d es el diámetro de la espira o alambre. Definiendo el índice del resorte $C = D/d$, la ecuación anterior puede reordenarse de la siguiente manera:

$$\tau_{\max} = K_s \cdot \frac{8 \cdot F \cdot D}{\pi \cdot d^3} \qquad (2)$$

con $K_s = 1 + \frac{1}{2 \cdot C}$

donde K_s es lo que se denomina factor de corrección de esfuerzo cortante.

Cuando el muelle trabaja bajo cargas de fatiga, es necesario considerar además lo que se denomina efecto de curvatura [5], que se presenta como un sobre-esfuerzo concentrado en la cara interior del muelle. Ambas correcciones (esfuerzo cortante directo y efecto de curvatura) se integran en lo que se denomina factor de Wahl (K_w):

$$K_W = \frac{4 \cdot C - 1}{4 \cdot C - 4} + \frac{0{,}615}{C} \qquad (3)$$

En condiciones de fatiga, los esfuerzos pueden considerase como una suma de dos componentes, un esfuerzo de cortadura alternante τ_a y un esfuerzo de cortadura medio τ_m. El efecto de la curvatura sólo se aplica al esfuerzo de cortadura alternante, que es la componente que podrá generar fatiga [5].

$$\tau_a = K_W \cdot \frac{8 \cdot F_a \cdot D}{\pi \cdot d^3} \qquad \tau_m = K_S \cdot \frac{8 \cdot F_m \cdot D}{\pi \cdot d^3} \qquad (4)$$

donde F_a y F_m son las fuerzas alternante y media respectivamente y se calculan a través de las siguientes expresiones:

$$F_a = \frac{F_{máx} - F_{\min}}{2} \qquad F_m = \frac{F_{máx} + F_{\min}}{2} \qquad (5)$$

donde, según lo especificado en la tabla 3, F_{max} = 43 N y F_{min} = 26 N.

A partir de estas expresiones y los valores definidos en la tabla 1 se obtiene:

τ_a = 147,3 MPa y τ_m = 538,9 MPa

3.2. Resistencia última a la cortadura y resistencia a la cortadura a fatiga

La resistencia última a la cortadura S_{su} y la resistencia a fatiga por cortadura en ciclos de esfuerzos invertidos alternados S_{se} (resistencia a la fatiga en casos con esfuerzo cortante medio nulo) son factores de primordial importancia en el cálculo a fatiga de muelles. Ambos valores son dependientes del diámetro de la espira, y suelen estimarse a partir del valor de la resistencia última a tracción del material S_{tu}. Existen en la literatura diversos modelos de cálculo propuestos para la obtención de estos parámetros. En el presente estudio se ha empleado un modelo similar al propuesto en el *Spring Manual* de SAE [6], que ha demostrado funcionar en forma eficiente en numerosos casos. Este modelo está definido para una vida de 10 millones de ciclos, lo que se considera igual a un diseño para "vida infinita". La resistencia última del material a la cortadura S_{su} y la resistencia a fatiga por cortadura en ciclos de esfuerzos invertidos alternados S_{se} pueden calcularse según este modelo a partir de la resistencia última a la tracción S_{tu}, mediante las siguientes expresiones:

$$S_{su} = 0{,}5 \cdot S_{tu} \qquad (6)$$

$$S_{se} = 0{,}15 \cdot S_{tu} \qquad (7)$$

Considerando un valor de resistencia última a la tracción media S_{tu} de 2285 MPa (EN 10270-1), estimado a partir de los valores de dureza obtenidos en los ensayos experimentales, finalmente se obtiene

S_{su} = 1142.5 MPa y S_{se} = 342.75 MPa

3.3. Cálculo del coeficiente de seguridad a fatiga

Tal y como se mencionó anteriormente, el cálculo del coeficiente de seguridad se ha realizado sobre la base del modelo de Goodman [2,5,6,7], que es uno de los criterios más utilizados y reconocidos en el diseño de componentes a fatiga. Dicho criterio se expresa analíticamente mediante la siguiente expresión:

$$\frac{\tau_a}{S_{se}} + \frac{\tau_m}{S_{su}} = \frac{1}{n} \qquad (8)$$

Reemplazando en (8) y considerando los valores de resistencias S_{su} y S_{se} calculados en el apartado anterior se obtiene un coeficiente de seguridad n = 1,12 para el muelle analizado. Esto verifica que el muelle es adecuado para las condiciones de servicio definidas y los ciclos de funcionamiento estimados para el componente.

4. CONCLUSIONES

En base a los resultados de los análisis experimentales y cálculos analíticos llevados a cabo, se concluye que la rotura acaecida sobre el muelle está relacionada con un fallo de fabricación, siendo la consecuencia de la actuación de un mecanismo de fatiga mecánica cuyo inicio se relaciona con la presencia en la periferia del material de inclusiones y pliegues superficiales (concentradores de tensiones) en la superficie interior del muelle, posiblemente favorecido por el estado tensional derivado de la falta de alineación en la aplicación de la carga sobre el muelle respecto al eje axial del mismo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la colaboración del INSTITUTO DE CARBOQUÍMICA del CSIC de Zaragoza en la realización de la caracterización mediante microscopía electrónica.

REFERENCIAS

[1] ASM HANDBOOK. *Failure Analysis and Prevention*, vol 11, Metals Park (OH, USA):ASM International 2002.

[2] ASM HANDBOOK. *Fatigue and Fracture*, Vol. 19. Metals Park (OH, USA):ASM International 1996.

[3] ASM HANDBOOK. *Fractography* 9th ed, vol 12, Metals Park (OH, USA):ASM International 1992.

[4] ASM HANDBOOK. *Failure Analysis and Prevention* 9th ed, vol 11, Metals Park (OH, USA):ASM International 1992.

[5] *Diseño en Ingeniería Mecánica*, M. Shigley, Mc Graw Hill 1990.

[6] *Spring Design Manual*, SAE 1996.

[7] *Mechanical Metallurgy*, Cap. Fatigue of Metals, G.Dieter, Mc Graw Hill 1988.

APLICACIÓN DE LA MECÁNICA DE LA FRACTURA PARA OPTIMIZAR LA RELACIÓN DESGASTE – TENACIDAD EN HERRAMIENTA DE CORTE EN FRÍO DE ACEROS DE ALTA RESITENCIA

I. Picas[1], R. Hernández[1], D. Casellas[1], B. Casas[2], I. Valls[2]

[1] CTM Centre Tecnològic,
Avda de les Bases de Manresa 1,
08242 Manresa, España.
E-mail: ingrid.picas@ctm.com.es, ricardo.hernandez@ctm.com.es, daniel.casellas@ctm.com.es

[2] Rovalma S.A.,
Hèrcules 49,
08228 Terrassa, España.
E-mail: casas@rovalma.com, isaac@rovalma.com

RESUMEN

El presente trabajo es un ejemplo de la aplicación de la mecánica de la fractura para optimizar el comportamiento de los útiles en los procesos de corte y conformado de aceros de alta resistencia, 1500 MPa. Se estudia un conjunto de sectores de corte construidos a partir de dos aceros de herramienta pulvimetalúrgicos con diferentes niveles de dureza, y presentando distintas propiedades mecánicas y comportamientos a rotura. La operación de corte es simulada por elementos finitos, y los sectores son inspeccionados regularmente mediante técnicas de microscopia electrónica y perfilometría de contacto. Los resultados indican que ante las severas solicitaciones de este tipo de operaciones la baja tenacidad de las herramientas penaliza gravemente su rendimiento, siendo preferible el uso de aceros más tenaces aun y sacrificando ligeramente su resistencia al desgaste.

ABSTRACT

This paper is an example of the applicability of the fracture mechanics to optimize the tooling behaviour in forming operations of high strength steels, 1500 MPa. A set of cutting punches built of two powdermetallurgical steels brought to different hardness levels and showing distinct mechanical properties and fracture behaviours are here studied. The cutting operation is analyzed by means of finite elements simulation, and the punches are regularly inspected using electron microscopy and contact profilometry. The results indicate that under such extreme loading conditions the poor toughness lowers significantly the tooling performance. Thus, the use of tougher steels is preferred even if that leads to slight decreases in wear resistance.

PALABRAS CLAVE: Acero de herramienta, dureza, tenacidad.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) se han incorporado en el sector automovilístico para satisfacer las exigencias de los modelos más actuales: mayor seguridad en las pruebas de impacto y menor peso para conseguir una reducción del consumo y en consecuencia de la contaminación.

La elevada resistencia mecánica de los AHSS conlleva mayores presiones en las etapas de conformado, lo que se traduce en un desgaste mucho más acusado de los útiles, e incluso en su rotura prematura tras la fabricación de pocas piezas. Tradicionalmente se buscaban valores elevados de dureza para aumentar la resistencia al desgaste de los aceros de herramienta. Sin embargo esta estrategia deja de ser válida para el conformado de AHSS puesto que la relación de dureza y tenacidad debe ser optimizada para poder resistir el desgaste y las solicitaciones elevadas.

En este sentido, numeroso estudios tratan el comportamiento de los aceros de herramienta durante las operaciones de conformado de AHSS [1-3], relevando la importancia del diseño microestructural para aumentar su rendimiento [4]. La comprensión de los mecanismos de rotura en aceros convencionales (DIN 1.2379 o AISI D2) forma parte del trabajo de distintos autores [5-9], que establecen una relación directa entre el origen de fractura y las fases duras, o carburos primarios, embebidos en la matriz metálica e introducidos para incrementar la resistencia al desgaste de este tipo de aceros. En consecuencia, la relación entre el desgaste y la resistencia a la rotura de los aceros de

herramienta debe ser optimizada considerando las propiedades mecánicas que gobiernan ambos mecanismos: la dureza y la tenacidad de fractura de los carburos [10].

Con el fin de profundizar el conocimiento de la relación microestructura – propiedades mecánicas para optimizar el rendimiento de herramientas de conformado de aceros AHSS, el presente trabajo evalúa el comportamiento mecánico de sectores de corte en frío de un acero al boro de alta resistencia (1500 MPa) estampado en caliente. Se ha evaluado el uso de dos aceros trabajando bajo estrategias de corte distintas, y se ha determinado el estado tensional que reciben los útiles, para poder discutir los resultados utilizando conceptos de la mecánica de la fractura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se emplearon dos aceros de herramienta pulvimetalúrgicos para la construcción de los sectores de corte, un acero rápido: HS6-5-4 PM (o AISI M4) y un acero de trabajo en frío, HWS, desarrollado por ROVALMA S.A. La tabla 1 recoge la composición química de estos aceros.

Tabla 1. Composición química de los aceros empleados

% en peso	HS6-5-4 PM	HWS
C	1,30	0,90-1,20
Cr	4,25	6,50-8,50
V	4,10	2,50-3,00
Mo	4,75	-
W	5,40	1,10-1,40

Cada uno de los aceros se sometió a un tratamiento térmico para obtener la dureza deseada. En el HS6-5-4 PM se privilegió la dureza elevada de los sectores para aumentar su resistencia al desgaste, mientras que en el HWS se prevaleció una mayor tenacidad para incrementar la resistencia a la rotura. La tabla 2 presenta el detalle de los tratamientos realizados.

Tabla 2. Tratamiento térmico y dureza de los aceros empleados

Acero	Temple (30 min)	Revenido	Dureza, HRC
HS6-5-4 PM	1160 ºC	520 ºC 1 h, x3	63-64
HWS	1060 ºC	540 ºC 2 h, x2 + 560 ºC 2 h	59-60

Para la operación de corte se utilizaron retales extraídos de piezas de acero al boro estampadas en caliente, de 2 mm de espesor y con un recubrimiento de Al-Si de 30 a 50 µm de grosor, que evita la oxidación de la superficie durante la etapa de austenizado.

Se estudió la fractografía de los sectores mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) tras haber realizado 2500 y 5000 golpes con una tolerancia de corte de 0,05 mm (2,5 % del espesor de la chapa). Para disminuir los esfuerzos que actúan sobre el filo de corte, éste fue redondeado entre 0,1 y 0,2 mm. La figura 1 muestra el detalle del conjunto de sectores empleado para cada uno de los aceros de herramienta.

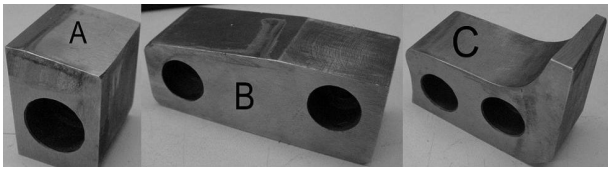


Figura 1. Sectores analizados para cada acero de herramienta: A y B punzones superiores y C inferior.

Se evaluó el desgaste en los útiles mediante perfilometría de contacto. Para ello, se midieron varios perfiles a lo largo del filo de corte de los sectores empleando una punta esférica de 0,5 mm de diámetro y un espaciado de 0,05 mm entre punto y punto medido. Así mismo, se efectuaron medidas de rugosidad en distintos perfiles sobre la cara lateral de los punzones. Las medidas se llevaron a cabo en las condiciones iniciales, después de 2500 y 5000 golpes, con una punta de radio 0,3 µm.

Las propiedades mecánicas de los aceros estudiados se evaluaron en términos de tenacidad de fractura, K_C, y umbral de propagación a fatiga, ΔK_{TH}. Los valores de K_C se determinaron mediante ensayos de flexión con probetas prefisuradas, siguiendo el procedimiento descrito en la norma ASTM E399. Los valores de ΔK_{TH} se obtuvieron para grietas grandes, nucleadas a partir de entallas y propagadas a fatiga bajo una relación de carga R = 0,1. El umbral se definió en los valores de ΔK para los cuales la velocidad de propagación de grietas era inferior a 10^{-12} m/ciclo. Los ensayos se realizaron con una máquina de fatiga por resonancia a temperatura ambiente.

3. SIMULACIÓN DE LA OPERACIÓN DE CORTE POR ELEMENTOS FINITOS

Se realizó un análisis mecánico de las herramientas de corte mediante simulación por elementos finitos, utilizando la formulación dinámica explicita del programa ABAQUS 6.8-1.

El sistema se modeló en tres dimensiones con ligeras simplificaciones geométricas, como se observa en la figura 2. Los sectores se mallaron utilizando elementos deformables con comportamiento elástico lineal (módulo de Young 210 GPa). El material de la chapa se definió en forma elastoplástica con un límite elástico de de 1150 MPa y una tensión máxima de rotura de 1500 MPa; dichos valores fueron obtenidos mediante ensayos experimentales de tracción.

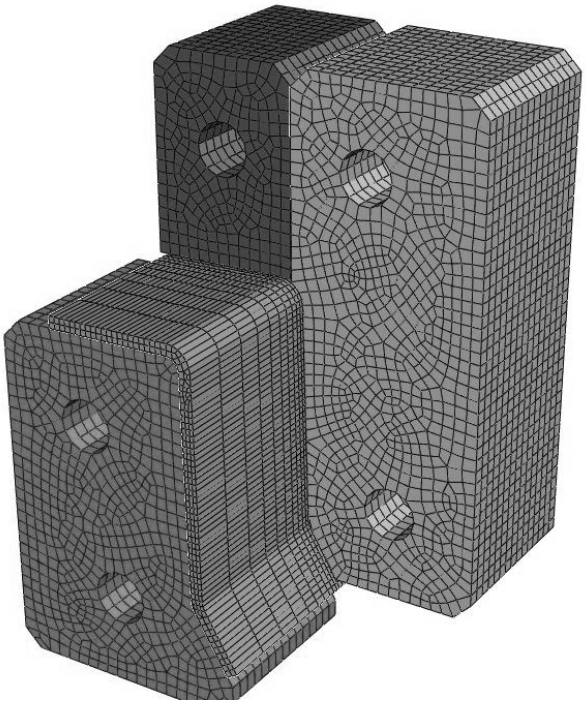


Figura 2. Modelo 3D del sistema de corte.

Se asumió que superado el 30% de deformación equivalente los elementos de la chapa pierden su rigidez y son eliminados de la malla. Las condiciones de contorno se aplicaron mediante el control de desplazamiento en los agujeros de sujeción de las herramientas; y la acción del pisador fue reemplazada por una presión constante de 200 MPa. La condición de contacto se solucionó utilizando un método cinemático con un coeficiente de fricción de 0,15.

4. RESULTADOS Y DISCUSSIÓN

Los resultados de la simulación permitieron determinar la distribución de tensiones equivalentes de Von Mises en los útiles. La figura 3 representa los valores máximos de tensión registrada durante la operación de corte. Se observa que en las zonas más solicitadas la tensión supera los 2500 MPa, básicamente en la esquina del punzón superior B y en algunas zonas a lo largo del A.

Precisamente en estas zonas se aprecia la rotura de las herramientas, como muestran las figuras 4 y 5 respectivamente. Los valores de tensión son inferiores a la resistencia de rotura del acero de herramienta, entre 3500 y 4500 MPa [4], pero son elevados y pueden fácilmente conducir a roturas por fatiga si las cargas se aplican cíclicamente, como ocurre en las herramientas de corte.

Las tensiones elevadas que caracterizan este tipo de operaciones precisan el uso de herramientas especialmente tenaces para alcanzar un mayor número de ciclos sin roturas, como es el caso de las de HWS. Para tenacidades inferiores se producen roturas que provocan el fallo prematuro de las herramientas tras haber realizado pocos ciclos de corte, como es el caso de las de HS6-5-4 PM.

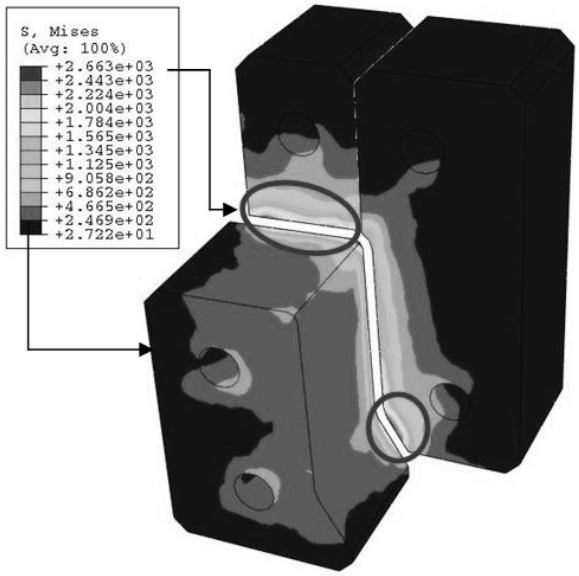


Figura 3. Valores máximos de tensión equivalente de Von Mises registrados en cada elemento durante un golpe de la operación de corte.

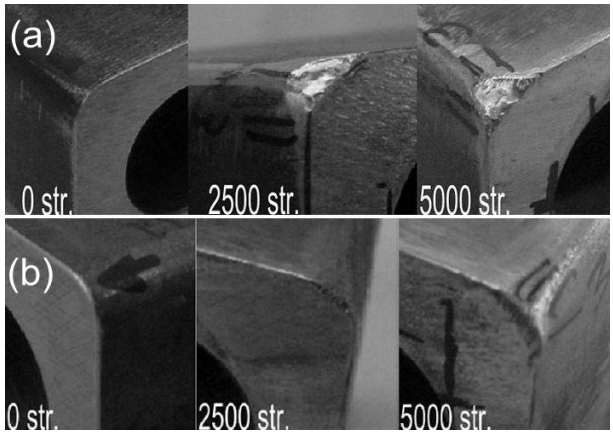


Figura 4. Esquina del punzón superior B al inicio, tras 2500 y 5000 golpes: (a) HS6-5-4 PM, (b) HWS.

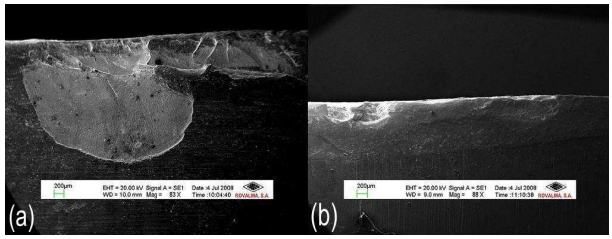


Figura 5. Rotura en el filo de corte del punzón superior A después de 5000 golpes: (a) HS6-5-4 PM, (b) HWS

Como puede apreciarse en las figuras 6a y 6b, los valores de tenacidad de fractura, K_C, y de umbral de propagación, ΔK_{TH}, guardan relaciones inversas respecto a la dureza del material: cuanto más dureza menos tenacidad, y viceversa. Así, desde el punto de

vista de la resistencia a la rotura, la estrategia que dota a las herramientas de HS6-5-4 PM de durezas elevadas propicia el fallo al cabo de pocos ciclos. Por el contrario, la mayor tenacidad de las de HWS permite aumentar su rendimiento frente las grandes solicitaciones mecánicas del corte.

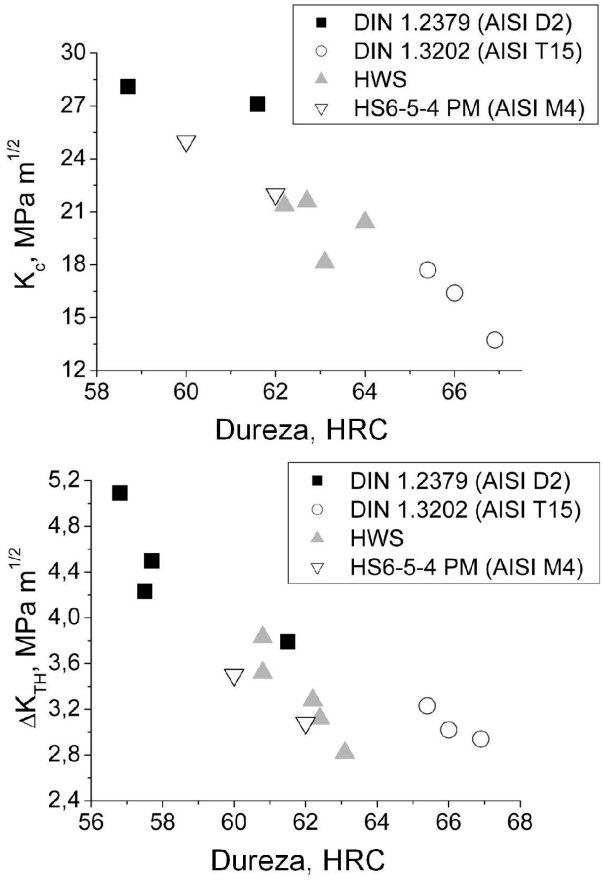


Figura 6. (a) Tenacidad de fractura, K_C, y (b) umbral de propagación a fatiga, ΔK_{TH}, en función de la dureza para distintos aceros de herramienta: un acero convencional DIN 1.2379, un acero rápido DIN 1.3202 y los dos aceros utilizados en las pruebas.

Sin embargo, las herramientas de corte en frío se ven sometidas a condiciones extremas también des del punto de vista del desgaste, y en este caso utilizar una dureza elevada es una estrategia para minimizarlo.

El desgaste del filo de corte de los punzones de mayor dureza, HS6-5-4 PM, es inferior que en los de HWS, de dureza menor. En la figura 7 puede comprobarse que los perfiles de HWS han sufrido mayor desgaste, tal y como muestran también las imágenes fractográficas de MEB.

Cabe considerar que debido a la gran afinidad entre el acero de herramienta y el recubrimiento de la chapa, la superficie de los sectores sufre un importante desgaste adhesivo. La figura 8 representa los valores de altura máxima de rugosidad, R_t, a lo largo de diferentes perfiles del punzón superior B tras 2500 y 5000 golpes.

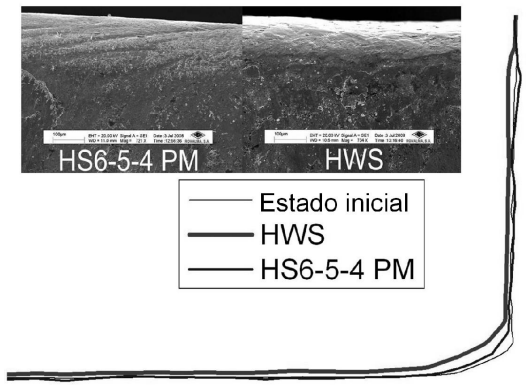


Figura 7. Perfiles del filo de corte del sector B en el estadio inicial y tras 5000 golpes en para los aceros HS6-5-4 PM y HWS. Fractografía de los mismos.

Al cabo de 2500 golpes, no se aprecian diferencias significativas entre los valores de R_t de los sectores de HS6-5-4 PM y HWS; además, se observan tendencias similares en lo que concierne las zonas del punzón que presentan mayores rugosidades, por ejemplo en los perfiles 3, 6, 7 y 8. Tras 5000 golpes, las diferencias son ya más acentuadas en cuanto a los valores de R_t y no se pueden distinguir tendencias en cuanto zonas presentando mayor rugosidad, sino que la evolución de R_t en los punzones parece poco predecible y no comparable entre los dos aceros.

Tanto en los punzones HS6-5-4 PM como HWS se observan zonas donde el valor de R_t es inferior al encontrado a 2500 ciclos, lo que significa que el material que pudo haberse pegado durante los ciclos anteriores ha saltado y producido desgaste en la herramienta, mecanismo bien conocido para el desgaste adhesivo, como es el caso de los perfiles 3, 4, 6, 7 y 11 en el HS6-5-4 PM y los 3, 8, 9 y 11 en el HWS. Sin embargo, pueden observarse zonas donde R_t presenta un aumento considerable, indicando que la acumulación de material continua teniendo lugar, y quizás de forma más importante, en la superficie de los sectores. Es el caso de los perfiles 8 y 9 en HS6-5-4 PM y 5, 6 y 7 en HWS. Los dos mecanismos tienen lugar paralelamente a medida que aumenta el tiempo de servicio de los útiles.

Bajo un acabado superficial equivalente, el material se adhiere preferentemente en unas zonas o en otras por la misma geometría del corte, y de forma indistinta en ambos aceros. Al aumentar el número de ciclos, la superficie de las herramientas pierde integridad y se va deteriorando debido al desgaste y roturas en el filo de corte, de manera que en las zonas donde va generándose este daño se propicia la acumulación de material procedente de la chapa. Así se explican las diferencias que van apareciendo en la rugosidad de las herramientas de ambos aceros a medida que van realizando golpes, ya que cada una padece el daño de una forma distinta. Si bien parten de estados iniciales similares, por un lado la mayor dureza de la de HS6-5-4 PM la dota de una mayor resistencia al desgaste y en consecuencia su estado superficial es mejor que las de HWS, donde la

dureza inferior propicia el mayor deterioro de la superficie, y facilita la adhesión del material de chapa.

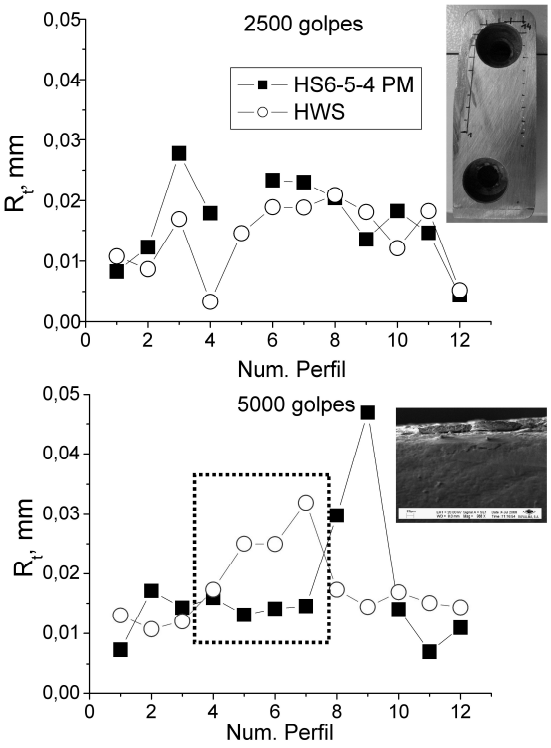


Figura 8. Valores de R_t a lo largo de diferentes perfiles del punzón superior B tras 2500 y 5000 golpes. Detalle de material pegado en el filo de corte del mismo punzón.

La fractografía de los sectores de corte en la zona delimitada por los perfiles 4 – 7 de la figura 8 reveló la existencia de grietas y roturas en la superficie de los punzones que, sin embargo, no se explica por los esfuerzos generados en los útiles sino que se atribuye a contactos matriz – punzón. El contacto entre útiles puede originar defectos superficiales e introducir localmente esfuerzos de tracción responsables de la nucleación, y consecuente propagación de fisuras perpendicularmente a la superficie. La figura 9 presenta un ejemplo del daño observado a lo largo del filo de corte del punzón superior B.

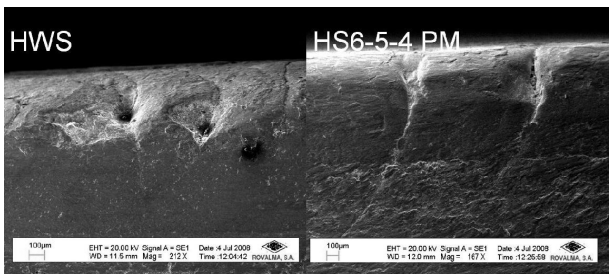


Figura 9. Roturas en el filo de corte de los punzones. Nucleación de grietas.

La elevada dureza de los aceros de herramienta para trabajo en frío explica que bajo ciertas condiciones, su comportamiento sea similar al de los materiales cerámicos. En este sentido, la nucleación y propagación de fisuras a partir de defectos superficiales sometidos a compresiones cíclicas se puede comparar al mecanismo para el cual en materiales cerámicos, se induce una fisura inicial y se estudia su crecimiento estable por ensayos de compresión por fatiga con probetas entalladas.

Al aplicar cargas de compresión a un material cerámico se producen deformaciones que conducen a tensiones residuales de tracción. Estas tracciones residuales pueden superar con facilidad la resistencia a tracción del material, lo que generará una fisura de modo I después de la descarga. Una vez iniciada una fisura de fatiga de modo I la velocidad de crecimiento dependerá de varios factores: el agotamiento de las tensiones residuales creadas en el primer ciclo de compresión, formación de partículas de material descohesionadas por contacto repetitivo entre las caras de la grieta, generación de nuevas tensiones residuales en los siguientes ciclos de compresión y el cierre de la grieta debido al aumento de su longitud [11].

De forma parecida a la de las cerámicas, la nucleación y propagación de fisuras puede tener lugar en las herramientas a partir del daño generado por el contacto entre los útiles. Éste es favorecido por las vibraciones generadas en la liberación de tensiones, que de forma rápida y brusca, tiene lugar después del corte de chapa de aceros de tan alta resistencia.

Gracias al carácter dinámico de la simulación de la operación de corte por elementos finitos, se ha realizado un análisis de los desplazamientos del filo de corte de los sectores. Los resultados obtenidos indican que en algunas zonas, la deformación de los punzones durante la compresión de la chapa desplaza el filo generando vibraciones en la dirección de la tolerancia de amplitudes hasta 0,03 mm. A éstos cabe añadirles que en las zonas en la superficie de los punzones donde se encuentren restos de material pegado la disminución de la separación entre los útiles será aun más destacada.

La figura 10 presenta la relación entre el número de fisuras generadas por contactos y su longitud, en el caso del punzón superior B de ambos aceros de herramienta. Se observa un mayor número de fisuras en el acero HWS que en el HS6-5-4 PM, pero las de éste último son hasta tres veces más largas que las del primero. Este fenómeno se explica por la mayor altura del material pegado en el punzón de HWS en esta zona (ver recuadro en figura 8), que se traduce en una mayor probabilidad de contacto con la matriz, a diferencia de las de HS6-5-4 PM. Sin embargo, la mayor tenacidad y resistencia a la propagación de fisuras del acero HWS (ver figura 6a y b) explica que éstas sean de longitudes inferiores a las del HS6-5-4 PM.

A partir de los estudios fractográficos y de simulación por elementos finitos se pueden definir los parámetros de corte más adecuados para este tipo de operaciones, entre los cuales destaca la tolerancia de corte necesaria para evitar los contactos entre útiles. Teniendo en cuenta los desplazamientos debidos a vibraciones de punzones superiores e inferiores (0,03 mm en cada caso) y la presencia de material pegado (un máximo de 0,05 mm en cada uno), se precisa un mínimo de 0,16 mm, o un 8 % de tolerancia con respeto al espesor de la chapa. Así, para garantizar el buen funcionamiento de los útiles las tolerancias de corte deberían encontrarse siempre por encima de los 0,16 mm.

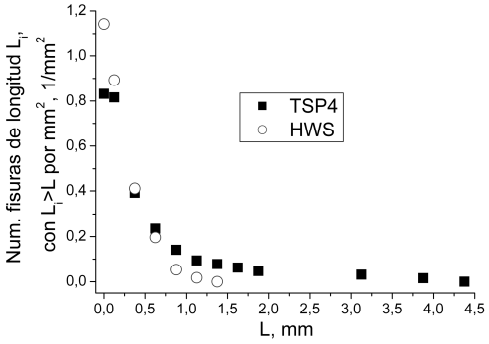


Figura 10. Relación entre el número de fisuras por mm^2 y la longitud de éstas para cada uno de los aceros.

5. CONCLUSIONES

Las solicitaciones extremas que reciben las herramientas de corte de AHSS requieren el uso de aceros de alta tenacidad para resistir las cargas elevadas, pero a su vez deben mantener los valores de dureza para garantizar la integridad ante el desgaste. Los punzones de HS6-5-4 PM presentan un buen comportamiento ante el desgaste, pero la falta de tenacidad provoca roturas catastróficas al cabo de bajos números de ciclos. En cambio, los de HWS son especialmente tenaces y de una resistencia al desgaste suficiente para conseguir alargar la vida hasta mayores números de ciclos, aumentando así su rendimiento. Los resultados de este trabajo han permitido optimizar los parámetros del proceso de corte, donde destacan la relación dureza – tenacidad de los punzones y las tolerancias de corte.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Industria, Turismo y Comercio de España por la financiación del proyecto CENIT-Forma0 al cual se circunscribe este trabajo. Los autores agradecen el trabajo y soporte de todos los miembros del consorcio, liderado por SEAT.

REFERENCIAS

[1] R. Hernández,, M.D. Riera, D. Casellas, I. Valls, *Tool steel selection in cold forming of high strength steels based on the stress distribution in tools*, J. Fekete, I. Garcia, J. Speer y M. Walp eds.,, *MS&T 2007: AUTOMOTIVE: Advanced High Strength and other Specialty Steel Products for the Automotive Industry,* Detroit (2007), pp. 235-243.

[2] I. Picas, D. Casellas, A. Llobet, R. Hernández, M.D. Riera, I. Valls, B. Casas, *Mechanical performance of tools in cold forming high strength steels*, Association for Iron & Steel Technology, *New Developments in Advanced High Strength Sheet Steels*, Orlando (2008), pp. 391-400.

[3] I. Picas, R. Hernández, D. Casellas, B. Casas, I. Valls, *Tool performance in cutting of hot stamped steels*,K. Steinhoff, M. Oldenburg, B. Prakash eds., *Hot Sheet Metal Forming of High Performance Steel*, Kassel (2008), pp. 179-189.

[4] D. Casellas, I. Picas, A. Goez, Y. Torres, L. Llanes, B. Casas, I. Valls, *Microstructural effects on the fatigue resistance of cold work tool steels for shaping AHSS*, Association for Iron & Steel Technology *New Developments in Advanced High Strength Sheet Steels*, Orlando (2008), pp. 401-408.

[5] Shiozawa, K., Morii, Y., Nishino, S., "Subsurface Initiaton and Propagation Mechanism under the Super-Long Fatigue Regime for High Speed Tool Steel (JIS SKH51) by Fracture Surface Topographic Analysis", *JSME International Journal*, Vol. 49, No. 1, 2006, pp. 1-10.

[6] Shiozawa, K., Lu, L., Ishihara, S., "S-N Curve Characteristics and Subsurface Crack Initiation Behaviour in Ultra-Long Life Fatigue of a High Carbon-Chromium Bearing Steel", *Fatigue Fract. Enging. Mater. Struct.,* Vol. 24, 2001, pp. 781-790.

[7] Shiozawa, K., Morii, Y., Nishino, S., Lu, L., "Subsurface Crack Initiation and Propagation Mechanism in High-Strength Steel in a very High Cycle Fatigue Regime", *International Journal of Fatigue,* Vol. 28, 2006, pp. 1521-1532.

[8] Sohar, C.R., Betzwar-Kotas, A., Gierl, C., Weiss, B., Danninger, H., "Fractographic Evaluation of Gigacycle Fatigue Crack Nucleation and Propagation of a High Cr Alloyed Cold Work Tool Steel", *International Journal of Fatigue,* Vol. 30, 2008, pp. 2191-2199.

[9] Sohar, C.R., Betzwar-Kotas, A., Gierl, C., Weiss, B., Danninger, H., "Gigacycle Fatigue Behaviour of a High Cr Alloyed Cold Work Tool Steel", *International Journal of Fatigue,* Vol. 30, 2008, pp. 1137-1149.

[10] Casellas, D., Caro, J., Molas, S., Prado, J.M., Valls, I., "Fracture Toughness of Carbides in Tool Steels Evaluated by Nanoindentation", *Acta Materialia*, Vol. 55, Issue 13, pp. 4277-4286.

[11] Suresh, *Fatigue of Materials*, Cambridge University Press, U.K, (1991).

DEALING WITH CRISIS – SOLVING ENGINEERING FAILURES IN FORMULA 1 MOTOR RACING.

Gary Savage,
Honda Racing F1 Team

ABSTRACT

Since the early 1990s the design and operation of Formula 1 racing cars has moved from the traditional empirical approach to one which is far more numerical, particularly with the introduction of finite element stress analysis codes, computer simulation, control and monitoring systems. The difference between the quickest and slowest cars on an F1 circuit is around 1.5 seconds in an average lap time of 80-90seconds, only 1.2%. In the level below (GP2) the difference is 4-6% yet they all have essentially the same car! The sport has therefore developed into a "technology war" as the teams search for the "unfair advantage" with which to defeat their opponents. Much of the chassis technology is derived from or similar to that in the aerospace industry due to their similarity of purpose, their designs being both weight and stiffness critical. Approximately 80% of the testing of a modern Formula 1 car takes place in the laboratory either on test rigs or virtually via computer simulation. The pace of development within the sport is breathtaking; if a car were to win the first race and not be upgraded, by the end of the season it would not only be last, it would be lapped! The car which is last on the grid at the first race of a new season would be of adequate performance to have been on pole position and won the last race of the previous season. Although the performance difference between the whole grid is only 1.2%, we must add on average 1% of performance per race just to stand still. This is best summed up in a single statement; "If I would have had this year's car last year I would have won every race!" Successful teams must therefore embrace the very latest technology and use it in highly stressed situations. Driven by the intense pressure of competition, our ability to build and operate systems sometimes runs in advance of our ability to fully understand them. We operate a "zero defects" total quality management (TQM) process throughout the team, enabling full traceability from raw materials through to obsolescence using our ERP. Parts are required to be managed and conformance guaranteed throughout their life wherever they are in the world and under whatever service conditions. Processes and procedures are put in place which to the best of our skill and ability, prevent failure. Sometimes however things do go wrong. Under such circumstances there must be a robust process which is quickly implemented to solve the problem and affect a solution. This process will be illustrated with worked examples.

1. INTRODUCTION

The Formula 1 racing season runs from March until October every year. The teams involved generally release a complete new car in late January/early February, followed by an intense period of winter testing. During the season something of the order of 75% of the vehicle's components will be changed or modified in some way in order to improve its performance and reliability throughout the season. This continual development is the key to success. As a consequence there is a need to establish rapid confidence in new designs which can only be achieved by improving the overall effectiveness of the design and development cycle. Track time is extremely limited and expensive. It is important therefore that the time spent at the circuit is concentrated on performance. Formula One is a very low-volume application. Teams produce limited quantities of small, highly complex parts. Many of the cars' components and assemblies are very highly stressed necessitating the highest quality manufacturing processes and technologies. Similarly the frantic need to develop performance means that time is the primary enemy of the team. Metallic components and the master patterns for composite parts are milled and turned directly from CAD data (1) (Figures 1 & 2).

It is worth remembering that methods and materials used are not the major cost prohibitor despite a commonly held misconception that F1 relies on "exotic" technology with no application to the "real world" Carbon fibre which makes up the majority of the cars' chassis (2) is now a common material in aircraft, wind turbines and sporting goods for example (Figure 3). 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. Within our team 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 laboratory tested both destructively and non-destructively, with individual components and sub-assemblies being subjected to simulated loads of an entire season's racing.

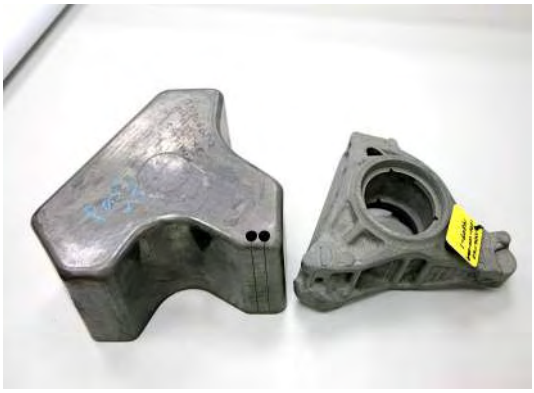


Figure 1: *Suspension "upright" machined from solid.*

Figure 2: *Machining a composite pattern.*

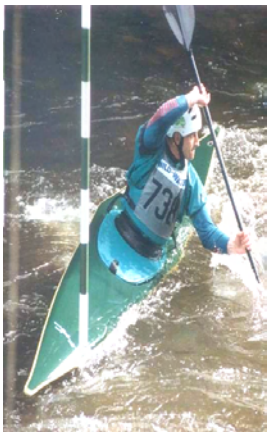


Figure 3: *Composite competition kayaks and paddles.*

Components are also "condition monitored" (mechanically and non-destructively tested) every 2750km 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 ant irregularities during NDT examination. All of the data is stored and continually updated using the team's ERP system which covers all aspects of operations (3).

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. Nevertheless, the nature of the sport with development driven by intense competition means there is a tendency for our ability to produce parts to run ahead of ability to fully understand them. Despite all of the processes put in place to guarantee the safety and quality of the cars, there will always be a finite probability of failure. What the systems do is continually reduce that probability within an acceptable and manageable level and enable us to correct faults quickly and professionally when they do occur.

2. TESTING AND VERIFICATION FOR THE CIRCUIT

One aims to have completed all of the durability testing and the majority of the optimisation of new developments before they leave the factory. The latest Computer Aided Design (CAD) systems have the facility for rapid structural analysis but make many assumptions on a complex structure. The accuracy of the process from conceptual design to final component must therefore be thoroughly verified. Consequently more and more data is required, concerning for example spring rates, damper performance and suspension stiffness etc., all of which must be measured. The development of accurate and repeatable testing techniques is thus critically important to the acceleration of the validation process.

The purpose of the laboratory testing includes evaluation of new cars and components, and the collection of data to aid future design and race set-ups. It should always be remembered that however accurate the testing, it is only a simplistic model of what is actually occurring and the final validation will always be the performance on the circuit. Despite that, laboratory testing offers a number of significant advantages over track testing. During the development of aircraft 90% of flight testing is now out under laboratory and computer simulation conditions and Formula 1 has, over the last decade or so, followed the same route. Apart from the initial capital investment laboratory testing is relatively cheap. The operation may be carried out in complete secrecy and, of course, is not subject to the weather. However proficient a test driver, his work will never be 100% reproducible unlike a test rig. Most importantly, the laboratory test allows a far greater level of safety especially when testing new components whose failure on the track could have catastrophic results. The use of computers and digital electronics enables the single and multi axial testing of the various constituents of the car and the efficient transfer of data (4).

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;

Design load = calculated load x safety factor .

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 4). 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 rigs (5) the team use for this purpose may achieve speeds equivalent to the car operating at 6000kmh^{-1} (figure 5).

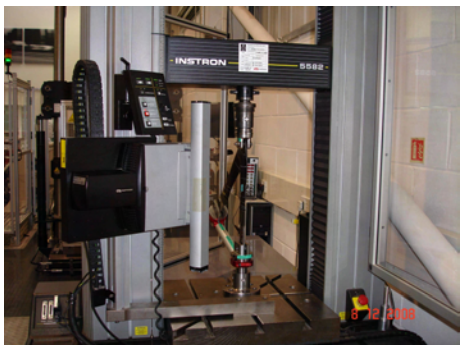


Figure 4: *Single axis proof test.*

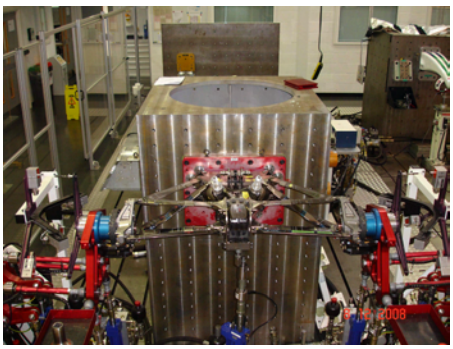


Figure 5: *Multi-axis durability test.*

3. PRODUCTION CONSIDERATIONS

One of the drawbacks of Formula 1 manufacturing is that parts are generally produced in short runs by inefficient multi-step batch processing. The performance dominated nature of the business and the demands of time are such that it is very difficult to introduce the sort of efficiency drives that are commonplace in "mainstream" engineering. In terms of quality however this is a positive boon in that it is more than feasible to 100% inspect components not only when finished, but at every stage in the production where value is added. The TQM process also allows each of these operations and checks to be documented and stored. Composite structures for example may be analysed using techniques such as DSC and DMA (Figure 6) (6) when they enter the building as prepreg raw material (7), after cure and during the various assembly stages using adhesives (8) in order ensure quality. Similarly, a whole series of NDT evaluation may be carried out at each production step (Figures 7 & 8).

Figure 6: *DSC and DMA instruments.*

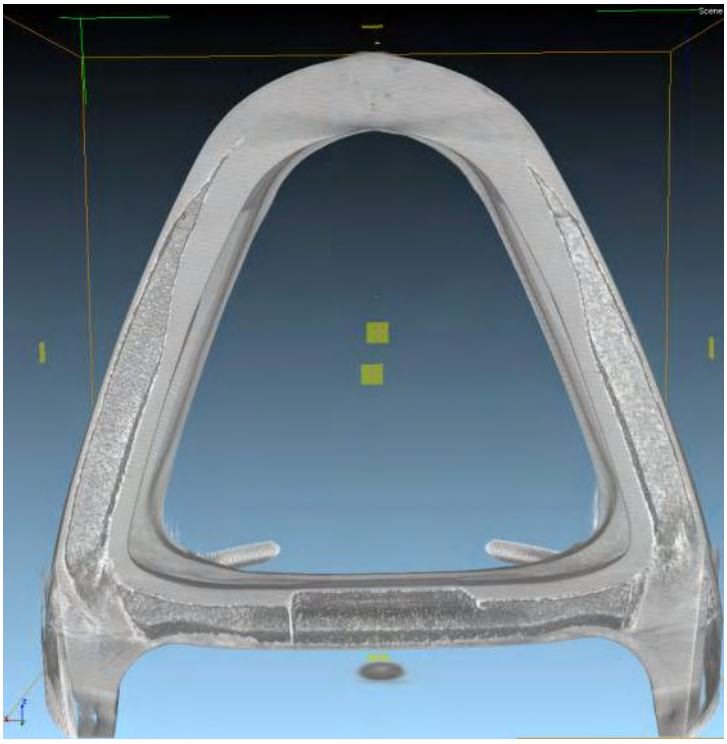


Figure 7: *X-ray NDT.*

Figure 8: *Ultra-sonic NDT.*

In-service component failure represents the most serious problem we can possibly encounter in the running of the race and test cars. Aside from the obvious concerns of driver safety and effects on operational logistics, its implications may also be manifest in the need to redesign and replace broken parts. The "lifing" process operated by the team seeks to provide a system to ensure, to the best of our skill and ability, the total quality management of all Class A components on the cars in order to maximize safety and reliability. A Class A component is defined as one that should it fail would cause the driver to lose control of the vehicle. All of those components subjected to statutory FIA safety tests (9) and requirements are also defined in the Class A category. "Lifed" parts are those components whose integrity is deemed critical to the safety and/or operation of the car. These parts must be fully condition monitored through the entirety of their service history and their service life limited to that which can be guaranteed through calculation and testing.

The TQM process operated by the team for such pieces is:-

1. All aspects of manufacture and exploitation must be fully traceable (a process known as "lifing").
2. A representative sample of parts must be fully tested in the laboratory in order to prove that they meet design criteria for load bearing and other properties.
3. A representative sample of parts must be fully tested in the laboratory in order to prove that they are capable of surviving a simulation of a season's operation without deterioration in any way.
4. A car set of parts must complete a minimum of 1000km of trouble free operation on a test car.
5. Following a service interval of 2750km (an arbitrary figure chosen to approximate to 2 tests or 3 races) parts must be returned to the factory for full proof and NDT inspection.
6. Only those components that show no deterioration may be returned to service.

TQM procedures are developed during the prototyping phase of a new component or subassembly. They tend to be periodically modified and improved as the technology develops, newer more specialised applications are introduced and through feedback from operators. It is important understand the concept of a "process" in this context: A process is a series of operations which is developed such that it represents the "best practice" for the task involved. It will therefore have no end (unlike a programme or project) since it will constantly evolve along with the technology. The consequence of this integration of all aspects of laboratory, manufacturing and exploitation into a single TQM system has been a reduction of service failures to a very low level despite an ongoing process of weight reduction (and corresponding increase in stress) and the scrapping of parts to almost zero (3).

4. PROCEDURE FOR THE INVESTIGATION OF COMPONENT FAILURES DURING SERVICE

Over recent years we have gone to great lengths to introduce and develop the "Class A Parts System" in order to enhance the reliability and safety of Honda race cars. Whilst this process minimizes the probability of mechanical failure, it does not and indeed cannot, reduce that probability to zero. It is paramount therefore that should any component failures occur; they are properly investigated so that the appropriate action can be taken.

All failed components are reported immediately to the Operations Director (responsible for production, and quality) and Deputy Technical Director (responsible for design) by the Chief Engineer (head of track operations). It is important that the chain of command is well defined and properly enforced. In these days of instant access to various forms of Information Technology it is too easy for "well meaning individuals" to convey a fraction of the story in the wrong quarters thus blurring the investigation and delaying the solution. The report must include not only parts that have obviously failed, but also those destroyed in "racing incidents" and crashes due to driver error etc in order that it can be confirmed that damage was a consequence of the incident and not a cause and so that replacement parts can be sanctioned.

The chief track engineer is required to e-mail a written account of the events leading up to the failure and any subsequent findings ASAP, to include:-

- Date
- Venue
- Function (race/test etc.)
- Climatic conditions
- Action of the car at the time
- Consequences (large shunt, car ground to a halt, caused major assembly to fail etc.)
- As many photographs as possible of the offending items and subsequent damage.
- Any other details deemed important.

Of paramount concern is a true and proper account of the event, concentrating purely on the facts, refraining from any conjecture, which could prejudice the investigation. This is true in any failure investigation but must be particularly emphasised in highly visible pressurised situations such as Formula 1. Where possible the damaged components should be left in-situ so that they can be subsequently dismantled in the laboratory. In situations where this is not possible, the broken parts and those intimately attached are carefully removed without interfering with any of the evidence. All broken parts are returned ASAP to the Team Operations Centre to enable a full investigation. Components that are found to be damaged or defective during assembly or routine checking at the factory are also referred to R&D (by the appropriate head of department) and the Operations Director and Deputy Technical Director briefed on the situation.

It is the responsibility of the Operations Director to identify the fault, instigate a "tactical" repair where possible and brief the Deputy Technical Director to enable him to instigate a long term solution. Any modifications and recommendations etc. will be communicated to those involved once the investigation has been concluded. The responsibility of the Deputy Technical Director and his design team is to implement a "strategic" long term solution and see that is quickly communicated to all concerned. Any redesigns to components are documented and executed via the ERP system. The quality of an F1 team and its processes ensure that failures seldom occur and when they do they are not due to poor design and manufacture but rather some unforeseen issue. The TQM system allows us to very quickly home in on the problems which are generally easily rectified.

5. CRACKED HYDRAULIC MANIFOLD

The hydraulic system on the car controls many of its functions such as gear change, clutch and steering for example. If it fails then the car stops, essentially it "dies". During winter testing prior to the 2008 season a leak developed in the system (Figures 9 & 10). Failure occurred due to a fatigue crack developing in the hydraulic manifold at the feeding joint boss, stopping the car on the circuit (Figures 11 & 12). The crack initiation point was the root of the final engaged thread. There was no obvious surface damage or material defects observed at crack initiation and the material analysis satisfied all of the team's specifications. Ordinarily in such a situation one would suggest strengthening the component by redesigning with increased material in the offending area The incident occurred however after only 1293km of

running despite an identical component having run in excess of 6000 simulated km on the powertain system (PTS) dyno (Figure 13). The PTS dyno is able to simulate the running of the car at any circuit, under any weather conditions, even race starts, pit lane simulations, safety car procedures and spin turns. It was concluded therefore that the crack was initiated by bending overstress due to vibration which was found to be different between car and dyno. The elastomeric mounts used to damp the vibration between manifold and engine were changed and the problem was solved.

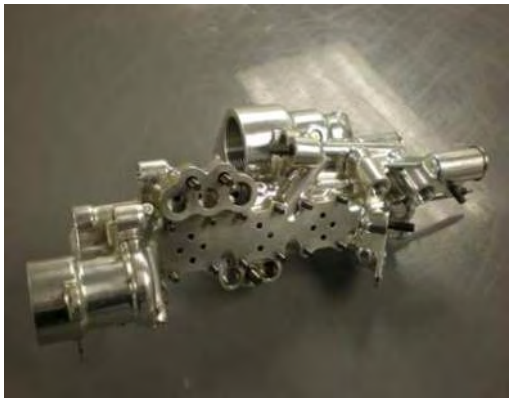


Figure 9: *Hydraulic manifold.*

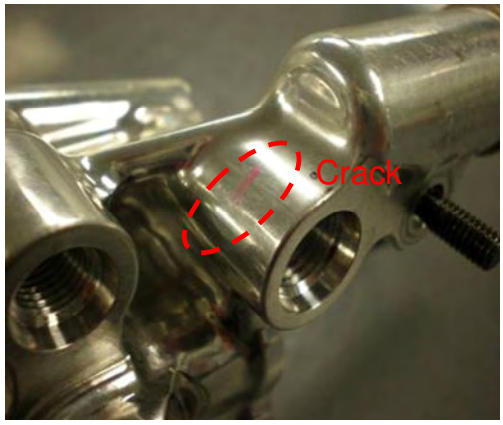


Figure 10: *Location of crack.*

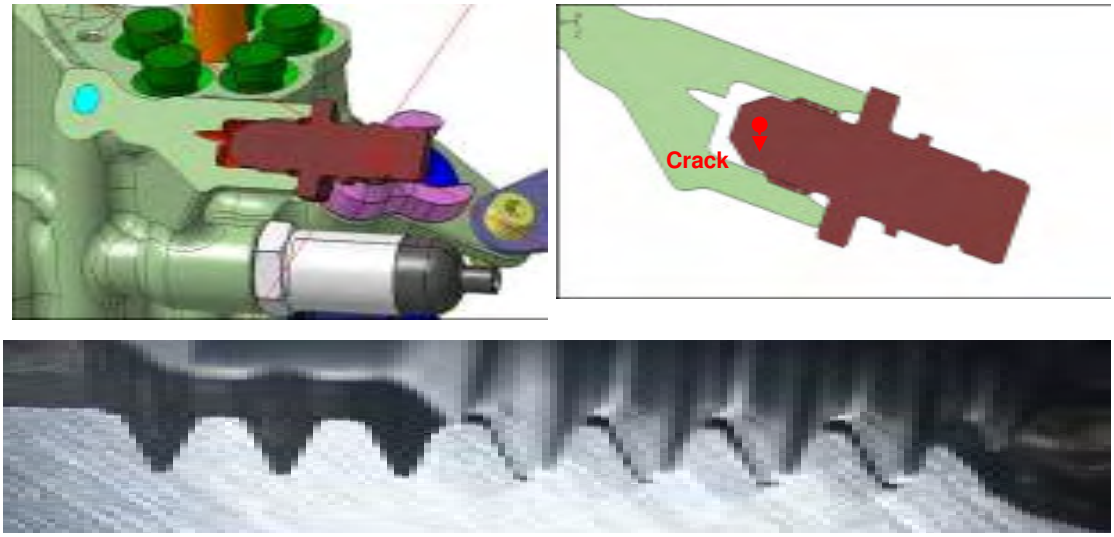


Figure 11: *Crack detail.*

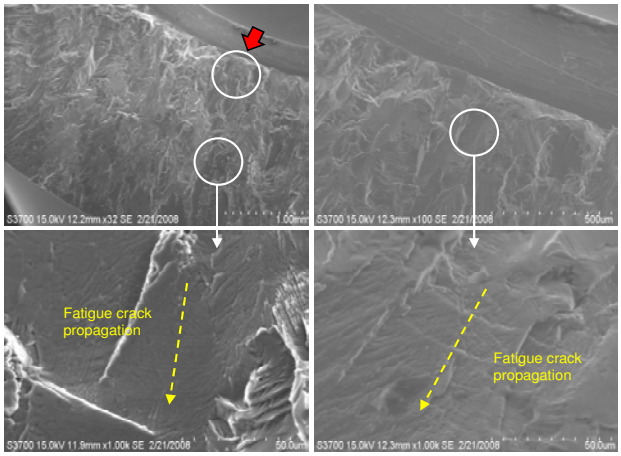


Figure 12: *SEM examination of crack in hydraulic manifold.*

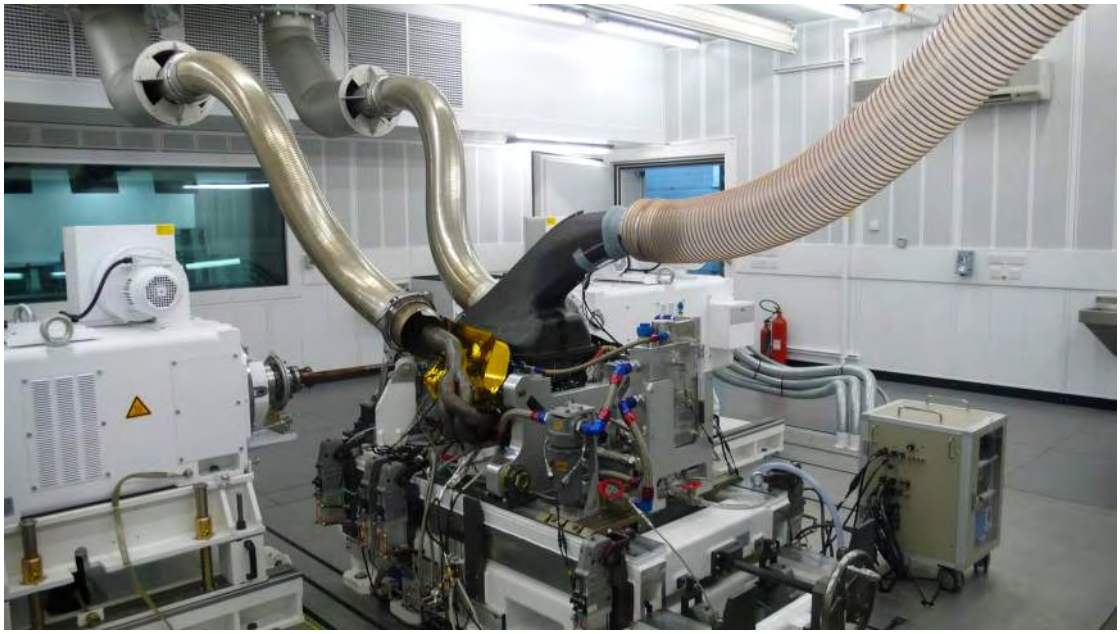


Figure 13: *PTS Dyno.*

6. BROKEN REAR RACK ROD

During practice for the 2008 British Grand Prix one of the team's drivers detected a problem with the handling of his car and returned to the pits.. An examination revealed that one of the rear track rods on the car had broken (Figure 14). A report was immediately filed to the Operations Centre and an investigation begun. X-ray, optical and electron microscopy found no evidence indicating the component to be defective in any way (Figure 15). Mechanical proof tests and NDT on all other components of the same type were found to be defect free and within specification (Figure 16). Failure was found to have occurred due to a single tensile overload. Analysis of track data showed that the high frequency/low amplitude vibration loads resulting from riding kerbs with "rumble strips" which had recently been added to the circuit could generate loads beyond those for which the track rods were designed (20% higher). A short term solution was to apply a reinforcing patch increasing the tensile strength of the component by 32% (Figure 17). The longer term solution was a redesign of the component to make it 60% stronger (Figure 18).

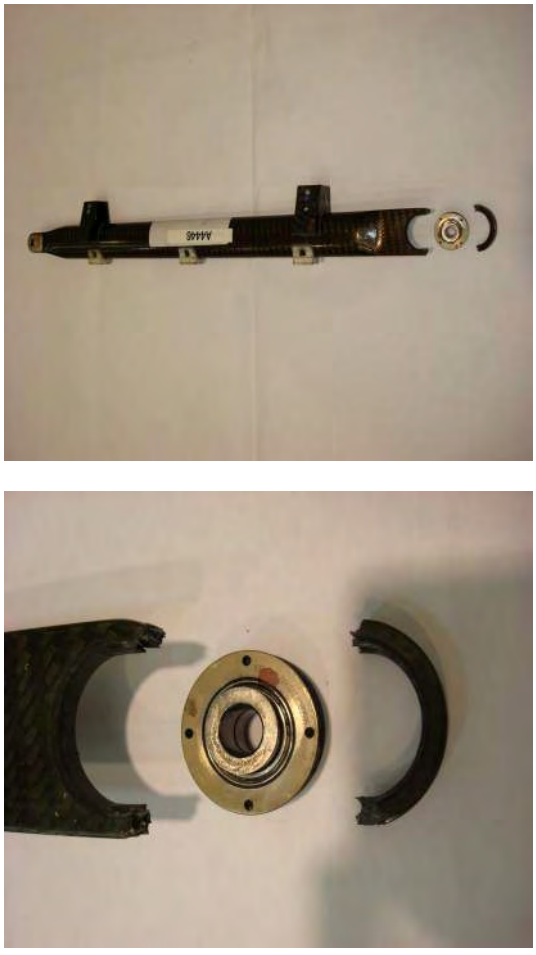


Figure 14: *Broken rear track rod.*

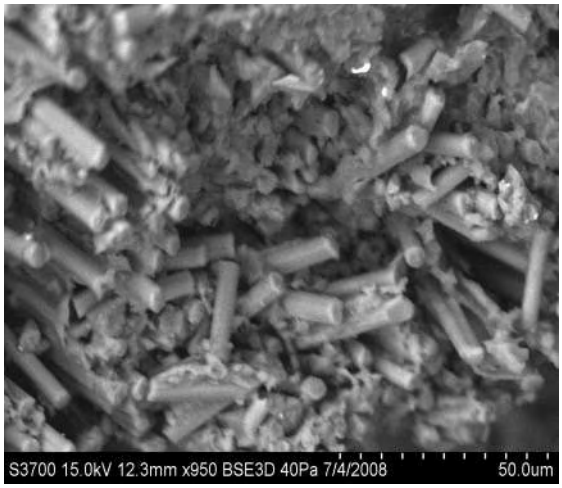


Figure 15: *SEM of fracture face showing failure due to fibre fracture from tensile overload.*

Figure 16: *Proof testing a rear track rod.*

Figure 17: *Short term fix – reinforcing patch.*

.

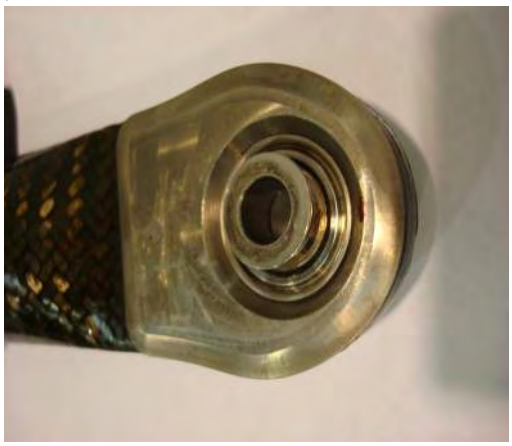


Figure 18: *Long term solution – redesign.*

7. SUMMARY

A modern Formula 1 chassis consists of a series multi-material structures, primarily although by no means always incorporating fibre reinforced composites mouldings bonded with adhesives. Many of these structures are very highly stressed and required to operate in aggressive environments, particularly high temperatures. The consequences of failure of "Class A" structures can be catastrophic to the operation of the vehicle and impinge on the safety of the driver. Although increasingly better understood, the science and engineering of much of the technology employed is still in its infancy. Consequently their design and operation of many of the components tends to be a constantly evolving, semi-quantitative process combining fracture and finite element analysis with practical experience.

One may easily understand therefore the traditional reluctance amongst engineers operating in areas where the driving force for new technology is not so strong to fully embrace many of the practices common in Formula 1. The use of structural adhesives for example is limited primarily due to the fear of catastrophic failure. The widespread application of bonded joints in performance critical applications on F1 cars shows just how useful adhesives can be. It would not be unreasonable to suggest that components manufactured using bonded joints are generally superior to those assembled using more traditional joining technologies. Indeed, many of the assemblies common on contemporary F1 cars simply could not be made any other way. There is however a very significant "price of conformance" which must be paid in order to ensure the long-term durability of such structures and joining methodologies. The lack of numerical design and robust data demand a very sophisticated TQM process is in operation if the integrity of parts is to be maintained. Production controls are paramount if the advantages of new materials and technologies are to be successfully exploited. Attention to detail in manufacture is vital to ensure enhanced mechanical performance, improved durability, and increased service life of components. The integrity of adhesive joints can only be guaranteed by observing a "zero defects" approach to quality control.

It must always be remembered that however through the processes and procedures, there is always a finite probability that something unexpected could occur. The exploitation of any new techniques and technology will always be associated with a degree of risk. The key to a successful solution is minimise and manage the risk to an acceptable level and always ensure there is an emergency recovery procedure in place for the few occasions when things do go wrong. It could be argued that the true measure of engineering prowess is how one "deals with disaster". In such difficult times procedure and discipline are vital to prevent a drama becoming a crisis. A sound appreciation of the situation and strict adherence to the emergency process are the best route to a successful solution. The implementation and management of change is a key factor in successful engineering and will always be associated with a degree of risk. Without risk there is no progress but too great a risk will lead to disaster. Difficult decisions always have, and always will be the privilege of high command.

REFERENCES

1. Savage, GM. Proc "Carbon fiber 2007", Washington DC, USA. (Dec 2007).
2. Savage, GM., J. STA., 140, 18 (2000).
3. Savage, GM submitted to "Engineering Failure Analysis" (2009).
4. Savage, GM. and May, S., J.STA. 136, 35 (May/Jun 1999).
5. Savage, GM. Proc. "Transfac 06" San-Sebastian, Spain (Oct 2006).
6. Savage GM. and Cox, P. Automotive engineering 2, 22 (1992).
7. Savage GM, Proc SPE Automotive Conference, Troy MI, USA (Sep 2008).
8. Savage, GM., Engineering Failure Analysis, 14, 2, 321 (2007).
9. Savage, GM., Proc. Anales De Mecanica de la Fractura, 18, 274, Baiona (Vigo), Spain, (Mar. 2001).

ESTUDIO EXPERIMENTAL DE PANELES ESBELTOS DE HORMIGÓN DÉBILMENTE ARMADOS

R. Porras-Soriano, **G. Ruiz**, **J. R. Carmona** y **R.C.Yu**

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: rocio.porras@uclm.es
Tfno: 926 29 53 00 Ext. 6311. Fax: 926 29 53 91

RESUMEN

El presente trabajo muestra los resultados obtenidos en una reciente campaña experimental realizada con el objeto de estudiar el comportamiento frente a pandeo de paneles esbeltos de hormigón débilmente armados. En concreto se va a analizar la influencia de la cuantía de armadura, la esbeltez del panel y la excentricidad de la carga aplicada. Los ensayos han sido diseñados sobre paneles a escala reducida con el fin de facilitar tanto el control de los materiales como la realización de los ensayos, de esta forma se minimiza la dispersión de los resultados experimentales. Las conclusiones más importantes son que a) tanto la influencia de la esbeltez como de la cuantía de armado en la carga máxima son más pronunciadas para mayores excentricidades de la carga, b) para excentricidades bajas el fallo se produce por compresión mientras que, para las excentricidades más elevadas se produce por flexión.

ABSTRACT

This work reports the results of a series of tests performed on lightly reinforced concrete panels subjected to buckling load. We disclose the sensitivity of the specimens to changes in the slenderness, the load eccentricity and the reinforcement ratio. The tests have been carried out on panels of reduced size to facilitate material control and specimen handling. The main conclusions are that (a) both the influence of the slenderness and the reinforcement ratio on the maximum load is more pronounced when the load eccentricity is higher, (b) specimens with lower eccentricities fail by compression while those with higher eccentricities fail by bending.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Aplicaciones y Casos Prácticos en Ingeniería

PALABRAS CLAVE: Hormigón armado, pandeo, modelo cohesivo

1. INTRODUCCIÓN

Durante el proceso de carga de un panel o pilar de hormigón armado a compresión excéntrica se desarrollan diversos procesos de fisuración que producen cambios en la rigidez del elemento. Esta pérdida de rigidez va a tener una gran influencia en el fallo por pandeo del panel o pilar [1] debido al aumento de los efectos de segundo orden. El pandeo de elementos de hormigón armado ha sido en los últimos años objeto de diferentes investigaciones. Entre ellas podemos destacar la realizada por Bažant y Known [2] donde se estudia el efecto de escala en pilares de hormigón. También destaca la llevada a cabo por Kim y Yang [3], quienes ensayaron 30 pilares de hormigón de alta resistencia armado para estudiar su comportamiento a pandeo, variando las condiciones de esbeltez, resistencia del hormigón y cuantía de armado. Cabe también mencionar los ensayos llevados a cabo por Foster y Attard [4], sobre pilares esbeltos de hormigón de alta resistencia.

Todos estos estudios han ayudado a comprender mejor el fenómeno del pandeo en elementos de hormigón y las variables que en él intervienen. No obstante, dada la dificultad para realizar ensayos en paneles con esbelteces grandes y de encontrar dispositivos experimentales aptos para reproducir de forma precisa y adecuada el comportamiento de los paneles, vemos necesaria una campaña experimental que sirva para estudiar las diferentes variables que pueden afectar a la carga de fallo. La campaña experimental realizada cubre un rango tal de ensayos que puede servir de base para calibrar modelos tanto analíticos como numéricos que sean propuestos para analizar el comportamiento de pilares y paneles.

En el caso particular de los paneles de fachadas débilmente armados, al ser estos elementos muy esbeltos, los procesos de fisuración van a tener una influencia elevada en el comportamiento global del elemento. Como marco teórico para realizar el estudio vamos utilizar teorías basadas en Mecánica de la Fractura aplicada al hormigón [5]. Precisamente la relación entre el desarrollo de los procesos de fisuración y el fallo del elemento va a permitir que el fallo por pandeo pueda ser estudiado mediante estas teorías [6].

Los ensayos han sido diseñados a escala reducida sobre paneles, con el fin de facilitar tanto el control de los materiales utilizados en la ejecución de las probetas como la propia realización de los ensayos, minimizando la dis-

persión de los resultados experimentales. La metodología experimental seguida ha sido análoga a la empleada para el estudio de vigas débilmente armadas realizados dentro del grupo que presenta el estudio [7, 8], adaptando los dispositivos experimentales al objeto de la presente investigación.

2. METODOLOGÍA

El estudio se ha planteado de tal forma que el comportamiento de los paneles ensayados reproduzca el comportamiento de paneles de tamaño ordinario y, al mismo tiempo, para que el mayor de los paneles tuviera unas dimensiones tales que permitiera que su manipulación en el laboratorio fuera razonablemente sencilla. Como parámetro de comparación entre los paneles ensayados y los paneles de tamaño ordinario adoptamos el denominado número de fragilidad de Hillerborg [5], β_H. Éste se define como la relación entre el tamaño del elemento, representado en este caso por la altura L, y la longitud característica del material, ℓ_{ch} [9]. Dos elementos con un valor similar de β_H y que estén escalados entre sí, presentan un comportamiento similar en fractura [5]. El microhormigón utilizado tiene una longitud característica de 90 mm. Teniendo en cuenta que para un hormigón ordinario esta longitud toma un valor de aproximadamente 300 mm, los ensayos se pueden asemejar a paneles de 4 m de altura. Esta forma de realizar ensayos a escala reducida también permite controlar mejor el resultado final de los ensayos, debido a que por el tamaño de las probetas logramos que la influencia de la retracción del hormigón y del peso propio del panel en la carga aplicada sea prácticamente despreciable.

En los siguientes apartados describimos la metodología para los ensayos de caracterización de los materiales y los ensayos en los paneles.

2.1. Ensayos de caracterización de materiales

Para caracterizar mecánicamente el microhormigón utilizado hemos realizado 4 ensayos de compresión y de obtención del módulo de elasticidad por cada amasada, de acuerdo con las especificaciones de la Norma ASTM C 39-01 y C 469-94 respectivamente, excepto en el tamaño de las probetas. Asimismo, se han realizado otros cuatro ensayos por amasada de tracción indirecta (brasileños) para determinar la resistencia a tracción del hormigón, de acuerdo con las especificaciones de la Norma ASTM C496-96 excepto el tamaño.

Hemos medido la energía de fractura siguiendo el procedimiento de ensayo recomendado por la RILEM [10] con las mejoras propuestas por Planas, Guinea y Elices [11, 12, 13]. Se trata de un ensayo de flexión en tres puntos sobre probeta prismática ($75\times50\times340$ mm) entallada en la sección central hasta la mitad del canto. La carga se ha medido con una célula de carga de ±5 kN y el desplazamiento bajo el punto de carga por medio de dos extensómetros inductivos Solartrón de ±2.5 mm, promediados. Los resultados obtenidos en todos estos ensayos se muestran en la Tabla 1.

Para caracterizar el acero hemos realizado ensayos a tracción de las barras de armado utilizadas. Por último para caracterizar la intercara hormigón-acero se han realizado unos ensayos de arrancamiento.

2.2. Ensayos sobre paneles

Las probetas de hormigón armado fueron ensayadas en un dispositivo que simula el proceso de carga en compresión, aplicando la carga con una cierta excentricidad inicial, denominada e_0. Se ha medido durante el ensayo el desplazamiento del punto de aplicación de la carga, el valor de la carga aplicada y el desplazamiento horizontal en el punto central de las probetas, sobre la cara comprimida. Este desplazamiento se va a denominar excentricidad adicional. Para poder obtener la respuesta tras la carga máxima, los ensayos se han realizado controlando el desplazamiento del punto de aplicación de la carga, de esta forma los ensayos son estables durante todo el proceso de carga.

Hemos ensayado 27 tipos de paneles diferentes que se corresponden con 3 tamaños, 3 configuraciones de armado y 3 excentricidades iniciales diferentes. En las Figuras 1 y 2 mostramos unos croquis con la disposición de los armados y el tamaño de las probetas. Los valores de las excentricidades se han adoptado con la intención de que el rango cubierto por ellos nos muestre cómo varía el comportamiento de la probeta. El menor valor se ha establecido en 2 mm, que se correspondería con un panel predominantemente trabajando a compresión. El segundo valor es de 25 mm, para representar el comportamiento de paneles sometidos a compresión compuesta y por último una excentricidad de 75 mm que representa un panel donde la flexión es prácticamente predominante.

Para designar a cada probeta se utiliza una combinación de una letra mayúscula según el tamaño de la probeta (S-pequeño, M-mediano y L-grande), un número que indica el número de barras (1, 2 y 3) y una letra minúscula según la excentricidad inicial aplicada (a-2mm, b-25mm, c-50mm). Se han ensayado al menos dos probetas de cada tipo. Así pues, una probeta cuya denominación sea L2b-1 indica que es la primera de las dos probetas ensayadas de longitud 120 cm con dos barras de armado longitudinal y que ha sido ensayada aplicando la carga con una excentricidad de 25 mm.

Las probetas se han ensayado de forma que los extremos de las mismas se encontraban articulados manteniendo así la excentricidad inicial de la carga constante a lo largo de todo el ensayo. La totalidad de los ensayos han sido realizados en el Laboratorio de Materiales y Estructuras de la E.T.S.I.Caminos, C. y P. de la Universidad de Castilla-La Mancha.

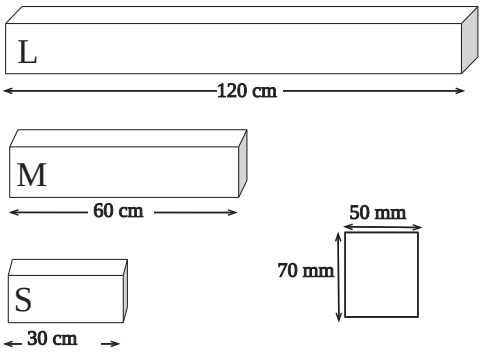


Figura 1: *Dimensiones de las probetas.*

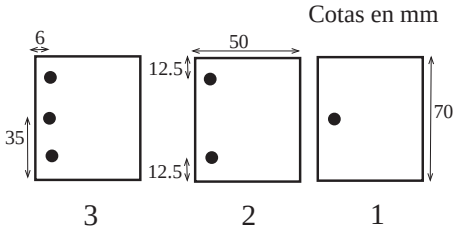


Figura 2: *Posiciones de las barras de armado.*

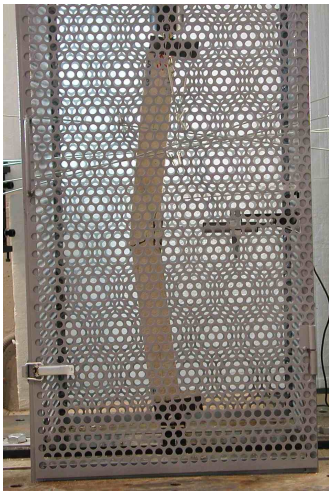


Figura 3: *Probeta durante el ensayo*

3. MATERIAL

Se ha utilizado un micro-hormigón con un tamaño máximo de árido de 4 mm. El cemento utilizado ha sido Portland mixto CEM II/B-M 32.5 N, según la clasificación de la Norma UNE-EN 197:1:2000. Todo el cemento ha sido tomado del mismo depósito y guardado en un sitio seco hasta su uso. Para la realización del microhormigón utilizamos un árido silíceo, ajustando la granulometría del mismo a las especificaciones de la norma UNE 9139. Se realizaron un total de 6 análisis granulométricos, que junto con los límites expuestos en la Norma se presentan en la gráfica de la Figura 4.

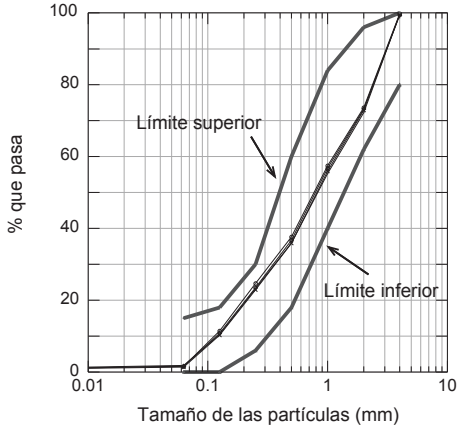


Figura 4: *Curvas granulométricas del árido y límites de la Norma UNE9139.*

Las proporciones de la mezcla finalmente utilizada en peso fueron 3.2:0.47:1 (áridos : agua : cemento). Hemos seguido un control estricto de todo el proceso de fabricación de las probetas, para minimizar las desviaciones de los resultados. En la Tabla 1 exponemos los resultados obtenidos en la caracterización del microhormigón. En la Figura 5 mostramos una fotografía de los moldes en los que se han hormigonado los paneles.

Figura 5: *Moldes preparados para el hormigonado.*

Tabla 1: *Características mecánicas del microhormigón.*

	f_c (MPa)	E_c (GPa)	f_t (MPa)	G_F (N/m)	l_{ch} (mm)
Media	36.5	26.0	3.92	50.7	90.0
Desv.Est.	6.0	4.8	0.53	5.1	-

Teniendo en cuenta las dimensiones de las probetas empleadas en los ensayos, hemos usado barras con un diámetro inferior a los empleados normalmente en construcción. Hemos usado barras de acero roscadas de 2.5 mm de diámetro nominal. En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos en los ensayos de caracterización de

las barras. El módulo de elasticidad de las barras se ha calculado usando el diámetro nominal.

Tabla 2: *Resultados de los ensayos a tracción de las barras de acero.*

	E_s GPa	$f_{y,0,2}$ MPa	f_u MPa	ϵ_u %
Media	185.0	427.0	557.6	3.8

El valor de la adherencia entre acero y hormigón se ha determinado mediante unos ensayos de arrancamiento, obteniéndose una tensión de adherencia para la intercara hormigón acero del orden de 3.8 MPa.

4. RESULTADOS

En esta sección presentamos los resultados de la campaña experimental realizada, que de forma gráfica se recogen en las Figuras 6, 7 y 8. Cada una de las gráficas representa la carga aplicada frente al desplazamiento del punto de aplicación de la carga. Una curva típica comienza con un comportamiento lineal. Antes de alcanzar el pico de carga se produce una perdida de linealidad que indica que el proceso de fractura ha comenzado. Esta parte no lineal es de menor longitud para las probetas ensayadas con excentricidad a, pues el fallo es predominantemente por compresión. Tras alcanzar esta carga pico el descenso de la carga es más acusado en los ensayos de menor excentricidad. Por lo tanto, las probetas ensayadas con excentricidad excentricidades b y c presentan un comportamiento post-pico más dúctil que las ensayadas con a.

En los siguientes puntos vamos a discutir las observaciones realizadas sobre los resultados mostrados. En particular vamos a discutir la influencia de la cuantía de armado, la esbeltez de la probeta, y la excentricidad inicial de la carga.

En la Tabla 3 se recoge la media de las cargas máximas obtenidas para cada tipo de probeta.

Tabla 3: *Carga máxima media por tipo de probeta*

S	P_{max} (kN)	M	P_{max} (kN)	L	P_{max} (kN)
S1-a	68.8	M1-a	70.2	L1-a	56.4
S2-a	83.7	M2-a	76.3	L2-a	71.2
S3-a	73.1	M3-a	59.1	L3-a	44.1
S1-b	12.4	M1-b	9.2	L1-b	8.9
S2-b	17.8	M2-b	13.0	L2-b	10.5
S3-b	19.8	M3-b	14.2	L3-b	9.0
S1-c	4.2	M1-c	4.5	L1-c	4.0
S2-c	7.5	M2-c	7.0	L2-c	4.5
S3-c	11.3	M-3c	8.6	L3-c	6.7

Influencia de la cuantía de armado

El efecto de la cuantía de armado y en general de su capacidad mecánica es bien conocido. Con carácter general observamos que al ir aumentando la excentricidad y de forma prácticamente independiente de la esbeltez, a mayor cuantía se obtiene una mayor carga de rotura. Excepto para la excentricidad a, pues en este caso el fallo se produce por compresión. En la Figura 6a se observa claramente que, para excentricidades bajas, la influencia de la cuantía, en el rango ensayado, es del orden de la dispersión entre resultados. Al aumentar la excentricidad el efecto de la flexión es mayor y las vigas con mayor cuantía presentan una carga de fallo superior, véase la Figura 7b. En el caso de la excentricidad mayor las curvas obtenidas tienen una forma similar a las que se obtendrían en vigas, presentando un comportamiento más dúctil y quedando claramente marcada la diferencia entre las diferentes cuantías, véase la Figura 7c.

Influencia de la esbeltez

Uno de los principales objetivos de la investigación era observar si se producen o no cambios en el modo de fallo al aumentar la esbeltez. Para las mismas condiciones de excentricidad y armado, los aumentos de esbeltez provocan una disminución de la capacidad portante de los paneles. Para las excentricidades menores, el fallo del panel se produce por las tensiones de compresión excesivas, manifestándose el fallo a través de unas fisuras paralelas a la directriz del panel en su parte central. Posteriormente, y tras la carga máxima, aparecen fisuras de flexión en la parte central del panel y en zonas cercanas la apoyo. En las probetas más esbeltas el fallo se localiza predominantemente en el centro de vano debido al aumento de la excentricidad adicional. Al aumentar la excentricidad, el fallo tiende a localizarse en la zona central del panel y debido al aumento de la excentricidad adicional la carga de rotura disminuye.

Para la excentricidad mayor la reducción en la carga máxima es más acusada, tal y como se observa en los resultados expuestos en la Tabla 3. En cambio, para la mayor excentricidad, la reducción en la carga no es tan acusada, debido a que el comportamiento del panel es más parecido al de una viga. Podemos entonces afirmar que en el caso de que la excentricidad sea del orden de la mitad del canto, la combinación entre compresión y flexión produce unas condiciones pésimas para el fallo.

Influencia de la excentricidad de la carga

El aumento de la excentricidad de la carga provoca un cambio en el tipo de fallo, pasando de un fallo que se genera por compresiones excesivas a un fallo por flexión. El primero de ellos se manifiesta por medio de fisuras paralelas a la directriz del panel en su parte central.Y el fallo por flexión se manifiesta partir de una fisura perpendicular a directriz del panel y situada en la sección central de la viga.

En las Figuras 6, 7 y 8 observamos cómo los aumentos en la excentricidad conllevan un aumento de la ductilidad de las piezas, es decir los paneles con la carga situada excéntricamente tienen una capacidad de rotación mayor.

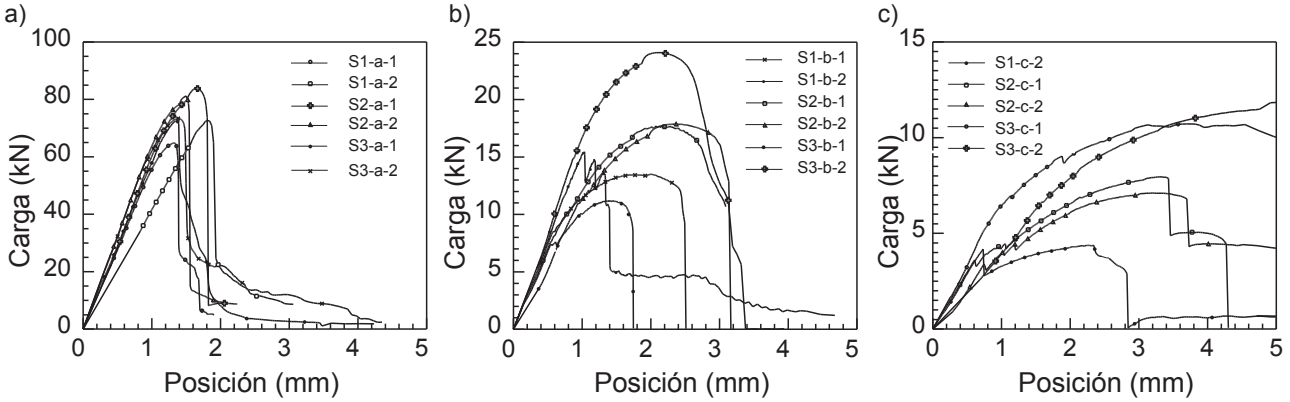


Figura 6: *Resultados de las vigas de tamaño S y excentricidad a, b y c.*

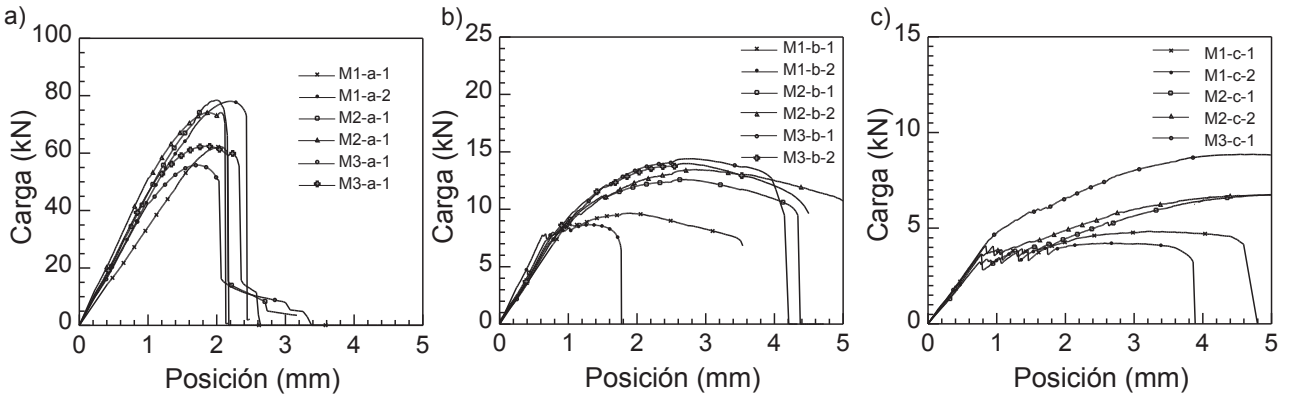


Figura 7: *Resultados de las vigas de tamaño M y excentricidad a, b y c.*

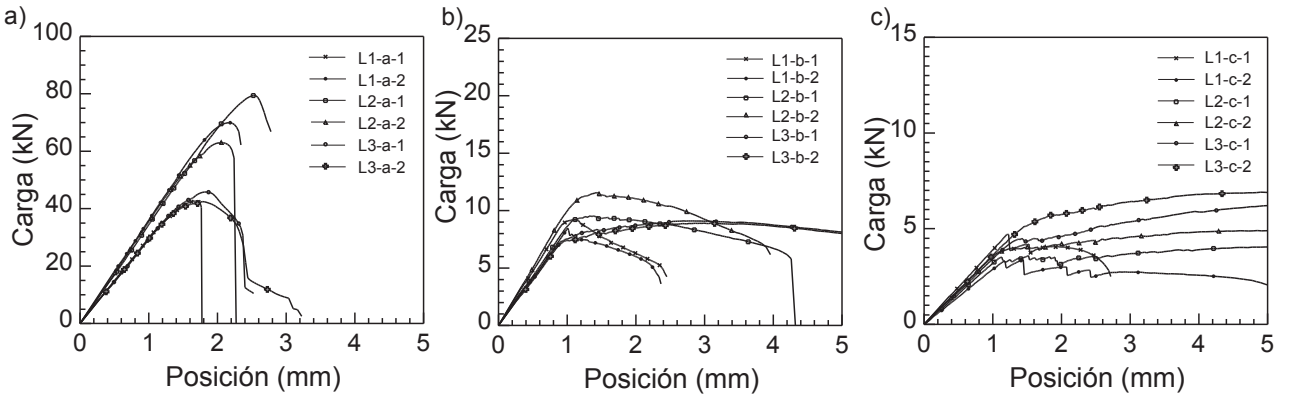


Figura 8: *Resultados de las vigas de tamaño L y excentricidad a, b y c.*

5. CONCLUSIONES

Hemos presentado los resultados de una reciente campaña experimental realizada para estudiar el fallo de elementos lineales de hormigón débilmente armados comprimidos. Hemos analizado la influencia de la cuantía longitudinal de armado, la esbeltez y la excentricidad inicial con la que se aplica la carga. Ha sido diseñado un dispositivo experimental para ensayar paneles a escala reducida, de forma que se pueden llegar a ensayar grandes esbelteces que sobre paneles a escala natural sería muy complicado.

Los ensayos han mostrado que la influencia de la esbeltez en la carga máxima es más importante para excentricidades altas que para pequeñas o medias. En cuanto a la cuantía de armado su influencia es pequeña en los resultados experimentales para las excentricidades menores y aumenta al aumentar la excentricidad. En cuanto a la excentricidad, su aumento provoca un cambio en el tipo de fallo del panel, observándose que para excentricidades bajas el fallo se produce por compresión mientras que para las excentricidades más elevadas el comportamiento comienza a ser más parecido al de una viga.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento a la empresa INDAGSA perteneciente al Grupo Ortiz por la financiación concedida para realizar esta investigación. Así como a la ayuda PAI08-0196, de la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha.

REFERENCIAS

[1] Bažant, Z. P. and Cedolin, L., *Stability of structures*, Dover, Mineola, New York, 2003.

[2] Bažant, Z. P. and Kwon, Y. W., *Failure of slender and stocky reinforced concrete columns: test of size effect*, Materials and Structures, 27:79–90, 1994.

[3] Kim, J.K. and Yang J.K. *Buckling Behaviour of Slender High-Strength Concrete Colums*, Engineering Structures, 17:39–51, 1997.

[4] Foster, S.J. and Attard, M.M. *Experimental test on eccentrically loaded high-strength concrete colums*, ACI Structural Journal, 94:295–303, 1993.

[5] Bažant, Z. P. and Planas, J. *Fracture size effect in concrete and other quasibrittle materials*, CRC Press, Boca Raton. 1998.

[6] Carmona, J. R. *Study of cracking processes in reinforced concrete structures*, Ph. D. Thesis, Universidad de Castilla-La Mancha. Ciudad Real. 2006.

[7] Ruiz, G., Elices, M. and Planas J. *Experimental Study of Fracture of Lightly Reinforced Concrete beams*, Materials and Structures, 31:683–691, 1998.

[8] Ruiz, G. and Carmona, J. R. *Estudio experimental sobre propagación de fisuras en modo-mixto en vigas de hormigón armado*, Anales de Mecánica de la Fractura 23, 353–358, 2006.

[9] Petersson, P. E. *Crack growth and development of fracture zone in plain concrete and similar materials*, Report No. TVBM-1006, Division of Building Materials, Lund Institute of Technology, Lund, Sweden. 1981

[10] RILEM Committee on Fractures Mechanics of Concrete. *Determination of the fracture Energy of mortar and concrete by means of the three-point bend tests on notched beams*, Materials and Structures, 18:285–290, 1985.

[11] Guinea, V., Planas J., and Elices, M. *Measurement of the fracture energy using three point bend test. 1. Influence of experimental procedures*, Materials and Structures, 25:121–128, 1992.

[12] Planas J., Elices, M. and Guinea, V. *Measurement of the fracture energy using three point bend test. 2. Influence of bulk energy dissipation*, Materials and Structures, 25:305–312, 1992.

[13] Elices, M., Guinea, V. and Planas J. *Measurement of the fracture energy using three point bend test. 3. Influence of cutting the P-δ tail*, Materials and Structures, 25:327–334, 1992.

[14] Carmona, J. R., Ruiz, G. and Porras-Soriano, R. *Modelo numérico para analizar el comportamiento a pandeo de paneles esbeltos de hormigón armado*, Anales de Mecánica de la Fractura 25, 2:787–792, 2008.

ESTUDIO Y ANÁLISIS DE FALLO MECÁNICO DE PANELES SÁNDWICH FABRICADOS POR PULTRUSIÓN

Carmen Manteca*, Ángel Yedra, Iñaki Gorrochategui, Roberto Miguel

Fundación Centro Tecnológico de Componentes (CTC),
Avda Los Castros s/n, 39005 Santander, España.
*E-mail: cmanteca@ctcomponentes.com

RESUMEN

El empleo de materiales compuestos avanzados de matriz polimérica es cada vez más frecuente debido a sus mejores propiedades específicas, así como su resistencia a la intemperie, facilidad de montaje y costes reducidos de mantenimiento. En este trabajo se han desarrollado paneles sándwich mediante la tecnología de pultrusión, compuestos por un laminado multicapa constituido por una matriz de polímero termoestable reforzado de fibras largas de vidrio como caras externas y una espuma de poliuretano modificado como núcleo. Para conocer el comportamiento de los paneles sándwich en su tamaño original y en su aplicación final de uso se han realizado diferentes ensayos mecánicos. Estos ensayos han permitido determinar los modos de rotura del material en distintas orientaciones y configuraciones. Por otro lado, se ha realizado un análisis de fallo estructural detallado del panel sándwich bajo diferentes situaciones de carga aplicada (puntual, lineal y uniforme) así como un estudio de la variación de las prestaciones mecánicas en función de los parámetros dimensionales del panel.

ABSTRACT

The use of advanced composite materials of polimeric matrix is becoming increasingly popular because of its better properties such us its resistance to weathering, ease of installation and reduced maintenance costs. In this work sandwich panels have been developed using pultrusion technology, consisting of a multilayer laminate of a thermoset polimeric matrix reinforced by long glass fibers as external surfaces and modified polyurethane foam as the core. Several mechanical tests have been performed in order to know the behavior of the sandwich panels in their original size and in their final application. These tests have allowed the determination of the modes of fracture of the material in different orientations and configurations. On the other hand, has been done a detailed analysis of structural failure of the sandwich panel under different loading conditions (local, linear and uniform) and a study of changes in mechanical resistance depending on the dimensional parameters of the panel.

PALABRAS CLAVE: Material compuesto, pultrusión, intercara fibra-matriz, delaminación

1. INTRODUCCIÓN

El uso de materiales compuestos poliméricos reforzados con fibra se ha incrementado rápidamente en las últimas décadas debido a que aportan importantes ventajas frente al uso de materiales tradicionales (acero, madera, aluminio): ligereza, alta resistencia específica, alta absorción de energía frente a impactos, estabilidad dimensional, resistencia a ambientes agresivos, mantenimiento reducido, flexibilidad en el diseño, durabilidad. Dichas propiedades hacen posible el empleo de este tipo de materiales en diversos sectores industriales: aeronáutico, automoción, naval, construcción, deporte y recreo [1, 2, 3, 4, 7].

Debido a que el empleo de este tipo de materiales es cada vez más frecuente es necesario caracterizar su comportamiento estructural, como distribuciones de tensiones y deformaciones, cargas de pandeo, desplazamientos y modos o mecanismos de fallo [2, 5, 6, 7].

Diversos mecanismos de fallo son conocidos: rotura y pandeo de las fibras, agrietamiento de la matriz polimérica, despegue de la intercara fibra-matriz y delaminación [2, 8, 9].

Para el estudio de estos mecanismos de fallo se han empleado métodos analíticos, numéricos y experimentales sobre materiales compuestos con diferentes geometrías de aplicación, principalmente en el sector aeronáutico y automoción [2, 3, 5, 6, 7, 8, 11, 14, 15].

En este trabajo se ha llevado a cabo un estudio y análisis de fallo de paneles sándwich cuyas caras son de material compuesto polimérico reforzado con fibra y núcleo de espuma rígida, producidos por la tecnología de pultrusión y destinados para el sector de la

construcción. El estudio ha consistido en la realización de ensayos mecánicos sobre el panel sándwich y las caras del mismo y un posterior cálculo tensional [12]. Finalmente, se llevó a cabo un análisis teórico estructural de los paneles [12] con la finalidad de comprobar el modo de fallo y sus limitaciones de uso, cuando éstos son sometidos a diferentes cargas aplicadas. Se estudiaron las prestaciones mecánicas en función de los parámetros dimensionales del panel.

2. MATERIALES Y PROCESO DE FABRICACIÓN

Los paneles sándwich objeto de estudio se componen de dos caras de resina de poliéster reforzada con fibra de vidrio separadas por un núcleo de espuma rígida, fabricados mediante la técnica de pultrusión.

La pultrusión es una técnica desarrollada para fabricar componentes de forma alargada con longitud deseada y sección constante (p. ej. barras, tubos, vigas, etc.). El vocablo "pultrusión" es una contracción de los términos "pull" (tirar) y extrusión. Es un proceso de fabricación donde las fibras se distribuyen uniformemente en la matriz y están orientadas en una dirección preferencial (longitudinal a la línea de producción), presentando dicho material un fuerte carácter anisótropo.

En esta técnica mechas de fibras continuas se impregnan primero con una resina y luego se las hace pasar (por tracción) a través de un molde matriz de curado que está mecanizado de forma precisa para que imparta la forma final deseada. Este molde-matriz también se calienta para iniciar el curado de la resina. El mecanismo de tracción arrastra el material a través del molde y también determina la velocidad de producción. Se recoge un esquema del proceso en la figura 1 [13].

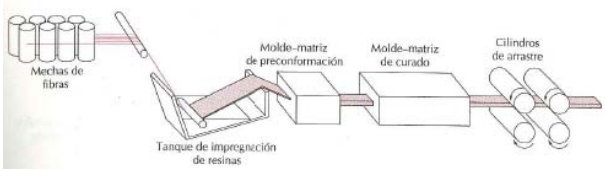
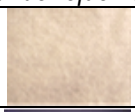


Figura 1. Esquema del proceso de pultrusión

El proceso seguido en la producción de los paneles sándwich analizados sigue el esquema descrito anteriormente, con la peculiaridad de insertar la espuma ya formada, de manera que ésta realiza la función de macho separando el material de refuerzo que forma las caras externas del panel. La impregnación del material de refuerzo se realiza por inmersión en un baño que contiene la resina de poliéster (matriz polimérica). El material compuesto (fibras y tejidos de vidrio impregnados en resina y núcleo de espuma) entra en el molde calefactado, donde tiene lugar el proceso de polimerización (endurecimiento) de la matriz.
La configuración del material de refuerzo en el panel se detalla en la tabla 1.

Tabla 1. Disposición del material de refuerzo

Lámina exterior de tipo Mat	
Hilos unidireccionales entre las láminas	
Lámina interior de tipo Tejido	

Un esquema de los diferentes tipos de configuraciones de fibra de vidrio que componen las caras externas del panel se muestra en la figura 2.

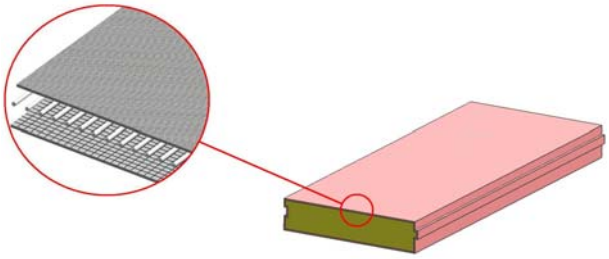


Figura 2. Detalle de los tipos de refuerzo de fibra de vidrio que componen la cara externa del panel sándwich.

Las dimensiones de los paneles considerados bajo estudio se recogen en la tabla 2.

Tabla 2. Dimensiones de los paneles sándwich fabricados

Altura (mm)	80
Longitud (mm)	2500
Anchura (mm)	600
Espesor de las caras (mm)	4

3. ENSAYOS DE CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

Con el objetivo de conocer las propiedades mecánicas de los paneles fabricados en línea de producción se procedió a la realización de ensayos de tracción (UNE-EN ISO 527) sobre las caras externas del panel y flexión (UNE EN 12089) sobre muestras de panel sándwich.

3.1 Ensayos de tracción

Las probetas a ensayar fueron de dos tipos:

- **Probetas longitudinales**: Se mecanizaron a partir de la piel del panel cortándolas en la misma dirección del proceso de fabricación. La disposición predominante de las fibras es longitudinal a la probeta.
- **Probetas transversales**: Se mecanizaron a partir de la piel del panel cortándolas en dirección perpendicular a la dirección del proceso de

fabricación. La disposición predominante de las fibras es transversal a la probeta.

Esta selección de probetas se ha realizado para conocer el comportamiento anisótropo del material. Se muestra un detalle de las probetas a ensayar en la figura 3.

Figura 3. Muestra de las probetas a ensayar

3.2 Ensayos de flexión

Se ensayaron dos muestras de panel sándwich cuyas dimensiones se recogen en la tabla 3.

Tabla 3. Dimensiones de las muestras de ensayo

Altura (mm)	80
Longitud (mm)	1300
Anchura (mm)	600

En la figura 4 se muestra un detalle del dispositivo del ensayo de flexión.

Figura 4. Detalle de uno de los ensayos

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Ensayos de tracción

La curva registrada de Tensión (MPa) frente a Deformación para probetas longitudinal y transversal se muestra en la figura 5.

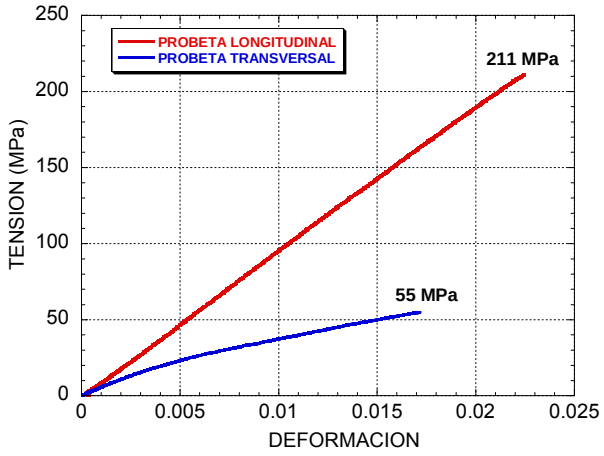


Figura 5. Curva Tensión vs Deformación para las probetas longitudinal y transversal

Al examinar la curva registrada para la probeta longitudinal se observa un comportamiento lineal alcanzando la rotura de la misma por delaminación (despegue entre las capas del material de refuerzo) como consecuencia de la existencia de matriz polimérica entre las capas. El valor de tensión máxima alcanzada por la probeta fue de 211 MPa, similar a valores encontrados en bibliografía para este tipo de materiales obtenidos por pultrusión [1, 3]. Se recoge en la figura 6 un detalle del modo de fallo presentado por la probeta longitudinal.

Figura 6. Detalle de la rotura de la probeta longitudinal por delaminación.

Al analizar la curva registrada para la probeta transversal se observa un comportamiento prácticamente lineal pero con un ligero cambio de pendiente en la curva, debido a que inicialmente es la fibra de vidrio dispuesta en la dirección de aplicación de la carga la que soporta los esfuerzos pero como el porcentaje de fibras en esa dirección es mucho menor, finalmente es la resina la que resiste la carga. La tensión máxima alcanzada por la probeta transversal fue de 55 MPa. Este valor se ajusta a los datos encontrados en la bibliografía [16].

En la figura 7 se muestra el modo de fallo de la probeta transversal.

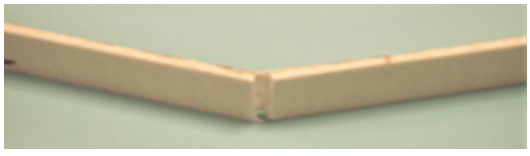


Figura 7. Detalle del modo de fallo presentado por la probeta transversal.

En este caso se produce una rotura transversal de la probeta, quedando únicamente unida por las pocas fibras que se encuentran en la dirección de aplicación de la carga, tal como se muestra en la figura 7.

Los valores obtenidos de módulo elástico son 9.11 GPa para la dirección longitudinal y 5.15 GPa para la dirección transversal, como cabría esperar en este tipo de configuraciones de material compuesto.

4.2 Ensayos de flexión

La curva registrada de fuerza vs flecha que corresponde a la muestra denominada Panel Sándwich I se muestra en la figura 8:

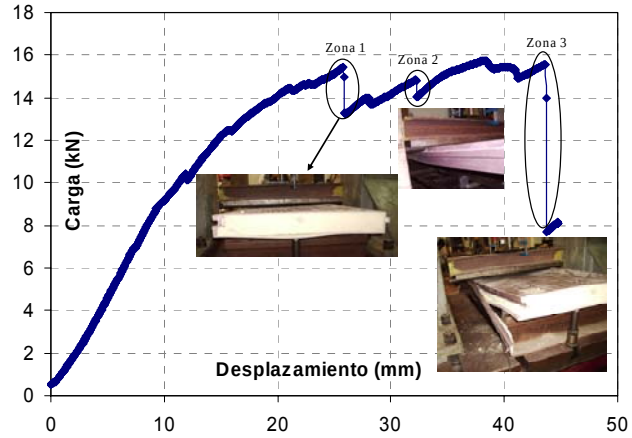


Figura 8. Curva Carga vs Flecha para la probeta Panel Sándwich I

La información que se obtiene de los datos registrados en el ensayo es la siguiente:

- La carga máxima aplicada fue de 15.73 kN (1603 kg) y corresponde a un desplazamiento de 38.44 mm.
- La carga de rotura corresponde a una fuerza de 15.58 kN (1587 kg) con una flecha de 43.64 mm.

Para la muestra denominada Panel Sándwich II no se indica la curva ya que tiene un comportamiento similar a la muestra Panel Sándwich I, siendo los datos registrados los siguientes:

- La carga máxima aplicada fue de 17.29 kN (1763 kg) y corresponde a un desplazamiento de 48.39 mm.
- La carga de rotura corresponde a una fuerza de 16.59 kN (1691 kg) con una flecha de 53.26 mm.

En la figura 8 se observan diferentes zonas. A medida que aumenta la carga aplicada se observa un comportamiento prácticamente lineal hasta llegar a las zonas 1 y 2 donde se producen descargas por efecto del despegue de la espuma a la piel y por efecto del punzonamiento del dispositivo de ensayo en la cara superior del panel, respectivamente. Continuando con el proceso de carga la rotura final se produce en la parte superior a través de una fractura longitudinal a lo largo del panel (zona 3).

La rotura final se produce por cortante a lo largo de la parte superior del lateral del panel a causa de la anisotropía del material al tener las fibras dispuestas longitudinalmente. Si se pudiera disponer de fibras colocadas en forma transversal la resistencia del panel se vería favorecida.

4.3 Análisis tensional de los ensayos

Para corroborar lo anteriormente mencionado, se realizó un análisis estructural [12] empleando la geometría simplificada descrita en la figura 9, sin considerar la presencia de la espuma por su baja aportación en la capacidad portante del panel.

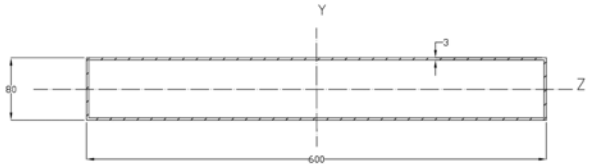


Figura 9. Sección analizada del modelo simplificado

La tensión normal máxima y el esfuerzo cortante máximo generados por la flexión vienen dados por las expresiones (1) y (2), respectivamente:

$$\sigma = \frac{M \cdot y_{max}}{I_z} \quad (1)$$

$$\tau = \frac{V \cdot Q_{max}}{I_z \cdot t} \quad (2)$$

Siendo M el momento flector generado por la flexión, y_{max} la distancia desde la fibra neutra hasta la fibra de máxima tensión, I_z el momento de inercia respecto del eje Z, V el esfuerzo a cortante, Q_{max} el momento estático y t el espesor de las caras externas.

Para la carga correspondiente al valor máximo alcanzado durante el ensayo de 15730 N en la muestra Panel Sándwich I resulta una tensión normal aplicada de 34.06 MPa. Este valor de tensión es un orden de magnitud menor que la tensión máxima alcanzada en los ensayos experimentales, que fue de 211 MPa.

Para la carga igual a 15730 N anteriormente justificada, τ_{max} toma un valor de 17.36 MPa. Este valor es del orden del valor estimado de la resistencia a cortante obtenida a través de la tensión máxima a tracción transversal en el ensayo a tracción.

Las caras externas del panel presentan un comportamiento anisótropo, con un alto porcentaje de fibras orientadas longitudinalmente, por lo que la resistencia a esfuerzos cortantes es inferior, y es por esto que se postula que estas tensiones son las que producen la rotura final del panel. Los resultados obtenidos a través de dos ensayos diferentes (tracción sobre probetas y flexión sobre muestras de panel) presentan concordancia.

5. APLICACIÓN ESTRUCTURAL DEL PANEL

Se ha estudiado la variación de las prestaciones mecánicas de un panel de resina de poliéster reforzado con fibras de vidrio con dos nervios en su interior, en lugar de espuma (ya que la contribución de ésta a la

capacidad portante es baja), en función de los parámetros dimensionales y el tipo de carga aplicada. El estudio realizado debe tomarse como un cálculo orientativo ya que se emplea para el análisis una sección del panel simplificada, como se recoge en la figura 10.

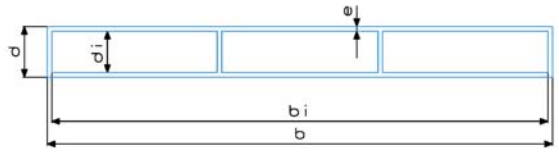


Figura 10. Geometría y dimensiones de la sección transversal del panel (b=anchura exterior, bi=anchura interior, d=altura, di=altura interior, e=espesor).

Esta geometría simplificada se corresponde con la sección de una viga simplemente apoyada. Por otro lado, se han estudiado tres tipos de carga actuando sobre el panel: puntual (P), lineal (q) y distribuida uniformemente (Q).

Se han establecido unos criterios de fallo para poder analizar los paneles estudiados. Estos criterios se describen a continuación:

- Criterio 1: El panel no ha de superar una flecha de 60 mm (definido por la empresa fabricante). La carga en función de la longitud viene dada según las expresiones (3), (4) y (5):

$$P = \frac{48 \cdot E \cdot I \cdot \delta_{\max}}{L^3} \quad (3)$$

$$q = \frac{384 \cdot E \cdot I \cdot \delta_{\max}}{5 \cdot L^4} \quad (4)$$

$$Q = \frac{384 \cdot E \cdot I \cdot \delta_{\max}}{5 \cdot b \cdot L^4} \quad (5)$$

- Criterio 2: El panel no ha de superar la tensión normal admisible (211 MPa) calculada experimentalmente en el ensayo a tracción de la piel del panel. Por encima de esta tensión el panel rompe por delaminación de la piel. La carga en función de la longitud viene dada según las expresiones (6), (7) y (8):

$$P = \frac{4 \cdot \sigma \cdot I}{L \cdot y_{\max}} \quad (6)$$

$$q = \frac{8 \cdot \sigma \cdot I}{L^2 \cdot y_{\max}} \quad (7)$$

$$Q = \frac{8 \cdot \sigma \cdot I}{b \cdot L^2 \cdot y_{\max}} \quad (8)$$

- Criterio 3: El panel no ha de superar la tensión cortante admisible (17.36 MPa) calculada experimentalmente en el ensayo a flexión sobre paneles sándwich. Por encima de este valor el panel fallará por los esfuerzos cortantes generados por las cargas de flexión. La carga en función de la longitud viene dada según las expresiones (9), (10) y (11):

$$P = \frac{2 \cdot \tau \cdot I \cdot e}{Q_{\max}} \quad (9)$$

$$q = \frac{2 \cdot \tau \cdot I \cdot e}{L \cdot Q_{\max}} \quad (10)$$

$$Q = \frac{2 \cdot \tau \cdot I \cdot e}{b \cdot L \cdot Q_{\max}} \quad (11)$$

Donde: E es el módulo de elasticidad del material composite que compone el panel en dirección longitudinal, I es el momento de inercia de la sección del panel, L es la longitud entre apoyos, y_{max} es la distancia desde la fibra neutra hasta la fibra de máxima tensión y δ_{max} es la flecha máxima.

Los resultados se recogen en dos supuestos diferentes: Supuesto 1 y Supuesto 2. Destacar que lo presentado en este trabajo es un resumen de un estudio más amplio de las prestaciones mecánicas del panel.

Supuesto 1: Estudio de los criterios de fallo, en función del espesor de la piel y la longitud del panel.
Para un panel de b=0.6 m, d=0.08 m y e=0.002, 0.004 y 0.006 m, el estudio se recoge en las figuras 11, 12 y 13.

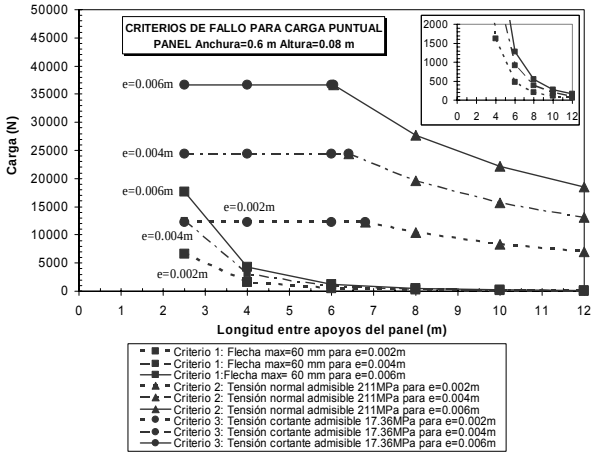


Figura 11. Curvas Carga puntual vs Longitud del panel para los criterios de fallo en el supuesto 1.

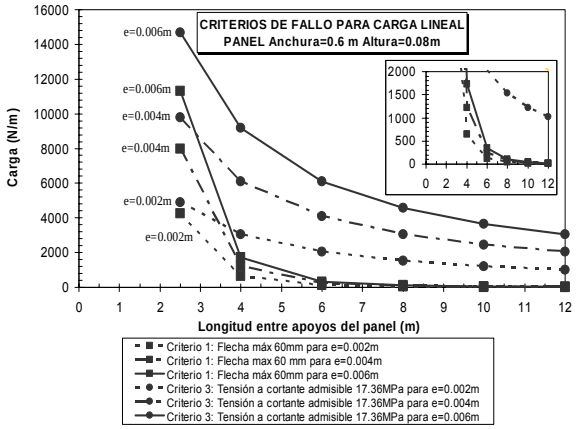


Figura 12. Curvas Carga lineal vs Longitud del panel para los criterios de fallo en el supuesto 1.

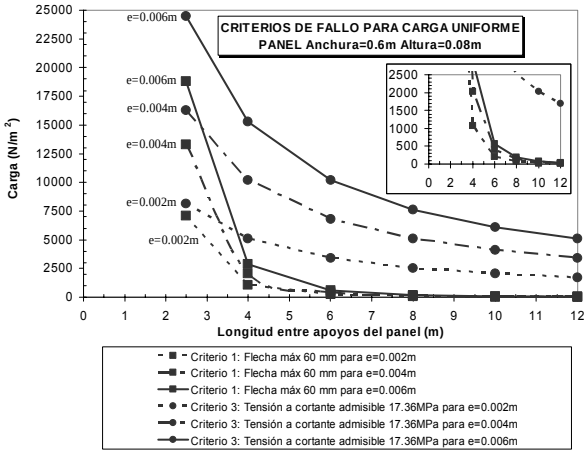


Figura 13. Curvas Carga distribuida uniformemente vs Longitud para los criterios de fallo en el supuesto I

Si observamos las figuras 12 y 13 ambas presentan un comportamiento similar ya que la anchura del panel es la misma.

Se observa que es el criterio 1 el que prevalece en todos los casos. En cuanto a los criterios de rotura, el criterio 3 prevalece de forma general, siendo el criterio 2 predominante para el caso de carga puntual y longitudes largas.

Supuesto 2: Estudio de los criterios de fallo, en función de la altura y la longitud del panel.
Para un panel de b=0.6 m, d=0.08 y 0.22 m y e=0.004 m, el estudio se muestra en las figuras 14, 15 y 16.

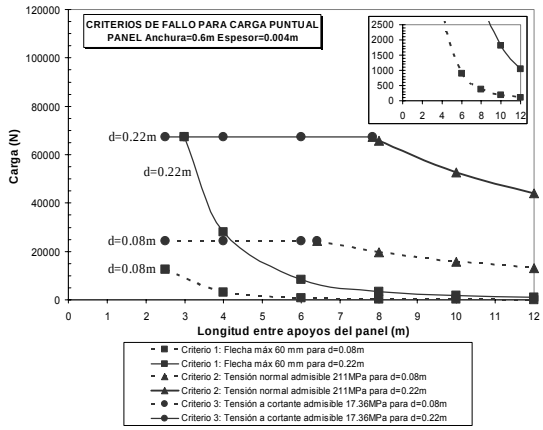


Figura 14. Curvas Carga puntual vs Longitud del panel para los criterios de fallo en el supuesto 2.

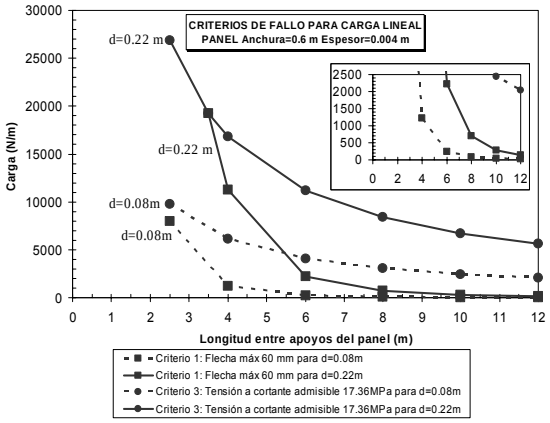


Figura 15. Curvas Carga lineal vs Longitud del panel para los criterios de fallo en el supuesto 2.

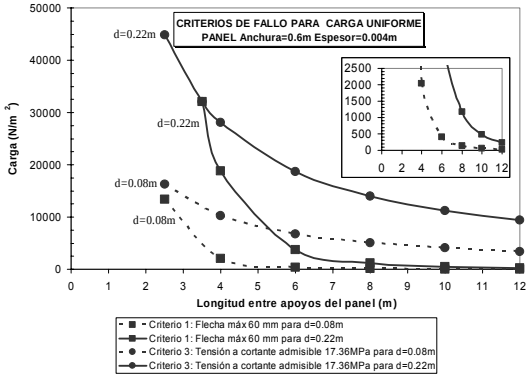


Figura 16. Curvas Carga distribuida uniformemente vs Longitud para los criterios de fallo en el supuesto 2.

Se observa el mismo comportamiento que en el supuesto 1, excepto que para longitudes cortas, cuando la altura del panel es mayor, prevalece el criterio 3 de fallo. Por otro lado, se aprecia cómo al aumentar la altura aumentan de forma importante las prestaciones mecánicas del panel. Este parámetro dimensional se muestra más relevante que la anchura o el espesor de la piel de cara a mejorar las características estructurales de este tipo de elementos cuando se someten al tipo de esfuerzos considerados en este trabajo.

Si nos atenemos a las potenciales aplicaciones del panel en el sector de la construcción, según el Código Técnico de la Edificación [17] se considera como sobrecarga a soportar 100 kg/m^2 para verificar el cumplimiento de seguridad estructural y aptitud al servicio del elemento. Según lo anterior, en estos paneles prevalece el criterio de fallo 1, quedando los criterios 2 y 3 muy por encima. Por tanto, esto garantiza la integridad de los paneles (véase los detalles incluidos en las figuras).

6. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado y analizado el fallo mecánico de paneles sándwich de material compuesto de matriz polimérica fabricados por pultrusión.
Se ha demostrado el fuerte carácter anisótropo que presentan las caras externas que forman el panel sándwich.

Se ha comprobado para la geometría ensayada que la rotura es producida por los esfuerzos cortantes

generados debido a la anisotropía que presentan las caras externas del panel. Los resultados obtenidos a través de dos ensayos diferentes (tracción sobre probetas y flexión sobre muestras de panel) presentan concordancia.

Se ha estudiado la aplicación estructural de los paneles ensayados y se ha obtenido que el criterio de fallo predominante es su excesiva deformación (Criterio 1). Por otro lado, el criterio tensional crítico es la rotura por cortante en dirección transversal a las fibras de refuerzo.

Estos paneles según el CTE, garantizan la seguridad estructural y aptitud al servicio.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la empresa Aries Pultrusión S.L. por su colaboración en la fabricación de los paneles sándwich.
Este trabajo ha sido financiado por el Plan Nacional de I+D+I dentro del Programa CENIT 2006-2009, Proyecto PROMETEO.

REFERENCIAS

[1] Donald V. Rosato, David P. DiMattia, Dominick V. Rosato, "*Designing with plastics and composites"*, Van Nostrand Reinhold, New York, 1991.
[2] Y.X. Zhang, C.H. Yang. Composite Structures 2009;88:147-157.
[3] Zhenhua Wu et al. Composites:Part B 2009;40:125-133.
[4] E.W. Andrews, N.A. Moussa. International Journal of Impact Engineering 2009; 36:418-425.
[5] Uwe Zerbst et al. Engineering Fracture Mechanics 2009; 76:5-43.
[6] Masaharu Iwamoto et al. Engineering Fracture Mechanics 1999; 64:721-745.
[7] Masaharu Iwamoto et al. Engineering Fracture Mechanics 1999; 64:747-764.
[8] H. Ghasemnejad et al. Composite structures 2009;88:253-261.
[9] Valery V. Vasiliev, Evgeny V. Morozov. *Mechanics and Analysis of Composite Materials*. Elsevier, Oxford, 2001.
[10] Y. Zhang. Composite Structures 2009;88:121-130.
[11] Sushovan Roychowdhury et al. Engineering Fracture Mechanics 2002; 69:983-1002.
[12] James G. Gere, "*Timoshenko Resistencia de Materiales*",Thomson, 2002.
[13] William D. Callister, " *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*", Reverté, 1996.
[14] C. Balzani, W. Wagner. Engineering Fracture Mechanics 2008; 75:2597-2615.
[15] B.R.K. Blackman, A.J. Brunner, J.G. Williams. Engineering Fracture Mechanics 2006;73:2443-2455.
[16] Sanjay K. Mazumdar, "*Composites manufacturing: Materials, Product and Process Engineering*", CRC Press, 2002.
[17] Código Técnico de la Edificación. Marzo 2006

APLICACION DEL PROCEDIMIENTO ASME-API 579 PARA EL DISEÑO EN FATIGA DE VASIJAS DE ALTA PRESION BOBINADAS

J. M. Alegre[1], P. M. Bravo[1], I. I. Cuesta[1]

[1] Departamento de Ingeniería Civil, E.P.S. de Burgos, Universidad de Burgos,
C/ Villadiego s/n, 09001, Burgos, España
E-mail: jalegre@ubu.es

RESUMEN

El bobinado de vasijas de alta presión es una técnica utilizada para introducir tensiones iniciales de compresión en el interior de una vasija, con el objetivo de mejorar su vida útil bajo condiciones cíclicas de trabajo (presurización-despresurización). El presente trabajo presenta el procedimiento para calcular el número de ciclos de diseño, utilizando la mecánica de fractura y los conceptos de integridad estructural. En particular, se utiliza el procedimiento API 579, para analizar la integridad estructural de la vasija durante la fase de propagación. Partiendo de una fisura inicial semi-elíptica se va determinando el número de ciclos de diseño, actualizando la forma de la fisura durante su crecimiento y evaluando la integridad estructural de la vasija mediante el diagrama FAD correspondiente. La fisura crítica que produce la rotura de la vasija también se evalúa mediante el diagrama FAD. Diferentes modelos de propagación que consideran el efecto del ratio de tensiones, *R*, son analizados dada la especial importancia que presentan para el estudio de las vasijas bobinadas. Además, se proporcionan unas expresiones del factor de intensidad de tensiones en fisuras iniciadas en el interior de cilindros sometidos a presión interior, que facilitan la integración numérica de la ley de propagación, considerando el cambio de forma de la fisura durante su desarrollo.

ABSTRACT

The wire-winding of high pressure vessels is a technique usually applied to introduce initial compressive stresses in the inner core of the vessel, with the aim to improve the fatigue life under cyclic pressure conditions. The present work presents the procedure followed to calculate the number of design cycles, using the fracture mechanics approach and the structural integrity concepts. In particular, the API 579 procedure is used to analyse the structural integrity of the vessel along the crack propagation stage. Starting from a semi-elliptical crack the number of cycles is being determined, the flaw aspect ratio is being updated and the structural integrity of the cracked vessel is being evaluated using the Failure Assessment Diagram. Different propagation laws that take into account the effect of R-ratio are analysed, because of their high influence on the fatigue life of wire-wound vessels. In addition, the present work presents useful expressions for determining the SIF of the internal semi-elliptical cracks in high pressure vessels. This feature is essential in order to carry out the numerical integration of the number of cycles, updating the flaw aspect ratio during crack propagation.

PALABRAS CLAVE: API 579, wire-winding, fatigue life, high pressure vessel, stress intensity factor.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las técnicas más utilizadas actualmente en el diseño de vasijas a alta presión (>5000 bar) es el proceso de enrollamiento o *wire winding*. La técnica consiste en bobinar el cuerpo de la vasija con un fleje continuo de acero de alto límite elástico, consiguiendo con cada vuelta comprimir gradualmente el núcleo de la vasija. De esta forma se obtienen altas tensiones residuales de compresión en el interior de la vasija (en contacto directo con la presión). Por el contrario el fleje con el que se realiza el bobinado se ve sometido a elevadas tensiones de tracción. Con estas tensiones de compresión se consigue aumentar considerablemente la vida en fatiga de la vasija ante cargas cíclicas de trabajo (presurización y despresurización).

Los principales códigos de diseño (ej. ASME 2008 [1]) van incorporando la obligatoriedad de que el cálculo de la vida en fatiga de la vasija sea efectuado considerando los procedimientos de integridad estructural. La vida en fatiga de la vasija se venía obteniendo, generalmente, partiendo de una fisura inicial con una relación $\frac{1}{3}$ que se mantenía invariable durante todo el proceso de fatiga. Es decir que la forma de fisura no se actualizaba durante su crecimiento. Esta manera de proceder simplifica el cálculo de los factores de intensidad de tensiones, facilitando la integración numérica de la ley de propagación, pero resta precisión a la predicción del número de ciclos efectuada. Por otro lado la fisura final se estimaba en base a la tenacidad a fractura del material, sin tener en cuenta generalmente los efectos de plasticidad cuando la fisura alcanza un tamaño relevante.

La metodología basada en los procedimientos de integridad estructural presenta una serie de diferencias significativas en el cálculo de la fatiga. Por un lado, la fisura inicial debe ser actualizada durante su desarrollo, variando la relación de aspecto de la misma, lo cual introduce una complejidad añadida por el hecho de tener que calcular el factor de intensidad de tensiones (FIT) al menos en el centro y en los extremos de la fisura, y actualizar dicha forma durante el crecimiento de la misma. Para ello se debe disponer de unas expresiones de cálculo del factor de intensidad de tensiones, que sean fácilmente integrables durante la fase de desarrollo. Por otro lado la fisura final se establece en base a la integridad estructural del componente. En ese sentido se debe obtener el diagrama de fallo FAD del material, e ir evaluando la integridad de la fisura actual para verificar que se sitúa en la zona segura. En el momento en el que la fisura alcance el tamaño crítico la superficie del diagrama FAD es alcanzada. Si la fisura crítica no es alcanzada hasta llegar al límite del espesor de la vasija se puede asegurar la condición de fuga antes de rotura.

El presente trabajo presenta una descripción del procedimiento y los pasos a seguir para el cálculo de la vida en fatiga siguiendo esta filosofía. Se proporciona además unas expresiones del factor de intensidad de tensiones en fisuras iniciadas en el interior de cilindros sometidos a presión interior, que facilitan la integración numérica de la ley de propagación, actualizando la forma de la fisura durante su desarrollo. Este último apartado es fundamental, dado que permite automatizar el cálculo de la vida en fatiga actualizando la relación de aspecto, sin tener que realizar incomodas interpolaciones en las soluciones tabuladas, proporcionadas tradicionalmente en la literatura para este tipo de fisuras.

2. ESTADO TENSIONAL EN VASIJAS BOBINADAS

Las tensiones iniciales de compresión, introducidas en el interior de vasijas bobinadas, dependen de una serie de variables como la tensión de bobinado del fleje, el número de vueltas de bobinado y las dimensiones de la vasija. Existen en la literatura expresiones analíticas para calcular las tensiones en la sección central de una vasija de gran longitud [1] o métodos numéricos que permiten calcular el estado tensional también en la zona próxima a los bordes [2]. Dichas expresiones y métodos no se repiten en el presente trabajo, simplemente se presenta la forma general de dicho estado tensional, mostrando el efecto beneficioso del bobinado en el interior de la vasija (Figura 1).

Durante los ciclos de trabajo, cuando la vasija esté sometida a la presión interna, el estado tensional resultante se puede obtener sumando las tensiones iniciales de compresión más las debidas exclusivamente a la presión, que responden a las conocidas ecuaciones de Lamé de las tensiones en un cilindro de gran espesor sometido a una presión interna [3].

Se puede observar como el efecto de las tensiones iniciales de compresión reduce el nivel de tensión media en el interior de la vasija, aunque el nivel de tensión alterna se mantiene, independientemente de las tensiones de bobinado.

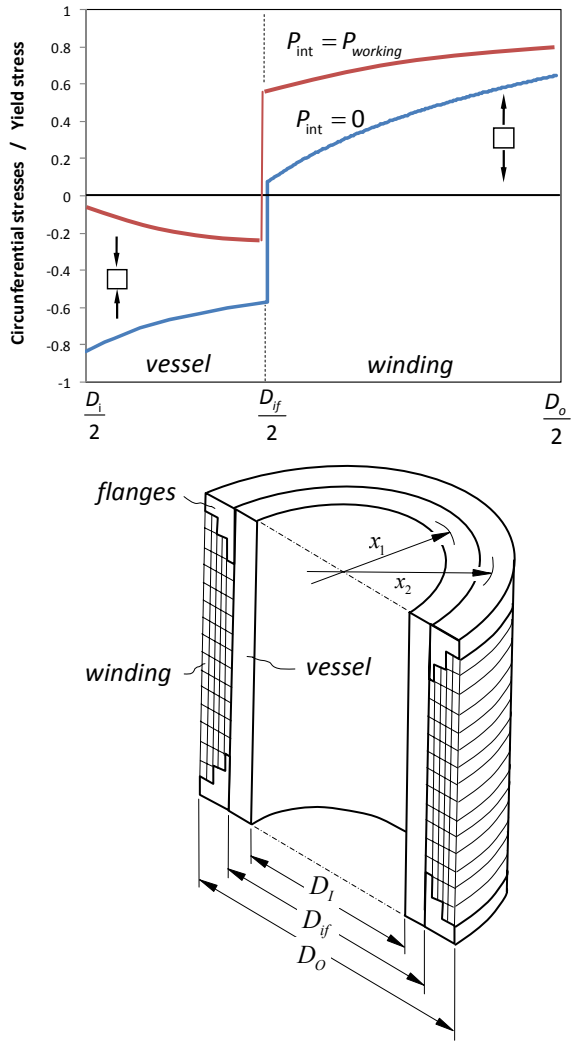


Figura 1. Vasijas bobinadas y estado tensional.

3. BREVE DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO API-579

Los procedimientos de integridad estructural representan una útil herramienta para el análisis de la vida en fatiga de diferentes componentes. Su aplicación para evaluar la fisura crítica que define el final del proceso de fatiga constituye uno de sus principales atractivos.

El procedimiento API 579 [4] ha sido desarrollado para proporcionar una herramienta de análisis de la integridad estructural de fisuras frecuentemente encontradas en vasijas de alta presión, tuberías y depósitos de almacenamiento. Está basado en el uso del diagrama de fallo (FAD), que puede obtenerse mediante tres niveles de análisis en función de las propiedades del material disponibles. La Figura 2 ilustra el concepto y aplicación del diagrama FAD.

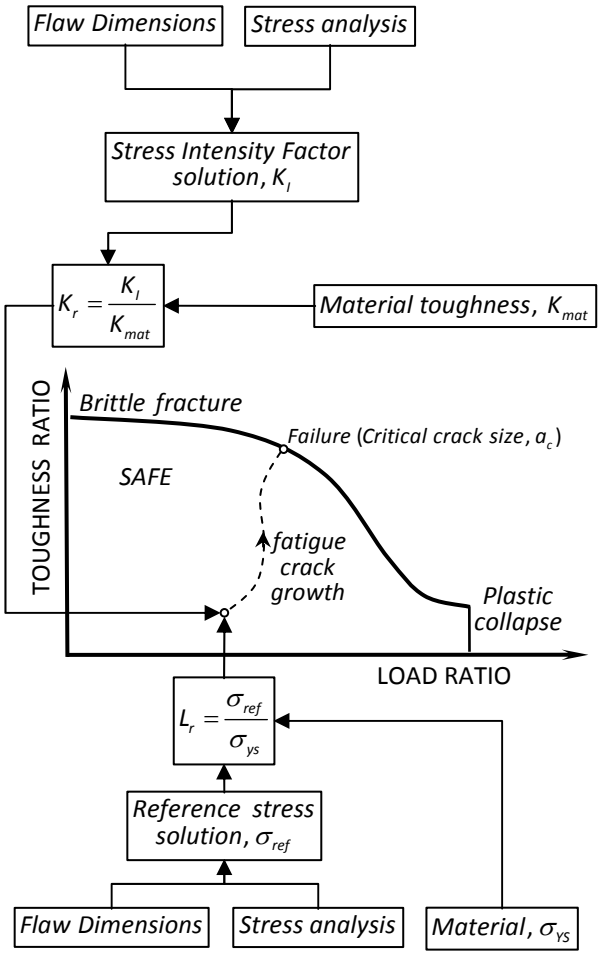


Figura 2. Esquema para la evaluación de la integridad estructural a lo largo de la propagación por fatiga.

El *nivel 1* es muy conservador, y está pensado para su utilización con muy poca información del componente y de los posibles defectos en el mismo.

El *nivel 2* es más habitual, y utiliza la misma expresión general que los procedimientos R6 (Option 1) y BS 7910 (Level 2) para la definición de la línea de fallo,

$$K_r = \left[1 - 0.14(L_r)^2\right]\left\{0.3 + 0.7\exp\left[-0.65(L_r)^6\right]\right\} \qquad (1)$$

Donde el ratio de tenacidad viene definido como,

$$K_r = \left(K_I^P + \phi K_I^{SR}\right) / K_{mat} \qquad (2)$$

siendo K_I^P es el factor de intensidad de tensiones debido a las cargas primarias, K_I^{SR} es el factor de intensidad de tensiones debido a las cargas secundarias y residuales, ϕ es un factor de corrección por plasticidad, y K_{mat} la tenacidad del material.

El ratio de carga se define como,

$$L_r = \sigma_{ref} / \sigma_{YS} \qquad (3)$$

donde σ_{ref} es la tensión de referencia y σ_{YS} representa el límite elástico del material.

El diagrama FAD tiene una línea de corte en la zona de colapso definida mediante la resistencia a tracción σ_{TS} ,

$$L_{r(\max)} = \frac{1}{2}\left(1 + \frac{\sigma_{TS}}{\sigma_{YS}}\right) \qquad (4)$$

El apéndice C del procedimiento API579 incluye una extensa librería de soluciones del factor de intensidad de tensiones y de la tensión de referencia aplicable a fisuras internas y externas en cilindros y otras geometrías comunes [4].

El *nivel 3* del procedimiento API 579 es el más avanzado y dispone de una gran flexibilidad para su aplicación en función de los datos disponibles. Las opciones que podemos encontrar dentro de este nivel de análisis son:

- Método A – Nivel 2 con coeficientes de seguridad ajustados por el usuario o análisis un probabilístico.
- Método B – Determinación de un diagrama FAD específico para el material, similar a la Opción 2 del procedimiento R6.
- Método C – Diagrama FAD basado en la integral *J*, obtenido mediante un análisis de EF elasto-plástico, similar a la Opción 3 del procedimiento R6.
- Método D – Evaluación mediante las propiedades de desgarro dúctil.
- Método E – A partir del uso de otro procedimiento reconocido como R6 o BS 7910.

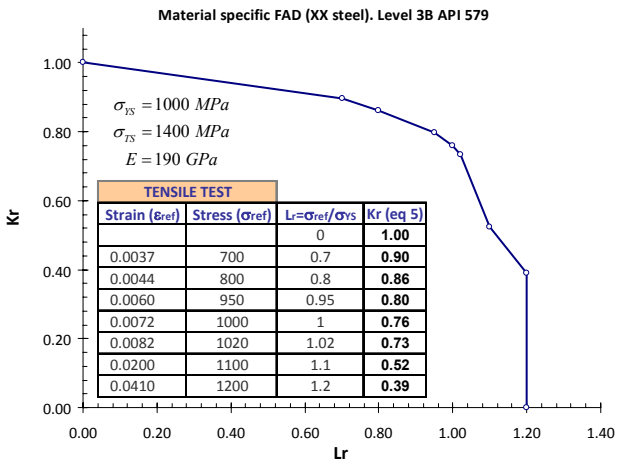
Dentro del nivel 3, el más habitual es el método B, que utiliza la curva tensión deformación del material para construir el diagrama FAD. El procedimiento a seguir se resume en los siguientes párrafos:

- Obtener la curva tensión deformación del material, en variables ingenieriles. En particular es necesario disponer de los datos de la curva de tracción en valores $\sigma / \sigma_{YS} = 0.7,0.8,0.98,1.0,1.02,1.1,1.2$ y en intervalos de 0.1 hasta alcanzar σ_{TS} . Este aspecto dependerá de la forma de la curva de tracción.

- Definir el diagrama FAD a partir de la siguiente expresión,

$$K_r(L_r) = \left(\frac{E\varepsilon_{ref}}{L_r\sigma_{YS}} + \frac{(L_r)^3\sigma_{YS}}{2E\varepsilon_{ref}}\right) \quad si \quad 0.0 < L_r \le L_{r(\max)} \qquad (5)$$
$$K_r(L_r) = 1.0 \qquad si \quad L_r = 0$$

En la Figura 3 se presenta, a modo de ejemplo, un esquema del diagrama FAD de un material, obtenido mediante el nivel 3B del procedimiento API 579.



TENSILE TEST			
Strain (εref)	Stress (σref)	Lr=σref/σys	Kr (eq 5)
		0	**1.00**
0.0037	700	0.7	**0.90**
0.0044	800	0.8	**0.86**
0.0060	950	0.95	**0.80**
0.0072	1000	1	**0.76**
0.0082	1020	1.02	**0.73**
0.0200	1100	1.1	**0.52**
0.0410	1200	1.2	**0.39**

Figura 3. Ejemplo de determinación de diagrama FAD a partir de la curva de tracción.

4. PROCEDIMIENTO PARA EL CALCULO DE LA VIDA EN FATIGA

En el presente apartado se presenta el procedimiento seguido para el cálculo de la vida en fatiga de vasijas bobinadas aplicando los conceptos de la mecánica de fractura y de evaluación de la integridad estructural.

5.1. Condiciones de la fisura inicial

El cálculo de la vida en fatiga de un componente, según la Mecánica de Fractura, comienza con el postulado de una fisura inicial. En este caso se ha considerado una fisura inicial semielíptica de profundidad a_0 y longitud $\ell_0 = 2c_0$, tal y como se presenta en la Figura 4.

Una relación inicial de aspecto a_0 / ℓ_0 igual a $\frac{1}{3}$ suele ser aconsejada en los códigos de diseño para este tipo de componentes. El valor de a_0 depende de la resolución del procedimiento de inspección inicial de la vasija que se utilice en cada caso (ultrasonidos, líquidos penetrantes, etc). Un valor típico es $a_0 = 0.2\,mm$.

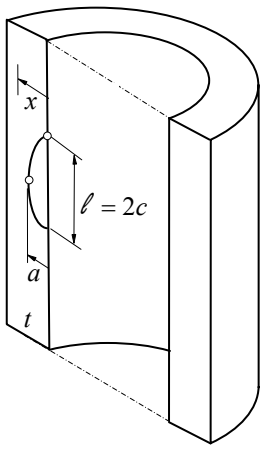


Figura 4. Representación esquemática de la fisura

5.2. Cálculo del rango del factor de intensidad de tensiones

El primer paso del análisis en fatiga consiste en calcular el rango del factor de intensidad de tensiones en el centro y en los extremos de la fisura inicial.

En el caso de vasijas bobinadas, el cálculo del rango del factor de intensidad de tensiones ΔK_I y del ratio del factor de intensidad de tensiones R debe calcularse teniendo en cuenta las tensiones iniciales de compresión y cíclicas las debidas a la presión de trabajo. En ese sentido se procede a calcular (a) un hipotético FIT debido a las tensiones de compresión del bobinado, $K_{I,res}$, que será menor que cero, y (b) los FIT debido exclusivamente al ciclo de tensión que serán $K_{I(\min)} = 0$ para $P = 0$ y $K_{I(\max)}$ para $P = P_{working}$.

Por lo tanto, para la pieza descargada el FIT es $K_{I(\min)} + K_{I,res}$ y para la pieza bajo presión el FIT es $K_{I(\max)} + K_{I,res}$. En consecuencia, el rango del factor de intensidad de tensiones será:

$$\begin{aligned}\Delta K_I &= (K_{I(\max)} + K_{I,res}) - (K_{I(\min)} + K_{I,res}) = \\ &= K_{I(\max)} - K_{I(\min)} = K_{I(\max)}\end{aligned} \tag{6}$$

y el ratio del factor de intensidad de tensiones,

$$R = \frac{K_{I(\min)} + K_{I,res}}{K_{I(\max)} + K_{I,res}} \tag{7}$$

Obsérvese que el efecto del bobinado consiste únicamente en un desplazamiento del ratio $-R$ hacia valores negativos, sin influencia en el rango de ΔK_I.

Los valores de $K_{I,res}$ y $K_{I(\max)}$ se pueden obtener a partir de las expresiones desarrolladas en el apartado 6 del presente trabajo, utilizando (a) la distribución de tensiones inciales debidas al bobinado para obtener $K_{I,res}$, y (b) la distribución de tensiones debidas exclusivamente a la presión interior (sin considerar las tensiones de bobinado) para obtener $K_{I(\max)}$.

5.3. Evaluación de la integridad estructural

El valor máximo del factor de intensidad de tensiones se puede producir en el centro o en los extremos, dependiendo del estado tensional de la vasija. Con el valor máximo se determina el valor de K_r como

$$K_r = max\left[K_{I(\max)}(a_0), K_{I(\max)}(c_0)\right] / K_{mat} \tag{8}$$

El valor de $L_r = \sigma_{ref} / \sigma_{YS}$ requiere del cálculo de la tensión de referencia para la geometría de interés σ_{ref},

cuya solución se encuentra recogida en el Apéndice C del procedimiento API 579 [4].

El siguiente paso es evaluar la integridad estructural de la vasija en este estado de fisuración, situando en el diagrama FAD el punto correspondiente a (K_r, L_r) para la fisura inicial, tal y como se ha presentado en el esquema de la Figura 2. Si el punto está situado dentro del diagrama FAD la fisura es compatible con la seguridad de la estructura, y en consecuencia se puede producir el crecimiento de la fisura por fatiga.

5.4. Cálculo del número de ciclos en para un avance Δa

Una vez conocidos los rangos del FIT en el centro y extremos, y evaluada la integridad estructural de la fisura actual, se procede a efectuar un avance del centro de la fisura de valor Δa (p.e. $\Delta a = 0.01 mm$) y a evaluar el número de ciclos ΔN_i necesario para conseguir este avance. El número de ciclos puede calcularse mediante la integración numérica de la ley de velocidad de propagación de fisura, particularizada en el centro de la fisura, es decir,

$$\Delta N_i = \frac{\Delta a}{C \cdot \left[f(R) \cdot \Delta K_I(a_0) \right]^m} \tag{9}$$

donde se ha definido una ley de propagación del tipo

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \left[f(R) \cdot \Delta K_I \right]^m \tag{10}$$

donde C y m son constantes del material, $f(R)$ es una función que considera el efecto del ratio $-R$, y que será analizada en detalle en el apartado 5 de este trabajo.

En la expresión (9) se asume que el valor de $K_I(a_0)$ es constante en el intervalo de integración definido por el valor de avance de la fisura Δa, con lo cual se comete un error que será tanto mayor cuanto mayor sea el tamaño de Δa considerado, comparado con la profundidad de la fisura.

5.4. Actualización de la forma de la fisura

A continuación procedemos a calcular la nueva forma de la fisura. El rango del factor de intensidad de tensiones en el centro y en los extremos de la fisura, $\Delta K_I(a_0)$ y $\Delta K_I(c_0)$, será en general diferente, y por lo tanto el crecimiento de la fisura en el centro y en los extremos también será diferente después de la aplicación de ΔN_i. El centro de la fisura ha crecido Δa, tal y como se ha impuesto, por lo tanto el avance de los extremos Δc después de ΔN_i ciclos será:

$$\Delta N_i = \frac{\Delta a}{C \cdot \left[f(R) \cdot \Delta K_I(a_0) \right]^m} = \frac{\Delta c}{C \cdot \left[f(R) \cdot \Delta K_I(c_0) \right]^m} \tag{11}$$

En consecuencia, se puede calcular el avance de los extremos en función del avance central impuesto y de la relación entre los rangos del FIT entre el centro y los extremos,

$$\Delta c = \Delta a \cdot \left[\frac{\Delta K_I(c_0)}{\Delta K_I(a_0)} \right]^m \tag{12}$$

El valor de a_0 y c_0 en la expresión anterior se irá actualizando por el valor de a y c a lo largo de la propagación.

A continuación se actualiza la forma de la fisura desde la forma anterior, transcurrido el número de ciclos ΔN_i. Con los nuevos valores de fisura $a = a_0 + \Delta a$ y $c = c_0 + \Delta c$, se procede a repetir todos los pasos anteriores, calculando el rango del FIT en el centro y extremos, evaluando la integridad estructura y calculando el número de ciclos para un nuevo avance diferencial.

5.5. Fisura final y ciclos de diseño

Para el cálculo de los ciclos de diseño se procede a actualizar la fisura y acumular ciclos de propagación, de la forma presentada en el apartado anterior, hasta que se alcanza una longitud y forma de la fisura tal que el punto correspondiente (K_r, L_r) alcanza la línea de la superficie de fallo del diagrama FAD. En ese instante se asume que se produce la rotura de la vasija, y el número de ciclos acumulado hasta el momento representa la vida en fatiga desde la fisura inicial postulada.

Se debe asegurar que el intervalo de integración utilizado durante todo el proceso de simulación, Δa, ha sido suficientemente pequeño. Para ello es aconsejable repetir el cálculo con un tamaño de avance de fisura menor hasta observar que su efecto en el número de ciclos calculado es despreciable.

Mediante este procedimiento resulta bastante interesante analizar, por ejemplo, el efecto de la forma inicial de la fisura inicial en la vida en fatiga de la vasija, o garantizar la condición de fuga antes de rotura en el caso de no alcanzar la línea de fallo del diagrama FAD cuando $a/t \to 1$.

5. LEY DE PROPAGACION

En este tipo de componentes la ley de propagación utilizada puede condicionar enormemente el número de ciclos de diseño estimado. En depósitos convencionales, y en general en vasijas donde no existan tensiones iniciales de compresión en el interior provocadas por otros procedimientos (como el autozunchado), el valor de $K_{I,min} = 0$, y por lo tanto $R = K_{I,min} / K_{I,max} = 0$ pudiendo utilizar directamente la ley de propagación

obtenida a partir de los ensayos experimentales habituales ($R = 0.1$), propuesta por Paris [5],

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m \tag{13}$$

Sin embargo, en las vasijas de alta presión bobinadas se introducen mediante el bobinado unas elevadas tensiones iniciales de compresión. Este efecto se traduce en una disminución del valor de la tensión media, y en consecuencia una disminución del valor de R, que puede alcanzar incluso valores de $R = -2$.

Durante las últimas décadas numerosos estudios y modelos han sido desarrollados para tener en cuenta el efecto del cierre de fisura como consecuencia de diferentes valores de R. Elber (1970) [6] introduce el concepto de cierre de fisura y define rango del factor de intensidad de tensiones efectivo ΔK_{eff} en la ley de propagación del material, obteniendo una expresión general del tipo,

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K_{eff})^m \tag{14}$$

A partir de ese momento numerosos trabajos se centran en la búsqueda de una expresión para ΔK_{eff} cuya forma general puede ser escrita como,

$$\Delta K_{eff} = f(R,...) \cdot \Delta K \tag{15}$$

Donde la función $f(R,...) \le 1.0$ para $R < 0$, y puede depender, además de R, del material, de la geometría de la probeta y componente, etc.

Walker (1970) [7] propone un modelo empírico basado en ensayos experimentales y ajuste de las curvas de propagación. Este modelo es ampliamente utilizado para considerar el efecto de R en la ley de propagación del material, presentando una forma del tipo,

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \left[(1-R)^p \Delta K \right]^m \tag{16}$$

La ecuación (16) es similar a la ley de Paris cuando $R = 0$. Sin embargo no parece claro que se pueda utilizar esta expresión para cualquier rango de R [8].

Kujawski [9] expande el modelo de Walker para valores negativos de R desarrollando un modelo biparamétrico, con los valores ΔK^+ y $K_{\max}$ y una ley de propagación de la forma,

$$\Delta K_{eff} = (K_{\max})^p \cdot (\Delta K^+)^{1-p} \tag{17}$$

Donde ΔK^+ es la parte positiva del rango del FIT aplicado, basándose en la premisa de que para un valor de $R < 0$ la parte negativa de ΔK no contribuye a la propagación de la fisura.

Esta suposición presenta algunos inconvenientes dado que la parte negativa de ΔK genera fuertes tensiones de compresión en el entorno de la fisura que tiene influencia en el cierre de la fisura. Es ese sentido, Huang [10] propone una variación en el modelo introduciendo un valor del parámetro p diferente para la zona de $R \ge 0$ y para la zona de $R \le 0$, obteniendo,

$$\Delta K_{eff} = (K_{\max})^p \cdot (\Delta K^+)^{1-p} = \begin{cases} (1-R)^p \cdot \Delta K & para \quad 0 \le R \le 1 \\ (1-R)^{-1} \cdot \Delta K & para \quad -1 \le R \le 0 \end{cases} \tag{18}$$

donde p es una constante dependiente del material.

Varios autores también proponen para valores de $R \le 0$ una expresión del tipo,

$$\frac{da}{dN} = C \left[(1-R)^{-1} \Delta K \right]^m \tag{19}$$

El código ASME, propone aplicar una expresión similar, pero mucho más conservadora, definiendo la ley de propagación para valores de $R \le 0$,

$$\frac{da}{dN} = C \left[\frac{1.5}{1.5-R} \Delta K \right]^m \tag{20}$$

La diferencia entre el modelo de Huang y la expresión propuesta por el código ASME se incrementa cuanto mayor sea el valor de R, en la zona negativa, de tal forma que para un material con $m = 3.0$ y una valor del estado tensional de $R = -1.0$ el número de ciclos estimado por el código ASME es 1.73 veces inferior, y para una valor de $R = -2.0$ la diferencia se eleva hasta 2.12 veces, es decir un número de ciclos inferior a la mitad. Si a esto añadimos que el código ASME obliga a dividir el número de ciclos de diseño por un factor de 2, nos encontramos con que la vida de diseño según el código ASME puede situarse en 4 veces inferior a la estimada por otros modelos.

6. FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES

El método tradicionalmente utilizado para obtener el FIT en fisuras longitudinales iniciadas en la pared interna de cilindros sometidos a presión interior (Figura 4) se basa en el cálculo de las tensiones de apertura de grieta ajustadas mediante un polinomio de tercer grado de la forma:

$$\sigma = A_0 + A_1 \cdot (x/a) + A_2 \cdot (x/a)^2 + A_3 \cdot (x/a)^3 \tag{21}$$

Donde A_0, A_1, A_2 y A_3 son constantes procedentes del ajuste de la distribución de tensiones, a es la

profundidad de la fisura, x es la distancia desde el borde interior del cilindro en dirección de la fisura, tal y como se ha presentado en la Figura 4. El coeficiente A_0 debe incluir la suma de la presión interior actuante en los labios de la fisura. El factor de intensidad de tensiones de la fisura semielíptica se puede obtener como [4]:

$$K_I = \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} \cdot \left[G_0 A_0 + G_1 A_1 a + G_2 A_2 a^2 + G_3 A_3 a^3 \right] \qquad (22)$$

donde los coeficientes G_j han sido resueltos por varios autores, p. ej. Newman y Raju [11], para diferentes dimensiones, y Q es la integral elíptica completa de segundo orden.

$$Q = 1 + 1.464 \left(\frac{a}{c} \right)^{1.65} \qquad para \qquad 0 \le a/c \le 1 \qquad (23)$$

Los actuales códigos de diseño, y las soluciones tradicionales aportadas en la literatura presentan los coeficientes G_j de forma tabulada, en función de las relaciones de forma a/ℓ, y tamaño a/t.

Dichas expresiones permiten calcular el factor de intensidad de tensiones y en el centro y en los extremos de la fisura, para cualquier relación $a/2c$ y a/t. Los coeficientes G_i se obtienen a partir de la siguiente expresión general:

$$G_{i=0,1,2,3} = \begin{cases} Y_0 + 10 \cdot (Y_1 - Y_0) \left[\frac{a}{2c} \right] & for \ 0.0 < \frac{a}{2c} \le 0.1 \\ Y_1 + 10 \cdot (Y_2 - Y_1) \left[\frac{a}{2c} - 0.1 \right] & for \ 0.1 \le \frac{a}{2c} \le 0.2 \\ Y_2 + 10 \cdot (Y_3 - Y_2) \left[\frac{a}{2c} - 0.2 \right] & for \ 0.2 \le \frac{a}{2c} \le 0.3 \\ Y_3 + 10 \cdot (Y_4 - Y_3) \left[\frac{a}{2c} - 0.3 \right] & for \ 0.3 \le \frac{a}{2c} \le 0.4 \\ Y_4 + 10 \cdot (Y_5 - Y_4) \left[\frac{a}{2c} - 0.4 \right] & for \ 0.4 \le \frac{a}{2c} \le 0.5 \end{cases}$$

(24)

Donde las funciones Y_i se obtienen mediante las expresiones (25) a (28), para los extremos de la fisura y mediante las expresiones (29) a (32) para el centro de la fisura.

G_o *for* $K_{I,extremos}$

$$\begin{cases} Y_1 = 0.657302\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.242102\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.70961\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.08712\left(\frac{a}{t}\right) + 0.5452 \\ Y_2 = 0.299912\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.049701\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.64204\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.07912\left(\frac{a}{t}\right) + 0.7493 \\ Y_3 = 0.135121\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.005769\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.59022\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.06077\left(\frac{a}{t}\right) + 0.9024 \\ Y_4 = 0.051713\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.006835\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.54750\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.03913\left(\frac{a}{t}\right) + 1.0297 \\ Y_5 = 0.001790\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.003425\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.50321\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.01709\left(\frac{a}{t}\right) + 1.1406 \end{cases}$$

(25)

G_1 *for* $K_{I,extremos}$

$$\begin{cases} Y_1 = 0.320217\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.183483\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.223074\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.023451\left(\frac{a}{t}\right) + 0.07259 \\ Y_2 = 0.131695\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.046368\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.150275\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.065207\left(\frac{a}{t}\right) + 0.10384 \\ Y_3 = 0.056900\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.010124\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.101266\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.097197\left(\frac{a}{t}\right) + 0.12799 \\ Y_4 = 0.017104\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.003203\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.056165\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.125117\left(\frac{a}{t}\right) + 0.14841 \\ Y_5 = 0.001342\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.001063\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.016023\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.149695\left(\frac{a}{t}\right) + 0.16649 \end{cases}$$

(26)

G_2 *for* $K_{I,extremos}$

$$\begin{cases} Y_1 = 0.174216\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.102528\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.103471\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.011365\left(\frac{a}{t}\right) + 0.02548 \\ Y_2 = 0.075771\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.033684\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.062586\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.041126\left(\frac{a}{t}\right) + 0.03444 \\ Y_3 = 0.034858\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.013955\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.033316\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.064694\left(\frac{a}{t}\right) + 0.04229 \\ Y_4 = 0.010695\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.001067\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.001861\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.086597\left(\frac{a}{t}\right) + 0.04949 \\ Y_5 = -0.00109\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.001749\left(\frac{a}{t}\right)^3 - 0.025150\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.105703\left(\frac{a}{t}\right) + 0.05629 \end{cases}$$

(27)

G_3 *for* $K_{I,extremos}$

$$\begin{cases} Y_1 = 0.115045\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.074310\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.063729\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.006054\left(\frac{a}{t}\right) + 0.01256 \\ Y_2 = 0.049427\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.024738\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.034269\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.027114\left(\frac{a}{t}\right) + 0.01578 \\ Y_3 = 0.025587\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.015740\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.016600\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.043720\left(\frac{a}{t}\right) + 0.01918 \\ Y_4 = 0.003854\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.004351\left(\frac{a}{t}\right)^3 - 0.010507\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.060288\left(\frac{a}{t}\right) + 0.02259 \\ Y_5 = 0.001255\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.002357\left(\frac{a}{t}\right)^3 - 0.023994\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.073333\left(\frac{a}{t}\right) + 0.02609 \end{cases}$$

(28)

G_0 *for* $K_{I,centro}$

$$\begin{cases} Y_0 = 121.00898\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 134.73674\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 53.8910\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 5.485392\left(\frac{a}{t}\right) + 1.22121 \\ Y_1 = -1.399094\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.182952\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 2.15566\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.024252\left(\frac{a}{t}\right) + 1.09650 \\ Y_2 = -0.725037\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.006716\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.91244\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000082\left(\frac{a}{t}\right) + 1.08561 \\ Y_3 = -0.433628\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.002685\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.51853\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000203\left(\frac{a}{t}\right) + 1.07271 \\ Y_4 = -0.323452\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.080372\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.48237\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.001379\left(\frac{a}{t}\right) + 1.05634 \\ Y_5 = -0.304319\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.005642\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.306019\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.000499\left(\frac{a}{t}\right) + 1.03659 \end{cases}$$

(29)

G_1 *for* $K_{I,centro}$

$$\begin{cases} Y_0 = 41.80340\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 46.70392\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 19.05639\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 2.075257\left(\frac{a}{t}\right) + 0.79655 \\ Y_1 = -0.16052\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.300104\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.775207\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.014967\left(\frac{a}{t}\right) + 0.66376 \\ Y_2 = -0.14931\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.001622\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.287479\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000048\left(\frac{a}{t}\right) + 0.68260 \\ Y_3 = -0.01597\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.010961\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.115395\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000616\left(\frac{a}{t}\right) + 0.70189 \\ Y_4 = 0.037944\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.004449\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.075087\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.000679\left(\frac{a}{t}\right) + 0.72142 \\ Y_5 = -0.00653\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.001969\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.061521\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000476\left(\frac{a}{t}\right) + 0.74111 \end{cases}$$

(30)

G_2 *for* $K_{I,centro}$

$$\begin{cases} Y_0 = 21.6358\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 24.24902\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 10.07470\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 1.160662\left(\frac{a}{t}\right) + 0.61850 \\ Y_1 = -0.14253\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.00275\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.312871\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000325\left(\frac{a}{t}\right) + 0.50779 \\ Y_2 = -0.02125\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.01117\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.141070\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.000684\left(\frac{a}{t}\right) + 0.53099 \\ Y_3 = 0.05948\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.005773\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.030759\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000634\left(\frac{a}{t}\right) + 0.55559 \\ Y_4 = 0.09914\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.000476\left(\frac{a}{t}\right)^3 - 0.003807\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000101\left(\frac{a}{t}\right) + 0.58150 \\ Y_5 = 0.04524\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.000179\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.013343\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.000343\left(\frac{a}{t}\right) + 0.60839 \end{cases}$$

(31)

G_3 *for* $K_{I,centro}$

$$\begin{cases} Y_0 = 13.41269\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 15.073303\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 6.366365\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.769575\left(\frac{a}{t}\right) + 0.51684 \\ Y_1 = -0.04979\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.003402\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.182528\left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.000325\left(\frac{a}{t}\right) + 0.42459 \\ Y_2 = 0.008699\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.003878\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.073959\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000512\left(\frac{a}{t}\right) + 0.44800 \\ Y_3 = 0.079331\left(\frac{a}{t}\right)^4 - 0.000799\left(\frac{a}{t}\right)^3 + 0.004348\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000118\left(\frac{a}{t}\right) + 0.47353 \\ Y_4 = 0.105673\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.004588\left(\frac{a}{t}\right)^3 - 0.028071\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.000395\left(\frac{a}{t}\right) + 0.50062 \\ Y_5 = 0.017883\left(\frac{a}{t}\right)^4 + 0.049532\left(\frac{a}{t}\right)^3 - 0.022733\left(\frac{a}{t}\right)^2 + 0.002046\left(\frac{a}{t}\right) + 0.52897 \end{cases}$$

(32)

Estas expresiones pueden introducirse en una hoja de cálculo de manera relativamente sencilla, y permiten efectuar la posterior integración numérica de la ley de propagación de la fisura, actualizando la forma de la fisura durante su crecimiento.

7. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha presentado la metodología para determinar la vida en fatiga de vasijas de alta presión bobinadas, utilizando la aproximación de la mecánica de fractura y evaluando la integridad estructural de la fisura en cada avance como paso para obtener la fisura crítica.

La ley de propagación representa uno de los aspectos más importantes en el análisis, debido a que en este tipo de componentes la propagación se produce con valores negativos del ratio $-R$. Las expresiones propuestas por el código ASME o por otras recientes investigaciones pueden diferir considerablemente hasta por un factor mayor de 2. En consecuencia es recomendable, para obtener una mayor exactitud en la estimación de la vida en fatiga, efectuar ensayos de propagación en distintos valores de $R < 0$ para determinar adecuadamente la función $f(R)$ en el entorno de la aplicación concreta.

Por otro lado, la aplicación de las expresiones proporcionadas para determinar el FIT en fisuras longitudinales iniciadas en el interior de vasijas a presión representa la base sobre la que se asienta el cálculo efectuado, dado que permiten realizar una actualización de la forma de la fisura durante su crecimiento, que sería inviable con las soluciones tabuladas proporcionadas tradicionalmente en la literatura y códigos de diseño.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del proyecto JCyL Ref: BU012A08, y de la Empresa NC-Hyperbaric..

REFERENCIAS

1. ASME, *Alternative Rules for Construction of High Pressure Vessels* in *Boiler and Pressure Vessel Code, Section VIII, Division 3*. 2007, American Society of Mechanical Engineers
2. Alegre, J.M., et al., *Simulation procedure of high pressure vessels using the wire winding technique.* Engineering Failure Analysis. **In Press, Corrected Proof**.
3. Timoshenko, S., J. N. Goodier, *Theory of Elasticity*. 1951, New York: McGraw-Hill Book Company, Inc.
4. ASME, *API 579-1/ASME FFS-1*, in *Fitness-For-Service*. 2007, American Society of Mechanical Engineers.
5. P. Paris, F.E., *A critical analysis of crack propagation laws.* Journal of Basic Engineering. Transactions of the American Society of Mechanical Engineers, 1963: p. 528-534.
6. Elber, W., *Fatigue crack closure under cyclic tension.* Engineering Fracture Mechanics, 1970. **2**(1): p. 37-44.
7. Walker, K., *The effect of stress ratio during crack propagation and fatigue for 2024-T3 and 7075-T6 aluminium.* Effects of Environments and Complex and Complex Load History on Fatigue Life. ASTM STP 462, 1970: p. 1-14.
8. A.H. Noroozi, G.G.a.S.L., *A two parameter driving force for fatigue crack growth analysis.* International Journal of Fatigue, 2005. **27**: p. 1277-1296.
9. Kujawski, D., *A new ([Delta]K+Kmax)0.5 driving force parameter for crack growth in aluminum alloys.* International Journal of Fatigue, 2001. **23**(8): p. 733-740.
10. Huang, X. and T. Moan, *Improved modeling of the effect of R-ratio on crack growth rate.* International Journal of Fatigue, 2007. **29**(4): p. 591-602.
11. Newman J.C. and I.S. Raju, *Stress intensity factor for internal and external surface cracks in cylindrical vessels.* J Press Vess Technol, 1982. **104**: p. 293-298.

ANÁLISIS EXPERIMENTAL Y FRACTOGRÁFICO DE LA ROTURA DE UNA PLATAFORMA ELEVADORA

J. Toribio, V. Kharin, F.J. Ayaso, B. González, J.C. Matos, D. Vergara y M. Lorenzo

Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

En este artículo se presenta el análisis del fallo en servicio de una plataforma elevadora utilizada para realizar labores de poda de árboles. Para determinar las causas de fallo se han empleado diversas técnicas encuadradas dentro de la Mecánica de Fractura que comprenden el análisis de la superficie de fractura, la caracterización mecánica y microestructural del material y la realización de ensayos propios de Mecánica de Fractura, con el fin de determinar el FIT critico y los parámetros que caracterizan la propagación subcrítica de fisuras bajo cargas de fatiga. Los resultados establecen que la causa de la rotura de la plataforma elevadora fue el crecimiento subcrítico de fisuras en la zona de la unión soldada de una de las articulaciones del mecanismo. Este proceso fue causado por deficiencias en la zona soldada donde el cordón presentaba discontinuidades (sólo estaba aplicado por completo en el lado exterior del perfil fracturado), de forma que se produjo un efecto concentrador de tensiones similar al generado por una fisura.

ABSTRACT

This paper presents the analysis of failure in service of a lifting platform used for tree pruning. Different fracture mechanics techniques were used to find the causes of failure, covering the analysis of the fracture surface, the mechanical and microstructural characterization of the material and the performance of fracture mechanics tests to determine the critical SIF and the parameters which characterize material subcritical crack growth under fatigue loading. Results establish that the cause of failure of the lifting platform was the subcritical crack growth in the weld joint at one of the mechanism links. This process was caused by faults in the weld joint where the welding was discontinuous so that it was completed *only* over the outer side of the fractured beam, thereby producing a stress concentration effect similar to that produced by a crack.

PALABRAS CLAVE: Análisis de fallo, Plataforma elevadora, Soldadura.

1. INTRODUCCIÓN

El trabajo presentado en este artículo comprende el análisis de la rotura en servicio de una plataforma elevadora utilizada en labores de poda de árboles. La función del sistema mecánico es elevar al operario y a las herramientas de poda hasta una altura aproximada de unos 10 m. El sistema mecánico, mostrado en la Figura 1, presenta dos grados de libertad formados por dos actuadores lineales que transmiten, de forma independiente, el movimiento de elevación a la cesta donde va alojado el operario.

La cadena cinemática del mecanismo está formada por dos cuadriláteros articulados (cf. Figura 1: cuadrilátero I y cuadrilátero II) unidos entre sí por un eslabón común. El cuadrilátero articulado inferior (cuadrilátero I) está formado, a su vez, por dos cuadriláteros articulados paralelos (cuadriláteros Ia y Ib) que presentan el mismo movimiento.

El fallo se produjo durante la poda de un árbol con el mecanismo situado en la posición que marca la altura de trabajo (10 m) produciendo la caída al vacío del operario que sufrió daños severos. El análisis *post mortem* del mecanismo reveló que el fallo se debió a la fractura de una de las barras longitudinales del cuadrilátero Ia en la articulación que unía esta barra con el eslabón común de los cuadriláteros Ia, Ib y el cuadrilátero II, tal como se muestra en el esquema del mecanismo de la Figura 1.

La plataforma elevadora estaba sometida durante su vida en servicio a continuos ciclos de ascenso y descenso, de tal forma que los eslabones del mecanismo sufrieron la aplicación de cargas variables en el tiempo. Bajo estas condiciones las uniones soldadas son especialmente sensibles al fallo debido a que el proceso de soldadura afecta a la microestructura del acero, produciendo una degradación de sus propiedades mecánicas en la zona soldada [1-4]. De esta forma los

procesos de iniciación y propagación de fisuras pueden aparecer a niveles inferiores de carga [5,6], y de hecho existen numerosos casos en los que ésta fue la causa de la rotura catastrófica [7]. Por este motivo la norma establece unas condiciones muy estrictas para realizar este tipo de uniones [8].

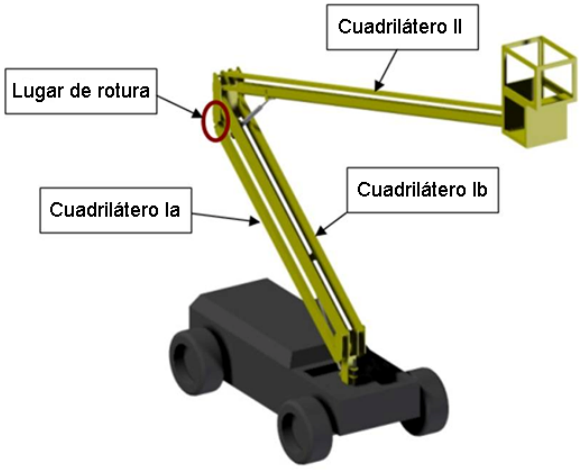


Figura 1. Esquema del sistema mecánico de la plataforma elevadora en el que se identifica el lugar en el que se produjo la fractura.

El análisis del fallo se ha establecido siguiendo las técnicas de la Mecánica de Fractura [9,10], que comprenden diferentes apartados. Inicialmente se realizó un exhaustivo análisis de las diferentes superficies de fractura, prestando una atención especial a las proximidades del cordón de soldadura, así como una inspección macroscópica de la zona de fractura y un análisis detallado de la zona de iniciación de fractura mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), para realizar una interpretación *post mortem* del proceso de fractura. Finalmente se realizó un amplio estudio experimental para caracterizar mecánica y micro-estructuralmente el material de la barra fracturada, así como ensayos propios de la Mecánica de Fractura que permiten determinar el factor de intensidad de tensiones (FIT) crítico del acero y la propagación subcrítica de fisuras bajo cargas de fatiga.

2. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

Se ha analizado la microestructura del material del que está construida la plataforma elevadora, obteniéndose que en su práctica totalidad es un acero ferrítico. La Figura 2 muestra los granos de ferrita después de que la superficie de una pequeña muestra de material, adecuadamente preparada, fuera atacada con Nital al 4%.

Posteriormente se realizó la caracterización mecánica del material. La dureza y microdureza obtenidas fueron 81 HRB y 164 HV respectivamente, valores típicos de un acero con bajo contenido en carbono.

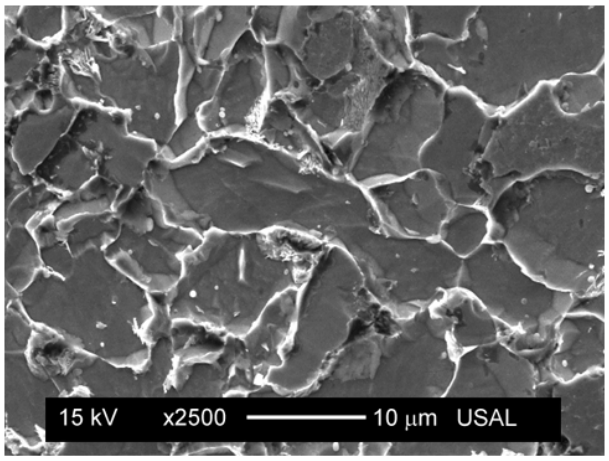


Figura 2. Microestructura del acero lejos de la soldadura.

Sobre probetas no normalizadas, mecanizadas a partir del perfil de la plataforma elevadora, de espesor igual al de los perfiles (4 mm), longitud de 300 mm y anchura entre 21 y 28 mm, se realizaron cuatro ensayos de tracción simple en control de desplazamiento con una velocidad de mordazas de 2 mm/min (Figura 3).

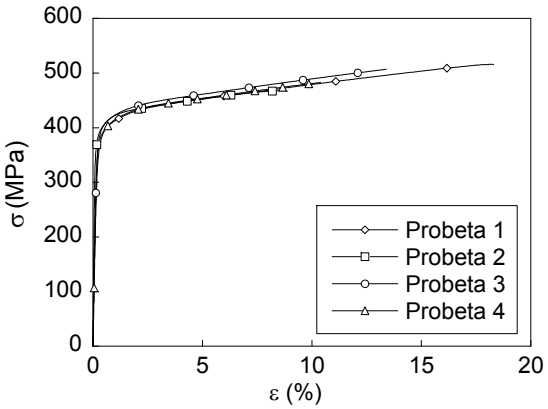


Figura 3. Curvas tensión-deformación del acero.

Las propiedades mecánicas características del material, obtenidas a partir del ensayo de tracción simple, fueron: módulo de Young (E=214 GPa), límite elástico (σ_Y=388 MPa), resistencia a tracción (σ_R=493 MPa) y deformación a tensión máxima (ε_R=13%).

Se realizaron ensayos de fractura en modo I (apertura) sobre cuatro probetas de sección rectangular, cuyo espesor no era suficiente para que el ensayo fuera en condiciones de deformación plana, obteniéndose un valor del FIT crítico K_C=81 MPam$^{1/2}$, característico del material para este espesor de probeta (4 mm).

Finalmente se hicieron cuatro ensayos de fatiga en control de carga. Los resultados se ajustaron a la ecuación de Paris $da/dN = C(\Delta K)^m$, obteniéndose los coeficientes de Paris C=1.25·10^{-10} y m=4.24, con unidades tales que al introducir ΔK en MPam$^{1/2}$ se obtuviera da/dN en mm/ciclo.

3. DESCRIPCIÓN DEL FALLO

La rotura catastrófica de la plataforma elevadora analizada se produjo a partir de la fractura de la estructura soporte de ésta, justo en la zona correspondiente a la ubicación de los cojinetes para la rotación o articulación del mecanismo (Figura 4). Se ha podido comprobar que por el interior de los perfiles fracturados pasan mangueras o latiguillos hidráulicos de dos clases diferentes: por un lado van los latiguillos correspondientes al suministro y retorno de aceite hidráulico hacia el pistón actuador (Figura 4-b), mientras que por el perfil paralelo pasa un grupo de latiguillos destinados al control de la plataforma elevadora mediante aire comprimido (Figura 4-c).

(a)

(b)

(c)

Figura 4. Detalle de los perfiles fracturados en la plataforma elevadora.

De esta manera, la nomenclatura empleada para definir el perfil en el que estaban las mangueras destinadas al control de la plataforma elevadora mediante aire comprimido se ha denominado AC, mientras que el perfil en el que iban las mangueras que funcionaban con aceite hidráulico, reservadas a la elevación tanto de la cesta como del operario que la manipula, se ha denominado HP. Además, para diferenciar la parte interior de la exterior de cada uno de estos perfiles se han añadido a esta notación los términos "i" y "e", respectivamente. De esta forma, las caras interiores de cada perfil (ACi y HPi) son aquellas que están una frente a otra cuando ambos perfiles se encuentran montados en la plataforma elevadora, mientras que las caras exteriores (ACe y HPe) son las más visibles desde fuera de ésta. Por último, hay que tener en cuenta que los perfiles son huecos y por ello, además de una superficie exterior presentan también otra interior. De esta manera se ha añadido un apóstrofe para definir las superficies internas de los perfiles analizados (HPe', HPi', ACe' y ACi'). En la Figura 5 se muestra un ejemplo de la notación empleada.

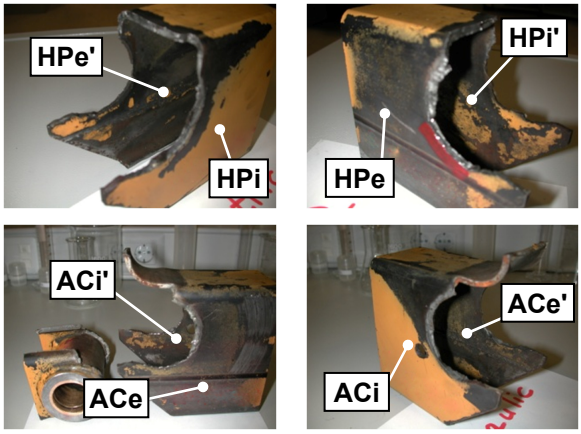


Figura 5. Detalle de la notación empleada

Se ha observado que la zona de fractura presenta características comunes en los dos perfiles, ya que en ambos casos se ha producido justo en la zona de unión con los cojinetes, de tal forma que éstos se han separado totalmente del perfil correspondiente (Figura 6). Conviene, por lo tanto, comentar brevemente el proceso de fabricación de esta unión, que se divide en dos etapas. En primer lugar, para el alojamiento de los cojinetes en los extremos de ambos perfiles se ha tenido que realizar en éstos, seguramente mediante corte oxiacetilénico, un agujero pasante con un diámetro ligeramente superior al del cojinete. Una vez realizado este vaciado de material, los cojinetes se han colocado en el perfil y a continuación se han fijado al mismo mediante un cordón simple de soldadura por arco voltaico.

(a)

(b)

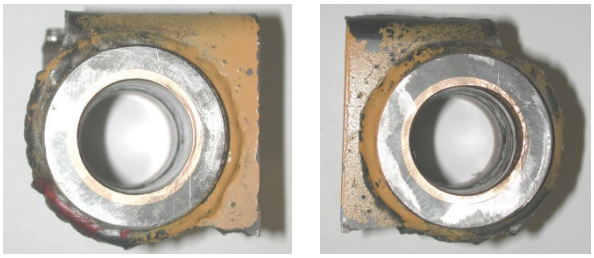
Figura 6. Zona fracturada en cada perfil: a) HP, b) AC.

Se ha comprobado que en ambos perfiles HP y AC el cordón de soldadura abarca la totalidad de la longitud circunferencial de la unión perfil-cojinete en las superficies exteriores de ambos perfiles (HPe, HPi, ACe y ACi). Por el contrario, al observar las superficies internas de los perfiles huecos (HPe', HPi', ACe' y ACi') se ha visto que el cordón de soldadura no comprende toda la circunferencia de la unión perfil-cojinete. En las Figuras 7 y 8 se exponen algunas fotografías que corroboran este hecho. Además, se han realizado en la Figura 9, a modo de esquema aclaratorio, varios dibujos que representan la unión de soldadura parcial entre

perfil y cojinete, presentándolos tanto antes como después de producirse la pérdida de la integridad estructural de la plataforma elevadora.

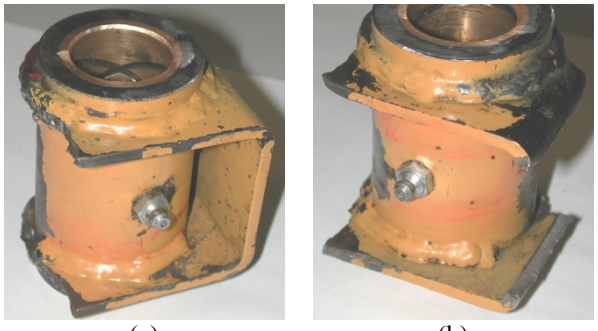
Se puede observar que en las superficies internas del perfil hueco HP la zona soldada perfil-cojinete abarca una longitud de circunferencia de 90º aproximadamente, mientras que la longitud circunferencial correspondiente a los 270º restantes no presenta ningún cordón de soldadura. Por otro lado, en el caso del perfil AC los cordones de soldadura situados en las superficies internas tampoco abarcan toda la circunferencia de unión perfil-cojinete pero, aún así, alcanzan un arco de circunferencia mayor que en los perfiles anteriores, siendo éste cercano a 180º.

A partir de un análisis visual de la superficie de fractura se confirma que la rotura se ha iniciado precisamente en la unión del cordón de soldadura con el material base (perfil), creciendo dicha fisura por fatiga hasta alcanzar un tamaño crítico que fomenta la fractura final del perfil. Como ejemplo representativo del inicio o incubación de la fisuración por fatiga se indica en la Figura 10 la zona situada por encima de la franja de color rojo. Se puede apreciar a simple vista que se trata de una zona de fractura por separación o despegue del cordón de soldadura y el material base (en este caso el perfil considerado). En la parte superior del perfil se observa otra superficie de fractura distinta, ésta formada en último lugar, como resultado de la fractura final o separación del cordón de soldadura con el material base. El mismo fenómeno se encuentra en la parte inferior derecha de la fotografía de la Figura 10-a.



(a) (b)

Figura 7. Detalle del cordón de soldadura completo en las superficies exteriores: a) HPe, b) ACe.



(a) (b)

Figura 8. Detalle del cordón de soldadura parcial en las superficies interiores: a) perfil HP, b) perfil AC.

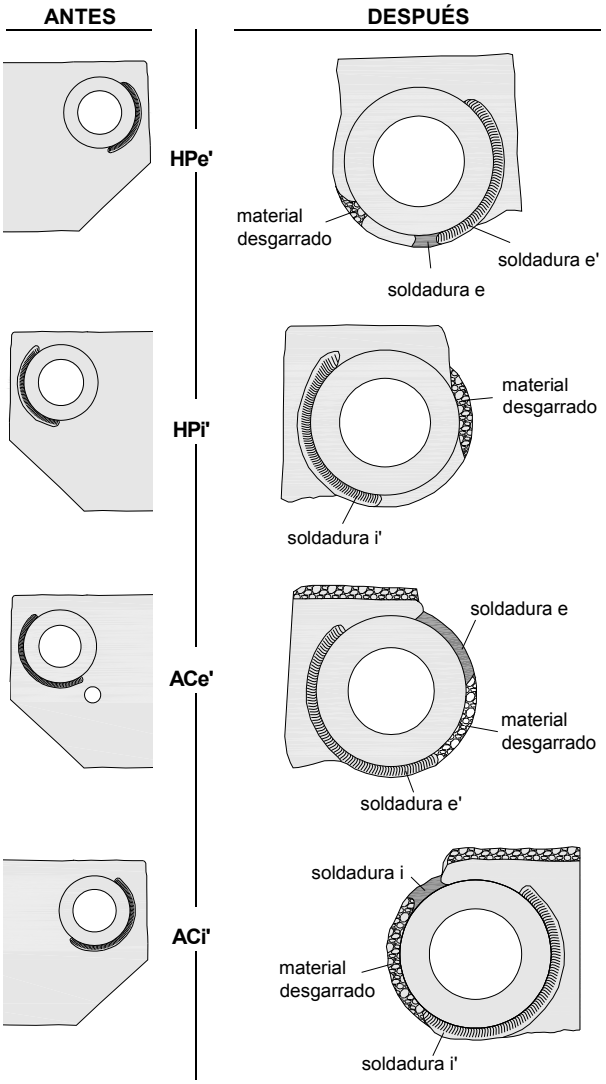
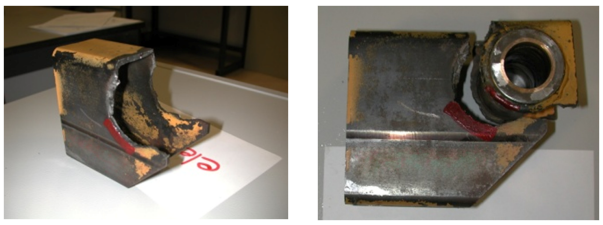


Figura 9. Esquema de uniones soldadas parcialmente.

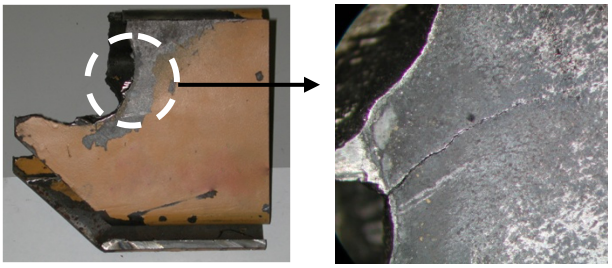


(a) (b)

Figura 10. Detalles del perfil HP y del cojinete en la zona de inicio de la fisuración por fatiga.

Conviene señalar la existencia de fisuras en los laterales de ambos perfiles en una dirección radial con relación al eje de los cojinetes, o bien en una dirección longitudinal con relación a los propios perfiles (Figura 11). Éstas parecen incubarse en las fisuras iniciales originadas por fatiga en la unión soldada cordón-perfil. Además, se ha observado que estas *fisuras laterales* se encuentran presentes en ambas caras de los perfiles considerados y atraviesan parcialmente el espesor de los mismos, pudiéndose apreciar que son más grandes por las caras exteriores de los perfiles que por sus caras interiores.

Se puede presuponer que estas fisuras laterales se han producido por fatiga y además, en vista de su ubicación física entre la zona de inicio de fisura por fatiga y la zona de despegue soldadura-perfil (Figura 12), es razonable admitir que son una prolongación de la fisura inicial por fatiga de la unión soldada cordón-perfil, que se desvía del camino original de propagación al encontrar una zona de alta concentración de tensiones (Figuras 11-b y 12). Puede observarse que la propagación de la fisura principal por fatiga posee una ramificación en su dirección de avance al alcanzar una *micro-entalla*, producida durante la extracción de material del perfil para permitir el alojamiento del cojinete (probablemente mediante corte oxiacetilénico).



(a) (b)

Figura 11. Fisura por fatiga en dirección radial en HPi.

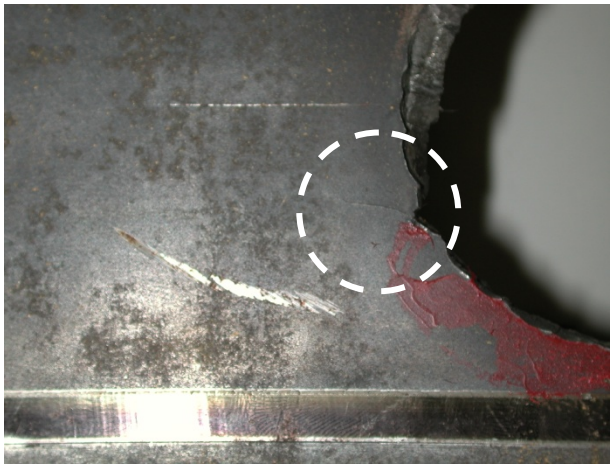


Figura 12. Fisura por fatiga en dirección radial en HPe.

4. DISCUSIÓN

La causa de la fractura catastrófica de esta plataforma elevadora comienza con el inicio de la fisuración por fatiga en aquellas zonas de la unión cojinete-perfil que sólo poseen cordón de soldadura por la cara exterior del perfil, puesto que existe ausencia parcial de aproximadamente un 50% de éste en las superficies internas de ambos lados de los dos perfiles. Esto supone la pérdida de sujeción lateral del cojinete sobre el perfil, quedando así la unión cojinete-perfil debilitada por el *efecto entalla* (o fisura) derivado de dicha pérdida de sujeción y produciendo una peligrosa concentración de tensiones en esta zona.

Además, en la zona próxima al cordón de soldadura el acero presenta degradación térmica. La Figura 13 muestra el cambio microestructural de esta zona al compararla con los granos ferríticos del resto de material (cf. Figura 2). El análisis de la microdureza en el material cercano al cordón de soldadura proporcionó un valor de 175HV, superior al del resto de material, y que permite concluir que el cambio microestructural del material en esta zona lo hace más duro y frágil que el del resto de la estructura, y por tanto más peligroso.

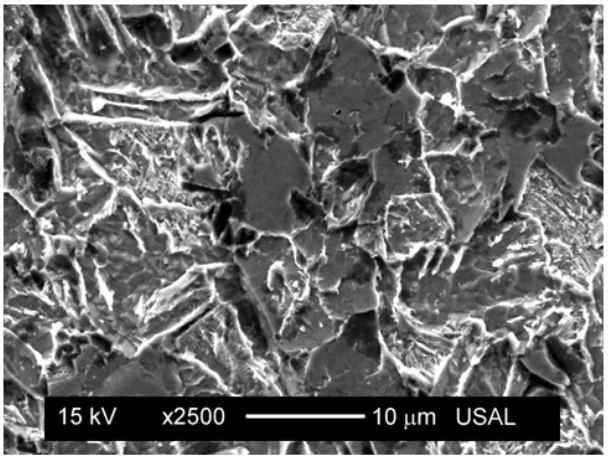


Figura 13. Microestructura del acero cerca de la soldadura.

La fisura inicial se propaga en dos direcciones, por un lado en la dirección del espesor del perfil y por otro de forma circunferencial a lo largo de la unión soldada cojinete-perfil. A la altura del eje del cojinete se observan ramificaciones del camino de fisura laterales en la dirección del eje longitudinal del perfil considerado. La superficie de fractura de estas fisuras laterales (Figura 14), cuyos micromecanismos de fractura no se han visto alterados por efectos medioambientales, analizada con el microscopio electrónico de barrido mostró estrías típicas de fatiga en dirección perpendicular al avance del frente de fisura (Figura 15), confirmando que la fisura inicial inductora del fallo catastrófico de los perfiles ocurrió por una solicitación cíclica.

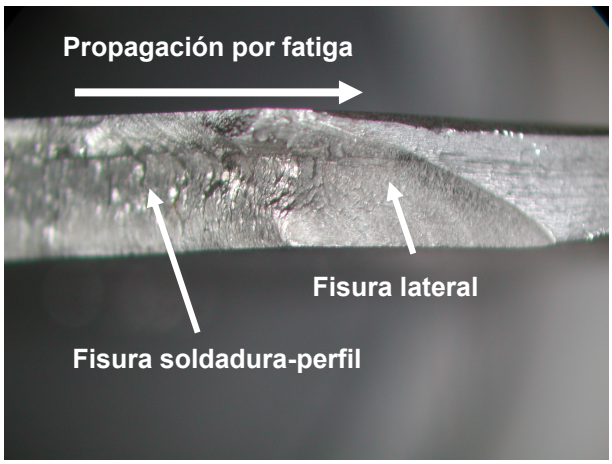


Figura 14. Superficie de fractura por fatiga.

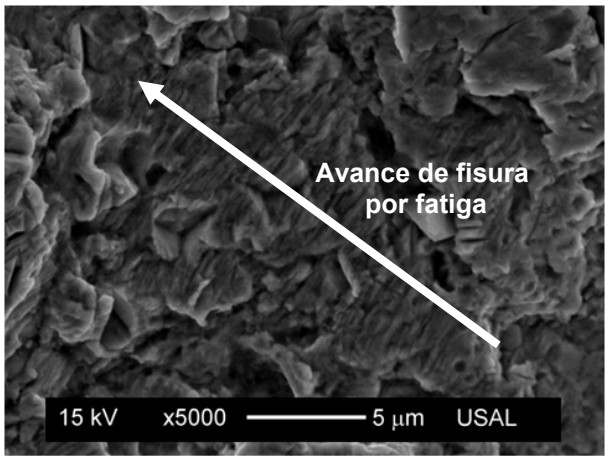


Figura 15. Avance del frente de fisura por fatiga.

A continuación de la fisuración inicial por fatiga se encuentra una superficie de fractura que se ha denominado zona de desgarro, cuya superficie de fractura indica una separación bastante rápida del cordón de soldadura con el material base (perfil). Esta zona posee un aspecto más brillante que la zona de fisuración inicial por fatiga, probablemente debido a que ha estado menos tiempo expuesta a la intemperie con relación a la anterior.

Finalmente, cuando la fisura por fatiga circunferencial a lo largo del cordón de soldadura alcanzó un tamaño crítico (ocupando aproximadamente 180º de la unión soldada, fatiga inicial + zona de desgarro) ocurrió la propagación crítica de la misma hasta la separación total de las superficies (Figura 16), mostrando características típicas de fractura final por cortante doble. Este tipo de fractura es propia de materiales con un espesor pequeño, como el caso de los perfiles de la plataforma elevadora.

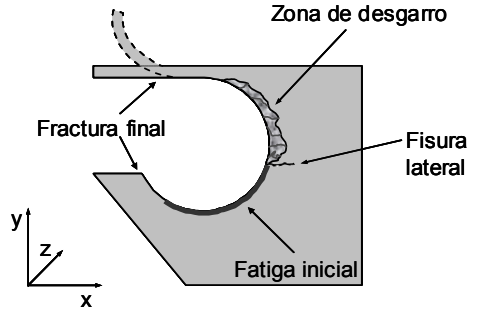


Figura 16. Iniciación y propagación de la fisuración hasta la fractura final.

5. CONCLUSIONES

La investigación realizada ha permitido extraer las siguientes conclusiones:

1. El análisis de fallo ha demostrado que éste se ha producido por la ausencia de cordón de soldadura sobre la cara interior del perfil en su unión circunferencial con el cojinete, precisamente la zona donde aparecen las tensiones máximas en dicha unión.

2. Esto ha generado la concentración de tensiones suficiente para superar los límites de resistencia del material y provocar de este modo la fisuración (mediante un mecanismo de fatiga) de dicha unión, i.e., la separación entre cojinete y perfil.

3. Finalmente, la fisura ha crecido de forma subcrítica por fatiga hasta alcanzar un tamaño crítico en el momento en el que sucedió la fractura catastrófica de la plataforma elevadora, causada así por un defecto de fabricación en la soldadura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a la empresa "IBÉRICA DE PODAS® Y FORESTACIÓN, S.L." por la financiación del trabajo.

REFERENCIAS

[1] Somers, B.R., Pense, A.W., "Welding Failure Analysis", *Mater. Charact.* **33**, pp. 295-309, 1994.

[2] Bhattacharyya, S., Adhikary, M., Das, M. B., Sarkar, S., "Failure analysis of cracking in wheel rims - material and manufacturing aspects", *Eng. Fail. Anal.* **15**, pp. 547-554, 2008.

[3] Silveira, E., Irisarri, A. M., "Estudio de las causas de la rotura prematura de un ventilador eólico", *Anal. Mec. Fract.* **25**, pp. 769-774, 2008.

[4] Torres, Y., Gallardo J.M., Domínguez J., "Fractura frágil de un gancho de grúa", *Anal. Mec. Fract.* **25**, pp. 775-780, 2008.

[5] Silveira, E., Atxaga, G., Erauzkin, E., Irisarri, A. M., "Estudio de las causas de la rotura prematura de un álabe de turbina de aviación", *Anal. Mec. Fract.* **24**, pp. 551-556, 2007.

[6] Hou, C.-Y., "Fatigue analysis of welded joints with the aid of real three-dimensional weld toe geometry", *Int. J. Fatigue* **29**, pp. 772-785, 2007.

[7] Cho, H.-N., Lim, J.-K., Choi, H.-H., "Realiability-based fatigue failure analysis for causes assessment of a collapsed steel truss bridge", *Eng. Fail. Anal.* **8**, pp. 311-324, 2001.

[8] NBE EA-95, "Estructuras de acero en edificación", 1995.

[9] ASM Handbook Volume 6, "Welding, Brazing, and Soldering", 2007.

[10] ASM Handbook Volume 11, "Failure Analysis and Prevention", 2007.

SIMULACIÓN DEL COMPORTAMIENTO A IMPACTO DE UN COMPONENTE DE MATERIAL COMPUESTO PARA AUTOMOCIÓN

M. Mateos[1], J. Aurrekoetxea[1], A. Ispizua[1], L. Aretxabaleta[1], G. Castillo[1], I. Urrutibeascoa[1], I. López [2]

[1] Departamento de Mecánica y Producción Industrial.
Escuela Politécnica Superior de Mondragón Unibertsitatea.
C/Loramendi 4, 20500 Mondragón.
E-mail: mmateos@eps.mondragon.edu

[2] FPK S. Coop.
Pol. Ugaldeguren II. P-10 II
48170 Zamudio (Bizkaia)

RESUMEN

En este trabajo se muestra la simulación mediante elementos finitos de un componente de automoción de material compuesto sometido a impacto. El material empleado es un compuesto de fibra de vidrio desorientada con matriz de polipropileno. La caracterización del material en condiciones de impacto se ha llevado a cabo mediante la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado y se ha comprobado que el comportamiento del material no depende de la velocidad de deformación. Se ha construido un modelo de elementos finitos con un modelo de material sencillo para simular el comportamiento del componente real sometido a un impacto; además, se han llevado a cabo ensayos sobre el componente real en las mismas condiciones que en la simulación. Se ha obtenido una buena correlación numérico-experimental en la fase inicial de ensayo, así como de la localización de las zonas críticas de la pieza., aunque a mayores energías han surgido desviaciones asociadas al método de caracterización empleado; más concretamente, al sistema de medición de las deformaciones en los ensayos de caracterización, así como a la configuración de los propios ensayos.

ABSTRACT

In this work the finite element simulation of a composite material automotive component subjected to impact is shown. The material used is a non-oriented glass fibre polypropylene matrix composite. Material characterisation under impact conditions has been undertaken by the instrumented tensile impact experimental technique. The material has shown a non strain-rate dependent behaviour. A finite element model with a simple material law has been built to simulate the real component behaviour under impact conditions; furthermore, tests have been carried out with the real component under the same conditions used in simulation. A good numeric-experimental correlation has been obtained during the first steps of the test, as well as the location of critical part zones. Nevertheless, at higher energy levels, deviations related to the characterisation method employed have arisen; specifically, to the strain measurement system at characterisation tests as well as to the test configuration itself.

PALABRAS CLAVE: Material compuesto, Método de Elementos Finitos, Impacto indentación.

1. INTRODUCCIÓN

La importancia de las emisiones y la seguridad pasiva de los automóviles es cada vez mayor debido a la creciente demanda social y fiscal. La nueva Legislación Medioambiental Europea, aprobada el pasado 7 de febrero del 2007, obligará a reducir las emisiones de CO_2 pasando de los 140 g/km actuales a 120 g/km para el año 2012. Según datos del proyecto ALM (Automotive Lightweighting Materials) una reducción del 10% de masa del vehículo implicaría una reducción del 7% de consumo de combustible y en consecuencia una reducción importante de las emisiones a la atmósfera. Utilizando aceros avanzados de alta resistencia y optimizando los procesos de fabricación, se reduciría entre un 15 y un 25% de la masa del vehículo. Si se utilizan compuestos dicha reducción estaría en el 25-70% de masa total (en función del tipo de fibra de carbono y el porcentaje utilizado). La capacidad de una estructura para absorber la energía de impacto sin dañar a los ocupantes del vehículo se denomina *crashworthiness*. El vehículo debe ser diseñado de tal forma que cuando sufre un impacto a 56 km/h contra un objeto sólido inmóvil los ocupantes no sufran una deceleración mayor a 20 *g*, valor a partir del cual el riesgo de sufrir lesiones cerebrales es importante. Esto implica que la estructura del automóvil debe diseñarse para absorber la energía cinética en el

momento del impacto y además hacerlo de forma controlada. Los materiales compuestos son muy efectivos para diseñar estructuras con gran capacidad de absorción de energía: para disipar 120 kJ de energía cinética durante un accidente a 56 km/h, 4,3 kg de material compuesto colocado en zonas estratégicas son suficientes [1]. Por lo tanto, se deduce que los materiales compuestos de matriz polimérica son apropiados para aligerar la estructura sin comprometer la seguridad del automóvil.
El objetivo del presente trabajo consiste en simular el comportamiento a impacto de un componente de material compuesto para automoción, para lo que se basará en los resultados de caracterización y simulación previamente obtenidos en el grupo [2-5]. Además, los resultados de la simulación serán contrastados con los obtenidos en ensayos de impacto sobre componentes reales.

2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El material empleado es un material compuesto de fibra larga de vidrio con matriz polipropileno (GLF), de densidad 1200 kg/m^3. Se han realizado dos tipos de ensayos: ensayos de caracterización del material, y ensayos sobre componente.

Los ensayos de caracterización se han llevado a cabo empleando la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado. La principal ventaja de la configuración de impacto-tracción frente a otras más comunes de flexión (flexión tres puntos, flexión de placas) es que el material se somete a un estado de tensiones, deformaciones y velocidades de deformación más homogéneo; esto, junto con la instrumentación de los ensayos, permite la posibilidad de obtener las curvas de tensión-deformación del material a velocidad de deformación constante (o curvas iso *strain-rate*) en condiciones de impacto, mediante el tratamiento numérico de las curvas experimentales [3], [6]. Estas curvas pueden emplearse como datos de entrada de los modelos de material en el método de elementos finitos empleado para predecir el comportamiento a impacto de componentes [2].
Los ensayos de impacto se han realizado en un equipo de impacto-tracción CEAST 6545 instrumentado, con el que se ha registrado la evolución de la fuerza de impacto en el tiempo en diferentes condiciones y con una masa del impactor de 1,09 kg. Una imagen de dicho equipo puede verse en la figura 1. Mediante el tratamiento numérico adecuado de dichas curvas, se ha obtenido la curva tensión-deformación del material en condiciones de impacto.

Figura 1. Configuración de ensayo de impacto-tracción instrumentado.

Las probetas para los ensayos de caracterización se han extraído directamente de partes representativas del componente real que se desea ensayar. En la figura 2 se muestra una imagen de una probeta de impacto-tracción y sus dimensiones.

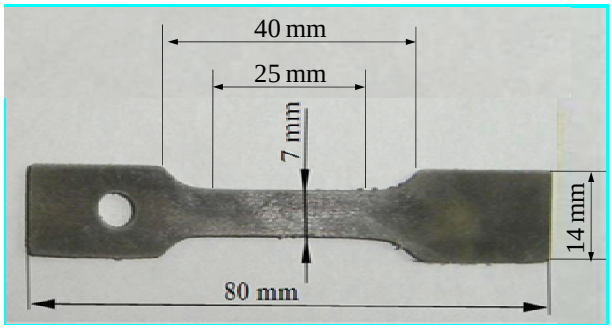


Figura 2. Probeta para ensayo de impacto-tracción.

Los ensayos sobre componente real se han llevado a cabo sobre un banco de ensayos. Se trata del alojamiento de la rueda de repuesto de un vehículo, ubicado en la parte posterior del mismo; es, por tanto, susceptible de recibir impactos directos en el caso de un accidente. El componente se ha fijado al banco mediante bridas de amarre superficial en determinadas zonas, y se ha sometido a un impacto mediante un impactor de 641 kg. de masa y con forma en U en la superficie de contacto con el componente. La velocidad de impacto ha sido de 1,77 m/s, induciendo por tanto una energía de impacto de 1000 J.

3. MODELO DE ELEMENTOS FINITOS

El modelo de elementos finitos consta del impactor y del componente de material compuesto. El resto de elementos que intervienen en el ensayo de choque no se han modelizado, si bien se han tenido en cuenta mediante la definición de las condiciones de contorno tanto geométricas como naturales. Se ha utilizado un

modelo tridimensional compuesto por el impactor que se ha supuesto rígido, debido a su gran rigidez respecto del componente de material compuesto. El componente de material compuesto se ha mallado en su mayoría mediante elementos placa S4R, de 4 nodos e integración reducida y en zonas de geometría más compleja se han utilizado elementos S3R de 3 nodos e integración reducida. [7]. El modelo de elementos finitos se muestra en la figura 3.

Para el componente se ha utilizado un modelo de material bilineal. Por otro lado, se ha aplicado un criterio de fallo a cizalladura [7] en base a los resultados experimentales de la caracterización del material.

En lo que respecta al impactor y a las condiciones de ensayo, se han definido según las características descritas en el apartado 2.

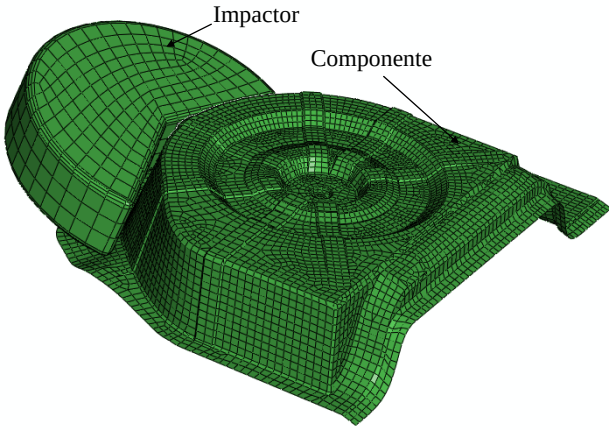


Figura 3. Configuración de ensayo de impacto-tracción instrumentado.

En cuanto a las condiciones de contorno, el componente de material compuesto se ha empotrado en tres superficies distintas, acorde a las condiciones del ensayo experimental. Además, se han restringido el desplazamiento en las direcciones transversales a la dirección de avance del impactor.

El algoritmo de contacto utilizado para modelizar el contacto entre el impactor y el componente ha sido de tipo cinemático [7] y no se ha tenido en cuenta el rozamiento.

Como resultado de las simulaciones, se han obtenido la energía absorbida, tensiones y deformaciones durante el choque en función del tiempo. Además se han identificado las zonas críticas del componente.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Resultados de los ensayos de caracterización

Se ha podido observar que las curvas experimentales *F-t* obtenidas presentan un perfil muy similar, lo cual indica que la influencia de la velocidad de deformación en el material estudiado es muy pequeña. Esto se debe a la presencia de la fibra de vidrio, que disminuye el carácter visco-elástico del material. En consecuencia, no ha resultado necesario realizar el tratamiento numérico para obtener las curvas iso *strain-rate* del material; la curva tensión-deformación en condiciones de impacto ha podido ser deducida por integración, a partir de una única curva experimental fuerza-tiempo correspondiente a un ensayo de impacto-tracción, realizado a una velocidad del orden de la correspondiente al ensayo del componente.

4.2. Modelo del material empleado

A partir de la curva tensión-deformación del material obtenida, se han determinado los valores característicos del modelo de material elasto-plástico bilineal empleado en el método de elementos finitos: modulo de elasticidad 13,6 GPa, límite elástico 135 MPa y módulo tangente 0,4 GPa. La curva correspondiente al modelo de material se muestra en la figura 4.

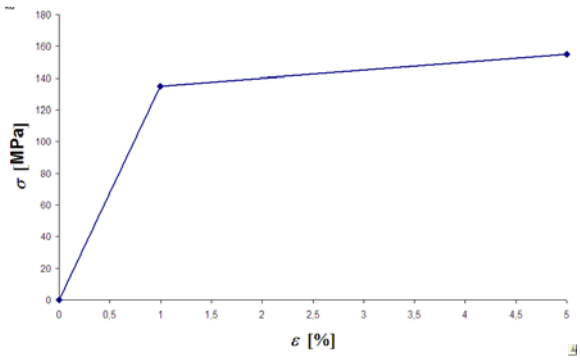


Figura 4. Modelo de material empleado en el programa de elementos finitos.

4.3. Correlación numérico-experimental

La correlación numérico-experimental se ha llevado a cabo mediante la comparación de las curvas de energía en función del tiempo. Tal y como se puede observar en la figura 5, la correlación es buena hasta un valor de energía de en torno a 500 J. A partir de este valor, los valores simulados son superiores a los experimentales.

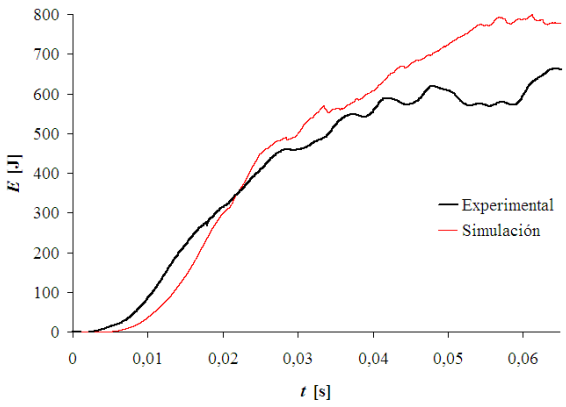


Figura 5. Comparación curvas numéricas y experimentales.

Las diferencias pueden asociarse a varios factores:

- durante la caracterización del material los valores de la deformación se han obtenido de forma indirecta, por integración de la curva *F-t* experimental. Sin embargo, en un trabajo previo, se ha comprobado que la deformación deducida a partir de la integración de la señal de fuerza, difiere de la obtenida integrando la señal de velocidad registrada mediante un vibrómetro láser en uno de los extremos de la probeta; por lo tanto, puede tratarse de una de las fuentes de dispersión de la curva simulada [8].
- las diferencias también pueden ser debidas al hecho de que la caracterización del material se ha realizado únicamente a tracción mientras que el componente está sometido principalmente a esfuerzos de compresión y flexión.

En cuanto a las zonas críticas, en la simulación se ha comprobado la existencia de dos zonas críticas: una corresponde a la zona de contacto entre el impactor y el componente y la segunda uno de los laterales del componente, que corresponde a la zona de menos anchura, y por tanto, de menor material. En estas zonas se produce el fallo de material por cizalladura. Experimentalmente se ha podido comprobar que las zonas donde se produce la rotura del componente coinciden con las predichas por la simulación.

5. CONCUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

Se ha conseguido un modelo numérico válido para la simulación del impacto de un componente de material compuesto. Se ha obtenido una buena correlación de la energía en función del tiempo en la fase inicial del ensayo. Sin embargo, a partir de cierto nivel de energía, los valores simulados son superiores a los experimentales. Estas diferencias pueden asociarse al método de caracterización del material empleado, tanto desde el punto de vista de la medición de las deformaciones, como de la propia configuración del ensayo. En cuanto a las zonas críticas, el modelo de elementos finitos ha permitido detectarlas con exactitud.

Como líneas futuras, se plantea la necesidad de completar la caracterización del material en otros estados tensionales como compresión y flexión. Además se ve necesaria la utilización de una medida adicional de la deformación, por ejemplo un vibrómetro láser, para poder medir la deformación independientemente de la señal de fuerza.

Finalmente, también se plantea la necesidad de analizar con más detalle los modelos de fallo de material a implementar.

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer la financiación al Ministerio de Educación y Ciencia (PET2005_0836).

REFERENCIAS

[1] Jacob, G. C., Fellers, J. F., Simunovic, S., Starbuck, J. M., *Crashworthiness of automotive composite material systems*, J. Appl. Polym. Sci. 92 3218-3225 (2004).

[2] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J., Castillo, G., Mateos, M., Urrutibeascoa, I., *Iso-strain rate material behaviour curves applied to the finite element impact simulation*, Polymer Testing, 27 84–92. (2008)

[3] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J., Urrutibeascoa, I., Sánchez-Soto, M., *Characterisation of the impact behaviour of polymer thermoplastics*, Polymer Testing 24, 145-151 (2005).

[4] Aretxabaleta, L., Mugica, J.I., Aurrekoetxea, J., Mateos, M., Castillo, G., Urrutibeascoa, I. Martínez A., A*nálisis del comportamiento a impacto-indentación de materiales poliméricos mediante el método de elementos finitos*, Anales de Mecánica de la Fractura 25, Vol. 1 305-310 (2008).

[5] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J., Castillo, G., Mateos, M., Urrutibeascoa, I., *Simulación de ensayos de impacto tracción sobre probetas de plástico mediante el método de elementos finitos*, Anales de Mecánica de la Fractura,Vol. 1 251-256 (2007).

[6] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J. y Urrutibeascoa, I., *Caracterización de materiales plásticos a altas velocidades de deformación: Extrapolación de resultados de tracción frente a resultados de impacto*, XXII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Almagro, pp 310-314, (2005).

[7] Dassault Systèmes, ABAQUS Analysis Users Manual, Version 6.7, (2007).

[8] Zurbitu J., Aretxabaleta L., Castillo G., Urrutibeascoa I., Aurrekoetxea J. *Técnicas de impacto instrumentado sobre hilos de aleaciones con memoria de forma*, X Congreso Nacional de Materiales, San Sebastián pp. 1073-1076 (2008)

ANÁLISIS DE FALLO MECÁNICO EN EJE DE SALIDA DE REDUCTOR DE VELOCIDAD PARA MÁQUINA DE SECADO DE CAUCHO

Roberto Báscones[1], Iñaki Gorrochategui[1], José Alberto Álvarez[2]

[1]Fundación Centro Tecnológico de Componentes (CTC),
Avda. Los Castros s/n, 39005 Santander, España.
E-mail: administracion@ctcomponentes.com

[2]LADICIM, ETSICC y P, Universidad de Cantabria,
Avda. Los Castros s/n, 39005 Santander, España.
E-mail: ladicim@unican.es

RESUMEN

El análisis tiene por objeto identificar y estudiar los fenómenos que han producido la rotura del eje de salida del reductor de velocidad de una máquina de secado de caucho. La máquina ha sufrido diversas roturas a lo largo de su vida y se han probado diferentes materiales para el mismo eje. En el momento de inicio del análisis no existían evidencias de que un cambio de material o un cambio de geometría pudieran evitar el problema aparecido.

A partir del conocimiento de las condiciones de operación de la máquina se ha realizado un análisis experimental y un estudio teórico justificativo. Las observaciones del laboratorio han determinado los mecanismos que han provocado la fractura del eje y han verificado la calidad del material utilizado. Mediante esa identificación, se ha realizado posteriormente el estudio que justifica la rotura en relación a los fenómenos de iniciación y propagación implicados en la fractura. El análisis de laboratorio ha consistido en ensayos de dureza, microscopía óptica y microscopía electrónica. El estudio teórico se ha basado en modelos de fatiga y fractura formulados recientemente por European Fitness-for-Service Network.

El análisis de laboratorio y el estudio teórico están en concordancia y ambos demuestran las causas del fallo y la duración del ciclo de vida del eje sometido a las condiciones de operación observadas.

ABSTRACT

The aim of this analysis is to identify and study the phenomena which have produced the failure of an speed reducer output shaft of a rubber drying machine. The machine has suffered several failures during its operating life and different materials for the same shaft have been tested. At the time of initiation of the analysis there was no evidence that a change of material or a change of geometry could avoid the appeared problem.

An experimental analysis and a theoretical study have been made from the knowledge of the machine operating conditions. The observations of the laboratory have identified the mechanisms which have produced the fracture of shaft and they have verified the quality of the used material. Through this identification, the study which justifies the failure in regards to the initiation and propagation phenomena implied in the fracture has been performed. The analysis of laboratory has consisted in hardness tests, optical microscopy and SEM. The theoretical study has been based in fatigue and fracture analysis which have been developed recently by European Fitness-for-Service Network.

The analysis of laboratory and the theoretical study are consistent and both demonstrate the causes of the failure and the life cycle of the shaft subjected to the observed operation conditions.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, Fractura.

1. INTRODUCCIÓN

El eje de salida de un reductor de velocidad de una máquina secadora de caucho ha sufrido varias roturas súbitas. El fallo ocurrido implicó detener la producción de la máquina y realizar su reparación. El último eje de salida roto se había fabricado con acero F-127 pero otros ejes probados estaban constituidos de acero inoxidable 316 y 17-4 PH. Los ejes de acero inoxidable también sufrieron roturas y esto descartaba a la corrosión como causa única del fallo. Por esa razón, se consideraba oportuno realizar un estudio de fallo que determinara las causas del último desperfecto y permitiera prevenir roturas en el futuro. El mecanismo del que forma parte el eje puede ser resumido en el conjunto de cuatro componentes: motor, reductor, eje y acoplamiento. El acoplamiento conecta el eje del reductor con el eje de la máquina de secado de caucho. Este mecanismo actúa en un ambiente húmedo en el que se presenta agua y vapor entre 100ºC y 146ºC. Además,

el agua contiene $CaCl_2$, que provoca un ambiente corrosivo.

European Fitness-for-Service Network ha desarrollado procedimientos de evaluación de daños debidos a fractura, fatiga, fluencia y corrosión en componentes metálicos [1]. Estos procedimientos han sido utilizados para el estudio.

2. PUNTO DE PARTIDA

Para realizar el análisis y el estudio se ha partido de dos muestras correspondientes a las secciones que descubrió la rotura. El eje tiene un diámetro de 196.85 mm. La sección de rotura se encuentra en una zona mecanizada de forma toroidal que reduce el diámetro a 188.13 mm. La inspección visual ha permitido detectar distintas fisuras que avanzan según las marcas de playa que se observan en las figuras 1 y 2. Las marcas de playa han mostrado distintos orígenes en el contorno de la sección. Las diferentes marcas de playa han confluido hasta formar un frente común y han llegado hasta la zona en la que el eje ha roto por un proceso de propagación dúctil. La superficie del eje muestra picaduras producidas por corrosión.

Figura 1.Muestra correspondiente a lado reductor.

Figura 2.Muestra correspondiente a lado acoplamiento.

La tabla 1 muestra datos de la especificación de fabricación del material y características del eje que son determinantes para realizar el estudio [2, 3].

Tabla 1. Especificación de fabricación y características del material del eje

Denominación	F-127
Tipo	Acero al Cr, Ni, Mo
Carga de rotura	~1000 MPa
Resiliencia, C_v	50 J
Módulo de Young, E	210 GPa
Módulo de Poisson, ν	0.3
Tenacidad mínima, K_{Imat}	101 MPa·$m^{1/2}$
Tratamiento superficial	Shot Peening

3. ANÁLISIS

Se ha llevado a cabo un análisis de laboratorio que ha determinado que el avance de fisuras se había debido a fatiga y que las tensiones dominantes en las secciones de rotura son características de esfuerzos axiales. Los análisis han constatado que las fisuras tenían su origen en los defectos superficiales provocados por corrosión. Los defectos superficiales son numerosos. Solo algunas de las picaduras de la superficie han llegado a crear fisuras.

3.1. Análisis fractográfico

El análisis fractográfico se ha realizado con la muestra correspondiente al lado del acoplamiento. El análisis se ha realizado en puntos que corresponden a diferentes profundidades medidas desde la superficie exterior del eje. La tabla 2 muestra las profundidades de las que se ha realizado cada una de las imágenes de microscopía.

Tabla 2. Profundidad de realización de imágenes de microscopía.

Zona	Profundidad	Figuras
0	0 mm	3
1	19.54 mm	4,5
2	43.87 mm	6
3	90.81 mm	7

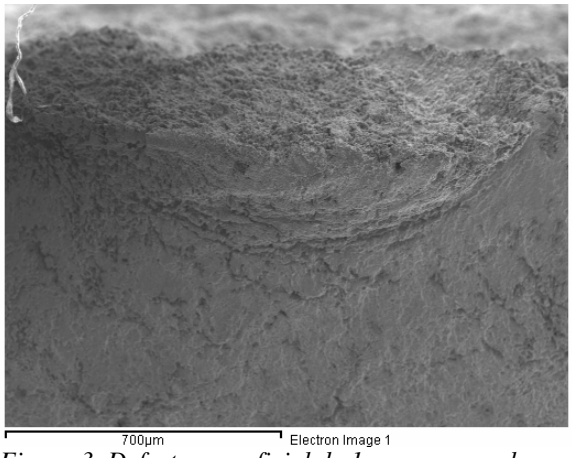


Figura 3. Defecto superficial de 1 mm provocado por corrosión.

En la zona 0 se han localizado los defectos provocados por la corrosión, que han sido iniciadores del proceso de propagación de fisuras. En la zona 1 se aprecian líneas de fatiga. A esta misma profundidad, existen líneas de

fatiga con diferentes direcciones. En la zona 2 aparecen líneas de fatiga pero en este caso, las líneas muestran una única dirección de propagación. Los frentes de propagación localizados en la zona 1, han convergido y han formado el único frente observado en la zona 2.

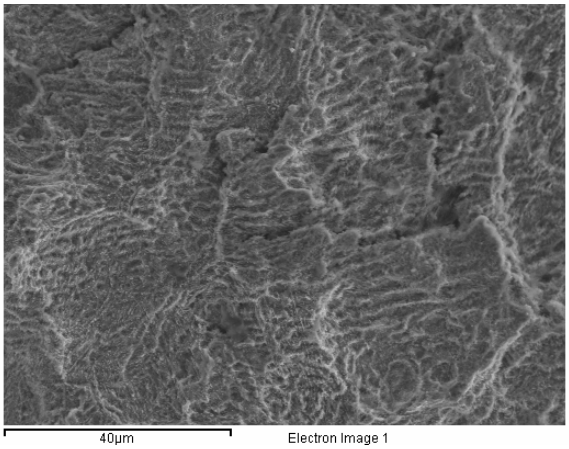


Figura 4. Líneas de propagación en zona 1.

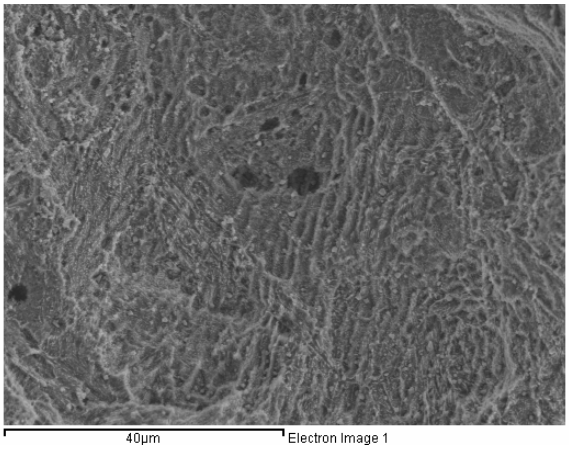


Figura 5. Líneas de propagación en zona 1.

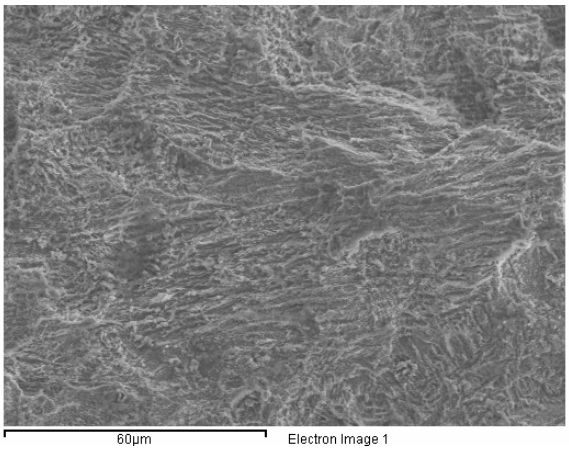


Figura 6. Líneas de propagación en zona 2.

En la zona 3 se ha apreciado la presencia de microhuecos, que indica un cambio de fenómeno de rotura respecto a las zonas 1 y 2. La forma de los microhuecos se asocia a tensiones normales al plano de propagación de la fisura.

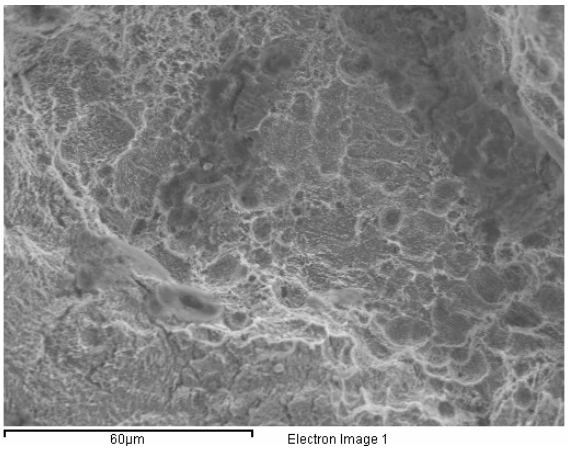


Figura 7. Microhuecos en zona 3.

3.2. Ensayo mediante líquidos penetrantes

Para apreciar mejor el efecto de la corrosión sobre la superficie del eje se ha realizado un ensayo por líquidos penetrantes. Este ensayo ha permitido descubrir que en toda la superficie del eje alrededor de la sección de rotura hay una gran cantidad de poros y otras grietas que detuvieron su avance.

3.3. Caracterización microestructural

Se han realizado micrografías a profundidades similares a las zonas 0, 1, 2 y 3 señaladas en la tabla 2. Las micrografías han mostrado una microestructura característica de ferrita y perlita con una ligera diferencia de proporción entre periferia e interior asociada a velocidades de enfriamiento diferentes. La microestructura corresponde a un estado normalizado.

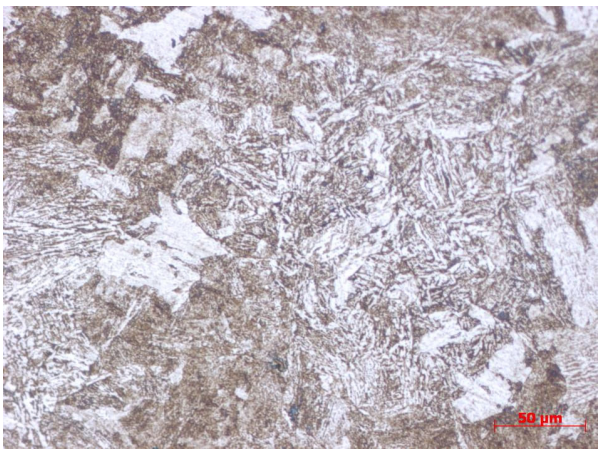


Figura 8. Micrografía en zona 2

3.4. Caracterización mecánica

Mediante ensayos se ha obtenido un valor medio de dureza de 271.17 HV para profundidades entre 0 y 10mm. La dureza corresponde al estado normalizado del acero. Para el interior del eje se ha obtenido una dureza menor, de 230 HV. En zonas cercanas a la sección de rotura se han realizado ensayos de dureza hasta una profundidad de 0.16 mm. Los valores de dureza

obtenidos no muestran un incremento significativo en la superficie. Esto indica que en la zona en la que se realizado este ensayo de dureza, no se ha aplicado Shot Peening. Debe tenerse en cuenta que los ensayos de dureza se han realizado en una sección situada a unos 30 mm de la sección de rotura. El eje, según especificación de fabricación, debía haber sido tratado mediante Shot Peening en la superficie de mecanizado toroidal, que es precisamente donde se localiza la rotura. Este tratamiento no ha sido localizado por ensayos de dureza en una sección cercana a la de rotura. El tratamiento no ha sido aplicado o ha sido aplicado a una zona reducida.

4. ESTUDIO DE FATIGA Y FRACTURA

El análisis fractográfico ha descartado los esfuerzos de torsión como causa del fallo. Los técnicos y responsables del mantenimiento de la máquina han facilitado una curva de carga y datos del motor que impulsa al eje. De la geometría del eje, la curva de carga y los datos del motor, se ha calculado que los esfuerzos cortantes del eje producen en la sección de rotura una intensidad de tensión media de 59 MPa con fluctuaciones de 11 MPa. Se trata de una intensidad de tensiones muy baja en comparación con el límite de rotura del material. La observación del laboratorio y los valores calculados coinciden en descartar los esfuerzos de torsión como motivo del fallo.

De la observación del funcionamiento de la máquina se intuye que puede existir una falta de alineación entre el eje de la máquina y el eje de salida del reductor. Esta falta de alineación y la detección de microhuecos producidos por esfuerzo axial motivan una hipótesis de flexión. Esta hipótesis supone una flecha forzada en el eje en el punto donde se encuadra el acoplamiento.

Un cálculo realizado por el método de elementos finitos ha permitido calcular la tensión axial en la sección de rotura. El modelo de elementos finitos se muestra en la figura 9 y ha consistido en un único eje que considera la longitud del eje de la máquina más el eje de salida del reductor. El modelo de elementos finitos se ha realizado con una superficie toroidal que representa el mecanizado donde se localiza la sección de fallo. En el extremo del eje de la máquina se encuentra un rodamiento autoalineable. Este extremo del eje de máquina se considera una articulación. El eje del reductor tiene su extremo en un rodamiento que no permite oscilaciones del eje. Este punto del eje se considera un empotramiento. En una zona intermedia, el eje de salida del reductor está sujeto por un rodamiento de rodillo a rótula. Este punto se considera una articulación. La sección donde se encuentra el acoplamiento se someterá a desplazamiento forzado. Diferentes niveles de desplazamientos tienen asociados diferentes tensiones axiales de forma proporcional. La figura 10 muestra la tensión axial producida en la sección de rotura por un desplazamiento forzado de 1 mm. El valor máximo de la tensión axial en esa sección es de 189 MPa. Este valor es muy bajo comparado con la tensión de límite de rotura del material. Esta tensión, por si sola, no debe ser motivo de rotura. Por ello se ha procedido al estudio de fatiga y al estudio de propagación de la fisura.

Se considera que las tensiones axiales calculadas por el método de elementos finitos son alternantes y de valor medio nulo. Esta hipótesis sostiene que el giro del eje provoca la inversión de tensiones ya que la posición angular relativa del eje respecto a la dirección de la flecha realiza un giro completo por cada período de giro.

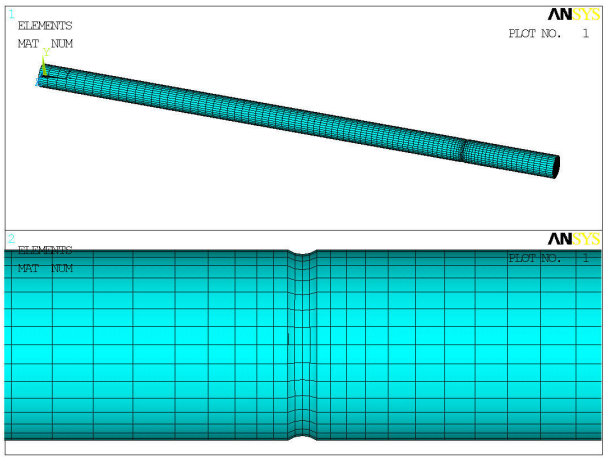


Figura 9. Modelo de elementos finitos.

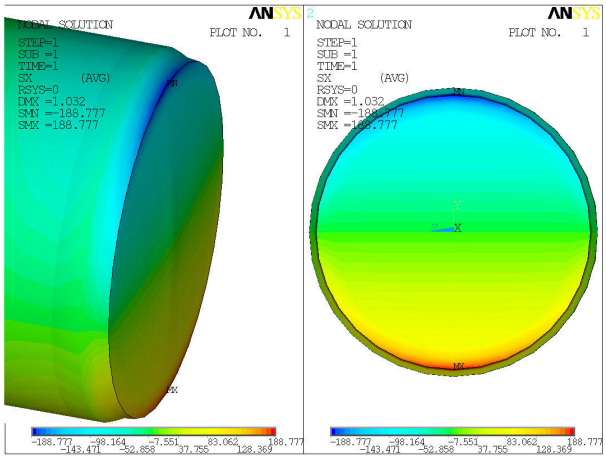


Figura 10. Tensión axial en sección de rotura.

4.1. Estudio de fatiga tradicional

Para realizar una evaluación de fatiga, el procedimiento FITNET [1] propone una expresión logarítmica que relaciona la amplitud de tensión total frente al límite de ciclos. Esta relación se muestra en la expresión (1).

$$\log \sigma_a - \log \sigma_{WK} = m \cdot (\log N - \log N_{D,\sigma}) \quad (1)$$

σ_a → Amplitud de tensión local [MPa].

N→ Número de ciclos para límite de vida a fatiga.

$N_{D,\sigma}$→ Número de ciclos para límite de vida a fatiga para σ_{WK}, 10^6 ciclos.

m→ Pendiente de la recta de la gráfica en escala logarítmica.

σ_{WK} → Amplitud límite de fatiga [MPa] que se calcula a partir del límite de tensión a rotura y de factores geométricos [1].

Con los datos geométricos del eje y las características de materiales, la expresión (1) se transforma en la (2).

La fórmula (2) permite calcular diferentes límites de vida útil del eje sometido a diferentes desplazamientos forzados y considerando que fallará en la sección de estudio, como lo que muestra la tabla 3.

$$\sigma_a = 10^{-\frac{1}{5}\log N + 3.749} \quad (2)$$

Tabla 3. Límite de vida a fatiga en función del desplazamiento forzado Δ.

Δ *[mm]*	σ_a [MPa]	N [ciclos]	Límite [meses]
0.5	94	$7.57 \cdot 10^8$	21.62
0.64	121	$2.31 \cdot 10^8$	6
1	189	$2.31 \cdot 10^7$	0.66
1.3	245	$6.30 \cdot 10^6$	0.18

4.1. Estudio de propagación de la fisura

La ley de Paris define la velocidad de propagación de la fisura. Esta ley se muestra en la expresión (3).

$$\frac{da}{dN} = C_0 \cdot \Delta K_I^m \quad (3)$$

da/dN → Avance de fisura por cada ciclo, [mm/ciclo].

C_0 y m → Constantes del material. Se han utilizado las facilitadas por la referencia [2]. Estos valores, recogidos en [2], no consideran el efecto amplificador de la corrosión en la velocidad de propagación por fatiga.

ΔK_I→ Amplitud del factor de intensidad de tensiones [MPa·$m^{1/2}$].

Para la geometría y condiciones de carga del caso en estudio, la amplitud de intensidad de tensiones se calcula mediante la expresión (4) [1].

$$\Delta K_I = M_b \cdot \sigma_x \cdot \sqrt{(\pi \cdot a)}$$

$$M_b = g \cdot \left[0.923 + 0.199 \cdot \left\{ 1 - sen\left(\frac{\pi \cdot a}{4 \cdot R} \right) \right\} \right] \quad (4)$$

$$g = \frac{\frac{1.84}{\pi} \cdot \left\{ \frac{tg\left(\frac{\pi \cdot a}{4 \cdot R} \right)}{\frac{\pi \cdot a}{4 \cdot R}} \right\}^{0.5}}{\cos\left(\frac{\pi \cdot a}{4 \cdot R} \right)}$$

σ_x→ Tensión axial (= Q_b) [MPa].

M_b→ Factor de amplificación de tensiones de flexión, adimensional.

g→ Factor de cálculo, adimensional.

a→ Profundidad de fisura [m].

R→ Radio de la sección [m].

La figura 11 muestra el factor de intensidad de tensiones en función de la profundidad de la fisura para un desplazamiento forzado Δ = 1 mm. Obsérvese que una fisura de 100 mm de profundidad está sometida a un factor de intensidad de tensiones equivalente a la tenacidad del material mostrada en la tabla 1. Las últimas marcas de playa se han encontrado a una profundidad de 80 mm y es en esta profundidad donde empieza la zona de rotura dúctil. La expresión (4) aplicada a un defecto inicial de tamaño a_0 equivalente a 1 mm se muestra de forma gráfica en la figura 12.

Conociendo la velocidad de giro del eje, se puede transformar la cantidad de ciclos en tiempo. Se ha calculado el número de ciclos y la vida útil del eje para varias combinaciones de deformación forzada y profundidad de defecto inicial. Los resultados se muestran en las tablas 4 y 5. Se considera que se llega al final de la vida útil cuando la fisura tiene una profundidad tal que el factor de intensidad de tensiones iguala la tenacidad mínima, es decir, $\Delta K_{Imax} = K_{Imax}$. De las combinaciones de Δ y a_0 consideradas en este análisis de Mecánica de la Fractura Elástico Lineal, dos muestran vidas útiles parecidas a la experimentada en el eje de la máquina. De estas dos, una supone Δ = 0.5 mm y a_0 = 1 mm. La otra combinación supone Δ=0.64 mm y a_0 = 0.5 mm.

La actividad del eje produjo el fallo aproximadamente 6 meses después de la instalación del eje en la máquina. El análisis de laboratorio ha descubierto defectos iniciales de profundidad entre 0.5 y 1 mm. La falta de alineación experimentada por los técnicos de mantenimiento de la

máquina tiene magnitudes parecidas a los desplazamientos forzados Δ de esas dos combinaciones.

Los resultados calculados según el estudio de fatiga tradicional y el realizado según Mecánica de la Fractura Elástico Lineal coinciden con el ciclo de vida mostrado por el eje durante la experiencia operativa en la fábrica.

El modelo de propagación de fractura para el eje estudiado es coherente con la experiencia real y muestra que la falta de alineación es la causa de la rotura del eje favorecida por los efectos de la corrosión. Tal como se observa en la tabla 5, la falta de alineación reduce la vida útil del eje de forma más acusada que los efectos de corrosión. Por lo tanto, en este caso es más importante prevenir la falta de alineación que prevenir la corrosión.

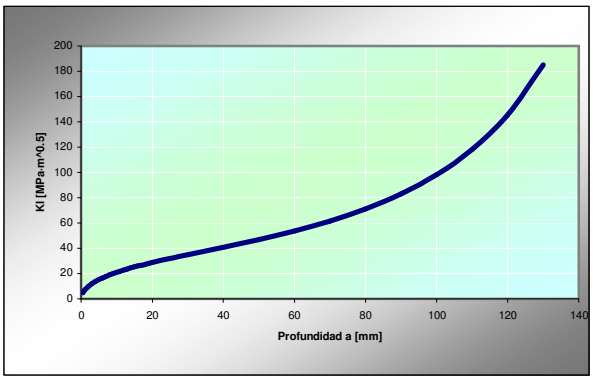


Figura 11. Factor de intensidad de tensiones en función de la profundidad de la fisura para Δ=1mm.

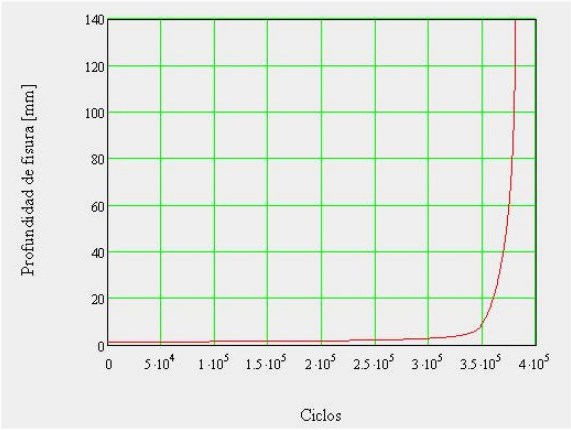


Figura 12. Propagación de fisura respecto a número de ciclos para Δ=1mm a partir de defecto inicial de profundidad a_0=1mm.

Tabla 4. Límite de ciclos por Mecánica de la Fractura Elástico Lineal en función del desplazamiento forzado Δ y la profundidad de defecto inicial a_0.

		Δ [mm]			
		0.5	0.64	1	1.3
a ($\Delta K_{Imax}=K_{Imax}$) [mm]		130	125	100	85
a_0 [mm]	0.5	$8.4\cdot10^7$	$1.9\cdot10^7$	$1.4\cdot10^6$	$3\cdot10^5$
	1	$2.2\cdot10^7$	$5.1\cdot10^6$	$3.8\cdot10^5$	$9.2\cdot10^4$

Tabla 5. Límite de vida por Mecánica de la Fractura Elástico Lineal en función del desplazamiento forzado Δ y la profundidad de defecto inicial a_0.

		Δ [mm]			
		0.5	0.64	1	1.3
a ($\Delta K_{Imax}=K_{Imax}$) [mm]		130	125	100	85
a_0 [mm]	0.5	24 meses	5 meses	12 días	42 horas
	1	6 meses	42 días	3 días	13 horas

5. CONCLUSIONES

Las características fractográficas de la superficie de rotura y los estudios teóricos llevados a cabo mediante dos métodos distintos confirman que el mecanismo que ha producido el fallo del eje es la fatiga.

Los defectos iniciadores del proceso de fatiga son producidos por efecto de la corrosión. Estos defectos tienen un tamaño del orden de 1 mm y están repartidos por toda la superficie exterior del eje.

El análisis de fallo mecánico sugiere que la falta de alineación es la causa principal de la rotura del eje.

El estudio teórico realizado según métodos de fatiga tradicional y según Mecánica de la Fractura Elástico Lineal confirma las observaciones del análisis de laboratorio. Además, los resultados del estudio teórico se ajustan a la experiencia en la fábrica.

Los procedimientos propuestos por FITNET ofrecen una novedosa herramienta para el estudio de fallos de componentes sometidos a fatiga.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la colaboración de los técnicos y responsables de mantenimiento mecánico de la fábrica de Dynasol Elastómeros (Repsol YPF) en Gajano (Cantabria).

REFERENCIAS

[1] European Fitness-for-service Network. *FITNET. FITNESS-FOR-SERVICE PROCEDURE*. Revision MK8. January 2008.

[2] ASME. Article A-4300, Fatigue crack growth rate.

[3] *Stahlschlüssel*. Aufflage 2007

ESTUDIO COMPARATIVO DE LOS PARÁMETROS INFLUYENTES EN LA MAQUINANIBILIDAD DE LOS LATONES AL PLOMO

P.García[1], S. Rivera[1], M.Palacios[1], J.Belzunce[2]

[1] Fundación ITMA (Centro Tecnológico del Acero y Materiales Metálicos),
Parque Empresarial del Principado de Asturias (PEPA), Calafates, Nº11, parcela L-3.4,
33400 Avilés, Asturias.
E-mail: p.garcia@itma.es, m.palacios@itma.es, s.rivera@itma.es,

[2] Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad de Oviedo.
Campus universitario
33203 Gijón, Asturias
E-mail: belzunce@uniovi.es

RESUMEN

Los latones al plomo se emplean extensivamente cuando, además de las propiedades características del latón, se requiere una buena maquinabilidad. Una de las principales aplicaciones de estas aleaciones es la fabricación de elementos para conducciones de fluidos.

Se ha realizado un estudio comparativo entre dos barras de latón al plomo con el fin de determinar las causas del distinto comportamiento observado en ambas ante procesos de corte. Tratándose de aleaciones idénticas del tipo CuZn39Pb3 y de igual geometría, se ha estudiado la composición química, las propiedades mecánicas y la microestructura en ambas muestras.

Se han encontrado diferencias significativas en cuanto a la distribución y tamaño de los glóbulos de plomo y en cuanto a la proporción de fases (α+β'), lo que indicaría que las velocidades de solidificación han sido distintas en cada una de las barras examinadas; siendo la distribución de plomo la causa fundamental que afecta a la maquinabilidad de dichas aleaciones.

ABSTRACT

One of the main applications of brasses is the manufacturing of fluid carrying systems. The shape of the final product is usually made by means of machining from the rolled or extruded standard bar, so that effective and low cost machining operations are required. Leaded brasses are extensively used when good machinability is required.

Two leaded brasses (alloy type CuZn39Pb3) with the same material geometry and different behaviour in saw cutting operations have been characterized in this work. Chemical composition, mechanical and microestructural properties have been studied in order to clarify the observed differences during machining (saw cutting).

Significant differences have been found with respect to the size and distribution of lead globules and phase proportions (α+β'), that have been explained due to the existence of different solidification patterns in both products; being the lead distribution the most important characteristic relative to the leaded brass cutting behavior.

PALABRAS CLAVE: Latón, Latón al plomo, Mecanizado.

1. INTRODUCCIÓN

El latón es una aleación formada combinando dos metales, cobre y zinc, que se usa en la actualidad en la fabricación de multitud de componentes para diversas industrias. Se utiliza en el sector de la industria eléctrica, de la automoción y para la fabricación de válvulas y grifería entre otros. Entre otras propiedades importantes destaca su elevada conductividad eléctrica y térmica, su elevada resistencia a la corrosión y sus buenas propiedades frente al desgaste.

Entre sus aplicaciones más utilizadas figura la fabricación de piezas y utensilios de grifería y válvulas. Para la producción de estos componentes se parte de un tocho que sufre una etapa de laminación o extrusión hasta obtener un producto en forma de barra o redondo, en función de la aplicación posterior.

Sobre esta barra o producto semiacabado se pueden realizar procesos de mecanizado por arranque de viruta, procesos de estampación en caliente o procesos por deformación en frío. Cualquiera de estos tres procesos pueden ser necesarios para obtener el producto final

terminado y en función de la geometría final del componente que se quiera obtener, se puede aplicar un proceso u otro.

En el caso de que se utilice un proceso de conformado por deformación en frío se necesita una aleación sea rica en cobre (por encima del 60% en peso) para que sea maleable y dúctil. En el caso de que se requiera una buena aptitud frente al mecanizado los latones se alean con plomo (hasta un 3% en peso), lo que facilita la rotura de la viruta y de este modo se puede aumentar la velocidad del mecanizado, aumenta la productividad, disminuye el desgaste de la herramienta y se mejoran los acabados superficiales de las piezas.

En el presente estudio se ha estudiado la aleación CuZn39Pb3, según la norma UNE-EN 12164, utilizada para la fabricación de elementos utilizados en conducciones de fluidos. El producto final se obtiene a partir de una barra prismática extruida. Sobre esta barra prismática se deben realizar procedimientos de corte por sierra previos al proceso de estampación posterior. Se han estudiado dos barras prismáticas que presentaban una distinta aptitud al corte, con objeto de intentar correlacionar esta propiedad con la microestructura de las muestras y definir la distribución más adecuada de las distintas fases presentes.

2. LATONES AL PLOMO

Los latones son aleaciones de base cobre y zinc que contienen típicamente entre un 5% y un 45% de Zn y otros elementos como Pb, Sn, Al, Fe, Si, que añadidos en pequeñas proporciones mejoran algunas propiedades específicas.

Los latones con contenidos menores del 33% de Zn son latones monofásicos, ya que presentan únicamente la fase α, en cambio, por encima del 36% de zinc la estructura es bifásica con la presencia de dos fases (α y β´).

Si se busca un buen comportamiento frente a la deformación en frío, la calidad más adecuada de latón es el 66Cu33Zn1Pb, que es un latón prácticamente monofásico (fase α), mientras que si se busca un buen comportamiento ante la deformación en caliente (forja, laminación, extrusión) serían preferibles los latones bifásicos (α y β´) -la fase β´ se convierte en β a una temperatura superior a los 450ºC-. Esta fase confiere una buena maleabilidad a la pieza por encima de los 450ºC. La calidad ideal en este caso es la 60Cu40Zn. En cambio si lo que se busca es una buena maquinabilidad se le añadirá un determinado porcentaje en peso de plomo (latones al plomo). Una de las calidades más utilizadas en estos supuestos es la 62Cu35Zn3Pb.

Algunas de las piezas utilizadas para fabricar componentes para conducciones de fluidos parten de redondos o barras que necesitan ser cortadas, para lo que se exige una buena aptitud al corte y mecanizado. Con posterioridad se les suele aplicar una elevada deformación en caliente (mediante un proceso de forja), con lo que es conveniente que, además, tengan buena aptitud al conformado a alta temperatura.

En este tipo de situaciones se debe por lo tanto buscar un compromiso entre una buena aptitud al mecanizado y a la conformación en caliente. Para ello se debe seleccionar la relación más adecuada de elementos de aleación y escoger el proceso de fabricación apropiado necesario ajustando aquellos parámetros que pudieran modificar la microestructura final de la pieza y por lo tanto su aptitud al proceso de conformado elegido y sus propiedades mecánicas finales.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se caracterizaron dos barras de latón de la misma geometría, consistente en una sección cuadrada de 14 mm de lado y una longitud de 300 mm. La caracterización se realizó conforme a la norma de producto UNE-EN 12164-99 [1]. En la figura 1 se puede observar una fotografía del aspecto general de las barras.

Figura 1: Barra rectangular. Muestras 5157/1 (mala aptitud al corte). Muestras 5157/2 (buena aptitud al corte).

5157/1	Mala aptitud al corte
5157/2	Buena aptitud al corte

Tabla 1. Codificación de las barras.

3.1. Análisis químico

Se realizaron análisis químicos sobre cada una de las barras en superficie y en el centro de la sección. Además se fundió en un crisol de alúmina un trozo de una de las barras (5157/1) y se coló en un molde de cobre refrigerado con agua y se realizó un nuevo análisis químico sobre esta muestra.

Todos los análisis se realizaron mediante un espectrómetro de emisión atómica con fuente de chispa. Previo al análisis químico se pulió la superficie de cada muestra hasta dejarla limpia de escorias.

3.2. Ensayos Mecánicos

Se realizaron ensayos de tracción de acuerdo con la norma UNE-EN 10002-1 sobre probetas cilíndricas extraídas de las barras, con el eje de la probeta coaxial con el eje de la barra. Se utilizó una probeta proporcional para la medida del alargamiento. Para la ejecución del ensayo de tracción se utilizó una máquina universal de ensayos Instron de 100 kN de capacidad de carga. La velocidad de ensayo fue de 1 mm/min en la zona elástica y, una vez alcanzado el límite elástico, de 21 mm/min en la zona plástica, hasta la rotura. Asimismo se realizaron ensayos de dureza Vickers bajo carga de 10 kg sobre una sección transversal de la barra. Se realizaron 3 huellas equiespaciadas sobre la sección.

3.3. Estudio microrestructural

Para el estudio microestructural se tomó una muestra a partir de un corte transversal en cada una de las barras. Las muestras se embutieron en resina protectora de bordes y se pulieron hasta pasta de diamante de 1 μm. Posteriormente se atacaron con una disolución consistente en 25 ml de HCl, 25 g de $FeCl_3$ y 100 ml de agua.

Se realizó un estudio de la distribución de plomo y de las distintas fases presentes en las muestras y para ello se utilizó un software de análisis de imagen. Se estudiaron dos zonas en cada sección transversal, una en el centro y otra cercana a la superficie. Para la determinación del tamaño de grano de la microestructura se siguió la norma UNE-EN ISO 2624 [2] y se utilizó el método comparativo con imágenes patrón una vez las muestras hubieron sido pulidas y atacadas para revelar perfectamente el contorno de sus granos.

Para los análisis se utilizó un microscopio óptico y un microscopio electrónico de barrido, que incorpora una microsonda de análisis por energías dispersivas de rayos X, que permite realizar análisis químicos semicuantitativos.

4. RESULTADOS

4.1. Análisis químico

La Tabla 2 muestra la composición química de las dos barras analizadas y de la muestra fundida y analizada con posterioridad. La composición química de la muestra 5751/2 cumple con las especificaciones de análisis químico requerida por la norma, mientras que la muestra 5751/1 muestra una composición ligeramente diferente entre su superficie y su región central y además su contenido en plomo y cobre están fuera del rango. Sin embargo, el análisis realizado con posterioridad sobre la muestra fundida presenta un valor del contenido en plomo dentro del rango establecido.

Elemento	**Cu**	**Zn**	**Pb**	**Sn**
5157/1 s	55.8	39.8	3.79	0.176
5157/1 c	57.1	38.0	4.42	0.181
5157/1 f	59.2	37.3	2.99	<0.170
5157/2 s	57.1	39.6	2.80	0.203
5157/2 c	57.8	39.3	2.39	0.170
UNE-EN 12164	57-59	Resto	2.5-3.5	<0.30
Elemento	**P**	**Fe**	**Ni**	**Si**
5157/1 s	0.012	0.221	0.056	0.0075
5157/1 c	-	0.254	0.049	<0.004
5157/1 f	0.005	0.257	0.059	0.004
5157/2 s	0.0083	0.163	0.056	0.0051
5157/2 c	<0.006	0.196	0.057	<0.009
UNE-EN 12164	-	<0.30	<0.30	-
Elemento	Al			
5157/1 s	0.026			
5157/1 c	0.025			
5157/1 f	0.025			
5157/2 s	<0.010			
5157/2 c	<0.005			
UNE-EN 12164	<0.050			

Tabla 2. Composición química de las barras. Elementos en % en peso salvo cuando se indica otra cosa. S-superficie. C-centro. F-fundido

4.2. Ensayos Mecánicos

Los resultados de los ensayos de tracción y dureza realizados sobre las probetas extraídas de las barras se muestran en la Tabla 3. Se observa que la barra 5157/2 posee un límite elástico y una resistencia mecánica superiores que los de la barra 5157/1, una dureza ligeramente inferior, mientras que los alargamientos medidos son muy similares en ambos latones.

PROBETA	Límite elástico [N/mm^2]	Resistencia tracción [N/mm^2]	Alarg. [%]
5157/1	320	364	23.0
5157/2	346	394	22.5
PROBETA	Estricción [%]	Dureza HV10	Dureza HV10 (media)
5157/1	37	126-132-135	131
5157/2	38	126-124-126	125

Tabla 3. Propiedades mecánicas de los dos latones.

4.3. Estudio microestructural

En las figuras 2 y 3 se aprecia la estructura bifásica alfa+beta (α+β´) típica de los latones con estos contenidos de zinc. La microestructura es ligeramente diferente en ambas muestras, ya que la muestra 5157/1 tiene un tamaño de grano menor en su centro (ver tabla 4), un mayor porcentaje de fase alfa (ver tabla 5) y una geometría de grano más regular y equiáxica.

También se aprecian notables diferencias en el tamaño de los glóbulos de plomo, que serán analizadas sobre las micrografías en estado de pulido, ya que en ellas se contrastan mejor esta fase dispersa. De todos modos en la figura 4 se muestran glóbulos de plomo de gran tamaño (20 µm aprox.) sobre una micrografía atacada de la muestra 5157-1.

En las micrografías en estado de pulido (figuras 5 y 6) se observa con más claridad las diferencias en cuanto a la distribución de plomo, fase ésta que se presenta en el latón en forma de puntos oscuros dispersos, ya que el plomo apenas es soluble a temperatura ambiente por lo que segrega en los bordes de grano o regiones interdentríticas. Los glóbulos de plomo de la muestra 5157/1 tienen un tamaño considerablemente mayor que los de la muestra 5157/2. El porcentaje en plomo de la muestra 5157/1 era superior, como se había comprobado en el análisis químico de la Tabla 2

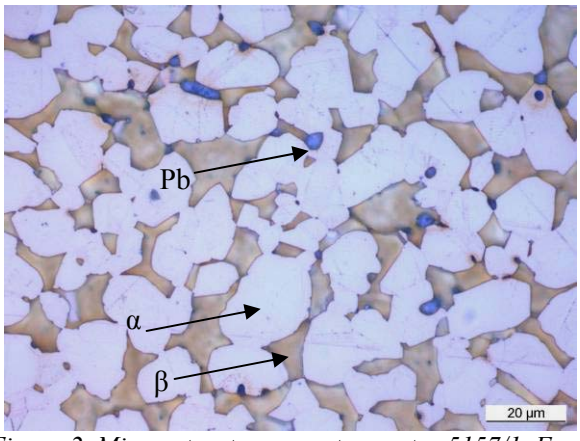


Figura 2. Microestructura muestra centro 5157/1. Fase alfa (α), fase beta (β), partículas de plomo (Pb).

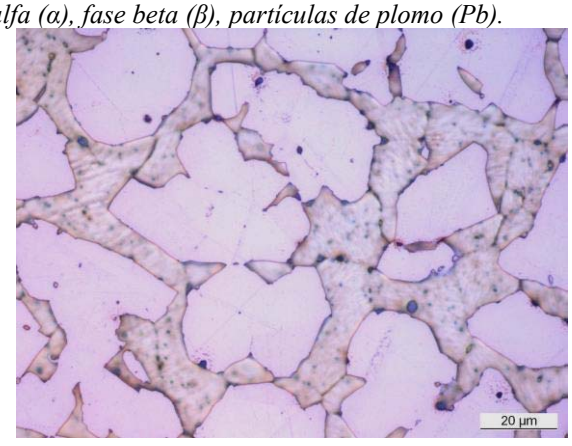


Figura 3. Microestructura muestra centro 5157/2. Fase alfa (α), fase beta (β), partículas de plomo (Pb).

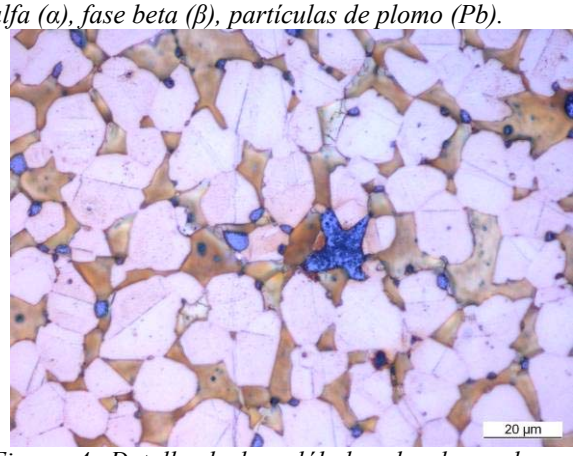


Figura 4. Detalle de los glóbulos de plomo de gran tamaño. 5157/1.

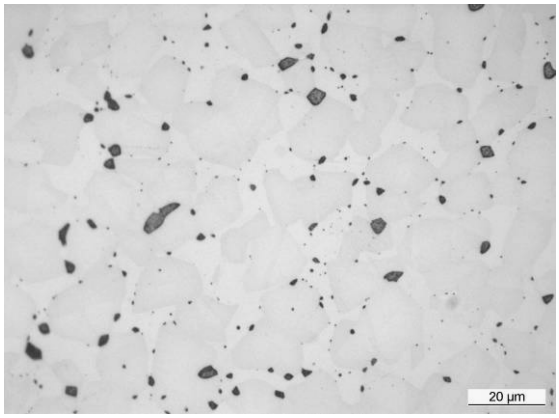


Figura 5. Detalle de los glóbulos de plomo. 5157/1.

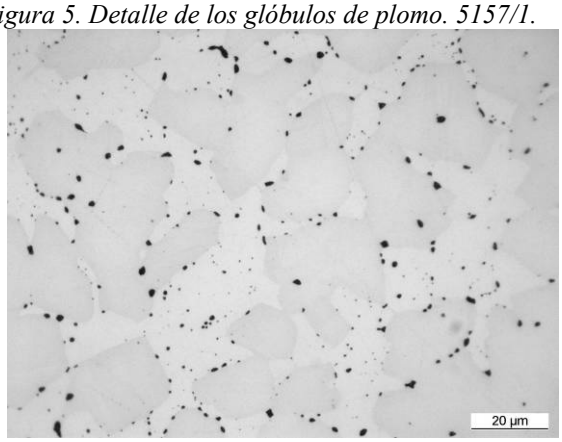


Figura 6. Detalle de los glóbulos de plomo. 5157/2.

Muestra	Zona	Tamaño medio de grano (µm)
5157/1	Centro	12
	Superficie	10
5157/2	Centro	25
	Superficie	12

Tabla 4. Determinación del tamaño de grano medio.

Las figuras 7 y 8 muestran respectivamente el alto contraste entre las fases logrado al utilizar iluminación con luz polarizada y el tipo de imagen digital sobre el

que se llevó a cabo el recuento de la fracción volumétrica de la fase α.

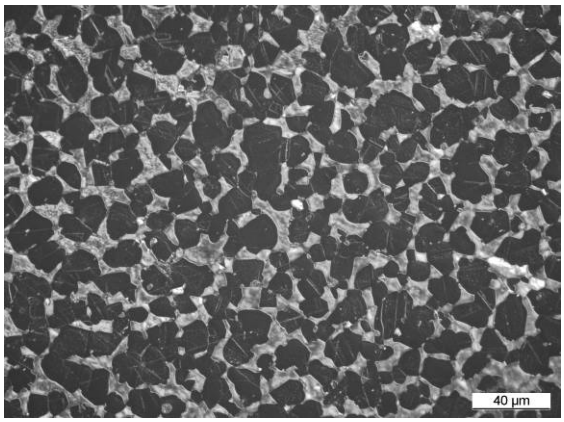


Figura 7. Muestra 5157/1, imagen mediante luz polarizada.

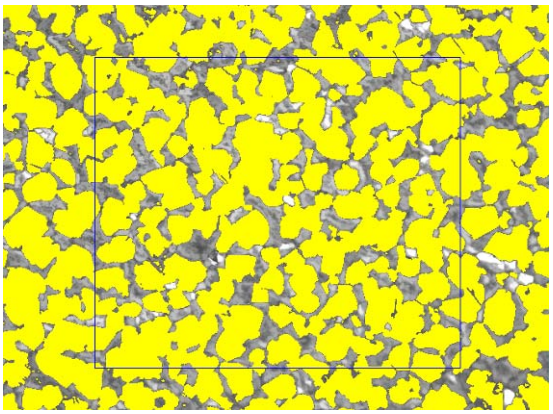


Figura 8. Muestra 5157/1, imagen digital sobre la que se realiza la medida de fases.

Muestra	Zona	Porcentaje de área ocupada por la fase alfa (α)	
		Nominal	Desv. estándar
5157/1	Centro	69.2%	1.29
	Superficie	64.5%	2.23
5157/2	Centro	56.6%	0.64
	Superficie	60.9%	1.94

Tabla 5. Fracción volumétrica de fase alfa en ambas muestras.

Tras el estudio comparativo efectuado entre las dos barras de latón tipo CuZn39Pb3 con el fin de explicar el diferente comportamiento de ambas en procesos de corte se destacan los puntos siguientes:

- En cuanto a la composición química, la muestra 5157-2 cumple con los requisitos para una aleación CuZn39Pb3, según norma UNE-EN 12164, mientras que la muestra 5157-1 presenta un exceso de plomo. Tras fundir la muestra 5157-1 y realizar el análisis químico tras su solidificación el contenido de plomo medido se encontró ya dentro del rango establecido. En cuanto al resto de elementos no hay diferencias apreciables entre ambas muestras salvo un mayor porcentaje de hierro en la 5157-1.

- En los ensayos de tracción realizados se obtuvo un mayor límite elástico y resistencia a la tracción en la probeta 5157-2, mientras que los parámetros de ductilidad son similares en ambas probetas. Estas diferencias pueden achacarse al mayor contenido de Zn (mayor proporción de fase β´) de la barra 5157/2. En el ensayo de dureza se obtuvieron resultados bastante similares en ambas muestras.

- Ambas muestras presentan una microestructura bifásica alfa+beta (α+β'), notándose que en la muestra 5157/1 el tamaño de grano es menor y la morfología granular es más regular y equiáxica. El tamaño medio de los glóbulos de plomo es superior en la muestra 5157-1, observándose en ésta numerosos glóbulos de gran tamaño que concentran un gran volumen de plomo con una relación superficie/volumen desfavorable e inferior a la que presentan los glóbulos de pequeño tamaño de la muestra 5157-2. En cuanto a la fracción volumétrica de las otras dos fases, el porcentaje de fase alfa es mayor en la muestra 5157-1, dato apreciable tanto a simple vista como mediante el análisis de imagen realizado.

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El mal comportamiento detectado en la muestra de latón 5157-1 ante procesos de corte puede explicarse por el exceso de plomo y la desfavorable geometría de los glóbulos de plomo, de tamaño excesivo y de menor relación superficie/volumen en comparación a los glóbulos de la muestra 5157-2. En la figura 9 se puede apreciar cómo, para aleaciones de este tipo, contenidos en plomo superiores al 3.25% rara vez son ventajosos [3]. Así mismo, la figura 10 muestra que la maquinabilidad de las aleaciones Cu-Zn mejora al aumentar el contenido de cobre (disminución de la proporción de fase β´, ligeramente más dura que la fase α).

Se han encontrado diferencias significativas entre ambas muestras en cuanto a la proporción de fases que no se pueden explicar al comparar su composición química, lo que hace pensar que la velocidad de solidificación de la muestra 5157/2 haya sido mayor. Una mayor velocidad de solidificación (enfriamiento de no equilibrio) desplazaría la curva de separación entre los campos (α+β') y (β') hacia menores contenidos de Zn (véase figura 11), lo que se traduciría en el aumento de la proporción de fase beta. Esta supuesta mayor velocidad de enfriamiento de la muestra 5157/2 es coherente con la mayor dispersión y finura de los glóbulos de plomo que se había observado en esta muestra.

En ninguna de las dos muestras se han encontrado agregados o inclusiones que pudieran incrementar la dureza de la aleación, únicamente se ha detectado un mayor contenido de Fe en la muestra 5157-1, que aunque poco significativo, quizás empeore la maquinabilidad de la aleación.

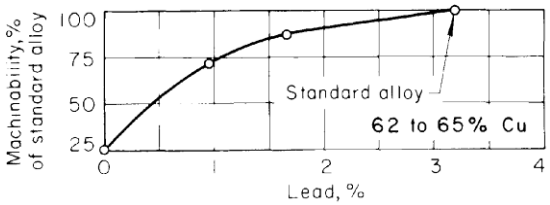


Figura 9. Efecto del contenido de plomo sobre la maquinabilidad de latones de 62 a 65% Cu [3].

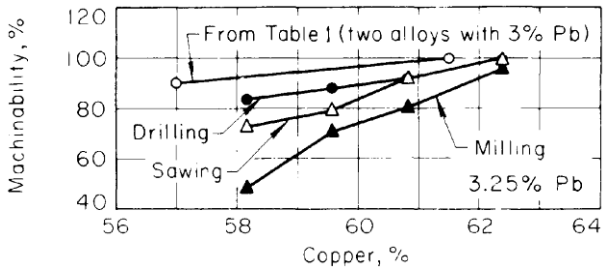


Figura 10. Efecto del contenido de cobre sobre la maquinabilidad de los latones α+β de fácil mecanizado (free-cutting).

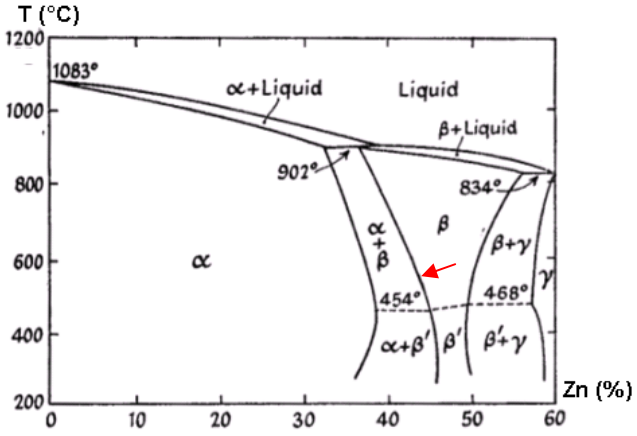


Figura 11. Diagrama de fases cobre-zinc

6. CONCLUSIONES

En definitiva, a la vista del estudio realizado y de las diferencias puestas en evidencia entre las dos barras de latón, el quemado y mayor desgaste de la herramienta de corte que ocasiona la muestra 5157/1 debe achacarse a la peor distribución del plomo en su microestructura, ya que este metal aparece distribuido de manera mucho más heterogénea y en forma de glóbulos apreciablemente mayores, lo que dificulta el logro de una lubricación eficiente de la herramienta. Dado que el plomo se forma durante la solidificación de la barra y, siendo un elemento totalmente insoluble en estado sólido, su distribución no resulta afectada por el proceso de extrusión posterior, parecería aconsejable aumentar la velocidad de enfriamiento de la colada de la barra con el propósito de obtener una precipitación de plomo más fina y dispersa.

REFERENCIAS

[1] UNE-EN 12164-99: Cobre y aleaciones de cobre. Barras para mecanizado.

[2] UNE-EN ISO 2624: “Cobre y aleaciones de cobre. Estimación del tamaño de grano medio”.

[3] ASM Handbook Volume 16: Machining (1995). ASM International, Metals Park, Ohio, U.S.A.

[4] Cristián Vial, Apuntes de Metalurgia Física (2002). Pontificia Universidad Católica de Chile.

CONFERENCIAS INVITADAS ●

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES ●

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS ●

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS ●

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS ●

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO ●

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS ●

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS ●

TÉCNICAS EXPERIMENTALES ●

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA ●

ÍNDICE TEMÁTICO ●

ÍNDICE DE AUTORES ●

1/f noise 549
3Y-TZP ceramics 86
Ablación por femtoláser 537
Abrasion 578
Acero alta resistencia 560
Acero de herramienta 611
Acero inoxidable dúplex 160
Acero inoxidable martensítico 554
Acero perlítico 148 307 319 325 331
Acero perlítico trefilado 142 301
Aceros 9Cr 106
Aceros de doble fase 166
Aceros para trabajo en frío 136
Acoplamiento tensional 357
Acrylonitrile/butadiene/styrene (ABS) copolymer 211
AFM 45
Aleación de aluminio 337
Aleaciones de W 118
Alta temperatura 118
Alúmina-Mullita 45
Aluminio 1050 A 124
Análisis de fallo 648
Análisis mesomecánico 452 458
Análisis modal 253
Análisis no destructivo 599
Anisotropía microestructural 142 325
Anodizado 337
Aorta humana 21
API 579 640
Ataque sulfático externo 458
Barrera microestructural 289
BCS 424
Blends 211
Boundary integral equation 435
Calorimetría 220
Cambios bruscos de carga 301
Caprolactona 226
Carburos primarios 136
Cementos óseos 27
Ciclos hielo-deshielo 472
Cierre de grieta en fatiga 259 441
Circona 81
Cohesive crack 92
Cohesive zone model 435
Componentes entallados 271
Comportamiento mecánico 27
Composites 187
Compuestos 181
Computational micromechanics 187
Concentración crítica de cloruros 519
Concentrador de tensiones 446
Constricción transversal 411
Contacto caras de grieta 429
Copolímeros en bloque etileno-propileno 175
Correlación de imágenes 441 446
Corrosión bajo tensión 560
Corrosión de armadura 519
Crack 3
Crack velocity 507
Creep 3
Cristalinidad 220
Curado 472
Curva tensión-deformación 495
Curvas de constricción 370
Daño 277
Debris 549
Defectos de soldadura 585
Deformación de rotura 154
Delaminación 633
Desarrollo de Williams 370
Desgaste 160
Deslizamiento. 160
Deterioro 472
Diagrama FAD 382
Dinámica de dislocaciones 112
Dinámica molecular 388
Dislocación 289
Dislocaciones distribuidas 424
Distancia en el espacio de tensiones 417
Drop-weight impact machine 513
Drucker prager 205
Durability 92
Dureza 611
Dynamic increase factor 513
ECAP 130
Ecuación de Hall-Petch 142
Efecto Bauschinger 319
Efecto de la carga 348
Efecto de la velocidad de solicitación 63 376
Efecto del espesor 411
Elemento cohesivo 69
Elemento junta 452
Elementos finitos 112 259 394 400 441
Endurecimiento fuera de fase 417
Energía almacenada 277
Energía de fractura 63
Energía de fractura local 51
Energía de fractura real del hormigón 51
Ensayo de tracción 154
Ensayo miniatura de punzonado 166 572
Ensayo small punch 382
Ensayos de tracción 21
Ensayos mecánicos 124
Entalla 289
Entallas 265
Envejecimiento 21 531 591

Espumas *238*
Estado tensodeformacional residual *307* *313*
Estela plástica *259*
Estimación de vida *265*
Estricción *154*
Experimental *187*
Factor de concertación de tensiones *400*
Factor de intensidad de tensiones *388*
Factor de intensificación de tensiones *446*
Fallo por tensión diagonal *69*
Falta de resistencia *585*
Fase sigma *160*
Fatiga *199* *253* *277* *283* *337* *525* *585* *605* *658*
Fatiga isoterma *343*
Fatiga multiaxial *417*
Fatigue life *640*
FEM *205*
Ferritas *75*
Fieltros *394*
Finite element *92*
Fisuración por fatiga *301*
Flexión en cuatro puntos *337*
Fractografía *101* *124* *599*
Fractografic *39*
Fractura *136* *175* *181* *658*
Fractura anisótropa *148*
Fractura del hormigón *376*
Fractura dinámica *365*
Fractura intergranular *599*
Fracture energy *513*
Fracture of glass *39*
Fragilización *531*
Fragilización *591*
Fragilización por hidrógeno *307* *313* *348*
Fretting *265*
Friction *549*
Furánicas *215* *226*
Galerkin *365*
GRC *531*
Grieta pequeña *289*
Hierro *388*
High pressure vessel *640*
High-strength concrete *507* *513*
Hormigón *458* *472*
Hormigón armado *627*
Hormigón de alta resistencia *63*
Hormigón reciclado *283*
Hydrothermal degradation *86*
Impacto indentación *654*
Impurezas *199*
Inclusiones *605*
Indentación Berkovich *543*
Indentación esférica *495*
Iniciación *271*
Integral Jx1 *411*
Integrales de contorno y dominio *411*
Intensidad de tensión *357*
Intercara fibra-matriz *633*
Interconversiones *244*
Latón *664*
Latón al plomo *664*
LEFM *193*
Liberación de antibiótico *27*
Límite de fatiga *289* *406*
Límite elástico *424*
Loading rates *507* *513*
Longitud de transición *313*
***M**asonry* *92*
Master Curve *106*
Material compuesto *633* *654*
Material compuesto de matriz titanio *101*
Material testing *578*
Materiales metálicos *501*
Materias primas renovables *215*
Máxima verosimilitud *406*
MEC *365*
Mecanismos de desgaste *81*
Mecanizado *664*
Mechanical properties of blends PC/ABS *211*
Mechanical strength *39*
Metal duro *566*
Método de elementos finitos *654*
Método de la flexibilidad *560*
Método mortar *429*
Métodos estadísticos *406*
Microestructura *118*
Microfisuración *45*
Microscopia confocal *45*
Modelización *394*
Modelización mediante elementos finitos *343*
Modelo cohesive-viscoso *376*
Modelo cohesivo *627*
Modelo de rotura *554*
Modificación de propiedades *226*
Modo mixto de fractura en hormigón *452*
Módulo de Young *489*
Moldeo por inyección *75*
Muelle *605*
Nanocompuestos *232*
Nanoindentación *45* *57* *566*
Nanoindentation *205*
Oro *481*
Pandeo *627*
Parámetros estructurales *175*

Pericardio *33*
Picoindentación *489*
Piezoeléctrico *365*
Pilas de combustible de óxido sólido *543*
Plasticidad *112*
Plasticidad cíclica *417*
Plataforma elevadora *648*
Poliamida *220* *277*
Poliamida reforzada *199* *295*
Polietileno *238*
Polímeros *193* *244* *537*
Polímeros biodegradables *232*
Polipropileno *238*
Polycarbonate *211*
Polymer matrix composites *205*
Predicción vida a fatiga *271*
Probetas agrietadas *572*
Probetas CT *400*
Procedimientos de obtención *51*
Proceso de curado *215*
Propagación *271*
Propiedades de tracción *501*
Propiedades magnéticas *75*
Propiedades mecánicas *57* *75* *118*
166 *481* *543*
Pultrusión *633*
Pulvimetalurgia *130*
RCD *283*
Reciclado *199* *295*
Reference Stress *3*
Relajación dinámica *69*
Reparación *585*
Resistencia a fatiga *295*
Resistencia al impacto *181*
Resistencia mecánica *33*
Riesgo *467*
Rotura *467*
***S**and-pile model* *549*
SGBEM *435*
Sistemas de monitorización *357*
Small punch *481* *501*
Soldadura *648*
Stress intensity factor *640*
Superaleación de níquel *343*
Superconductores *495*
Surface durability *578*
Tamaño de grano *81*
Tearing topography surface *325* *331*
Tenacidad *611*
Tenacidad a fractura *106* *232* *382*
566 *572*
Tendones galvanizados *348*
Tensión de fricción *424*
Tensión plana *370*
Tensiones residuales *331*
Tensor intensidad de tensión *370*
Termografía *525*
Termoplástico *525*
Thermal properties of blends PC/ABS *211*
Titanato de circonio *57*
Titanio reforzado *130*
Trabajo de fractura *376*
Trabajo esencial de fractura (EWF) *238* *537*
Tracción *199*
Trefilado *148* *319*
Triaxialidad tensional *554*
Ultrasonidos *472*
Válvula *591*
Válvulas biológicas *33*
Variabilidad *519*
Vida en servicio *467*
Vida útil *519*
Viscoelasticidad *244*
W *118*
Wear *86*
Wear *549*
Wire-winding *640*
X-FEM *429*
Y$Ba_{1,75}Sr_{0,25}Cu_3O_{7-d}$ (YBaSrCuO) *489*

CONFERENCIAS INVITADAS •

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES •

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS •

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS •

FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS •

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO •

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS •

SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS •

TÉCNICAS EXPERIMENTALES •

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA •

ÍNDICE TEMÁTICO •

ÍNDICE DE AUTORES •

Aguado, L. *307 319*
Aguirre, M.V. *118*
Ainsworth, R.A. *3*
Al-Assadi, G. *472*
Albístur, A. *124*
Aldazabal, J. *388*
Alegre, J.M. *382 640*
Alonso, M.C. *348 519*
Álvarez, J.A. *357 501 658*
Andrade, C. *560*
Anglada, M. *81 86 160*
Antunes, M. *238*
Araújo, J. *181*
Arenas, M.A. *337*
Arencón, D. *238*
Aretxabaleta, L. *654*
Atienza, J.M. *21 33 154*
Atxaga, G. *585*
Aurrekoetxea, J. *654*
Ayaso, F.J. *148 301 648*
Báscones, R. *658*
Baudín, C. *45 57*
Belzunce, F.J. *166 572 664*
Berlanga, C. *124*
Betegón, C. *166 572*
Biezma, M.V. *467*
Borja, S.M. *337*
Botero, C.A. *45 57*
Bravo, P.M. *382 640*
Burgos, R.L. *21*
Cabeza, C. *205*
Cajal, A. *525*
Camara, M. *507 513*
Camas-Peña, D. *259 400 441*
Canales, M. *525*
Capdevila, X.G. *489 495 543*
Capel, F. *39*
Cárdenas, E. *166*
Carmona, J.R. *627*
Caro, J. *566*
Carol, I. *452 458*
Carrascal, I.A. *199 277 283 295*
Casado, J.A. *199 277 295*
Casas, B. *611*
Casati, M.J. *472*
Casellas, D. *136 566 611*
Castillo, E. *370*
Castillo, G. *654*
Cendón, D. *154 531 554*
Chaves, V. *289*
Chiminelli, A. *605*
Chintapalli, R. *86*
Cicero, R. *357*
Cicero, S. *481 591*
Cifuentes, H. *51*
Claes, E. *21*
Conde, A. *337*
Cuadrado, N. *566*
Cuesta, I.I. *382 640*
De Paoli, M.A. *181*
Dias, F.T. *489*
Diaz, J. *489*
Diego, S. *199 277 295*
Domínguez, J. *265 271*
Duarte, M. *549*
Elices, M. *154*
Elizalde, M.R. *343*
Enfedaque, A. *531*
Erice, B. *554*
Fargas, G. *160*
Fathy, A.M. *92*
Fernández Canteli, A. *244 253 370 411*
Fernández Carrasquilla, J. *124*
Fernández Fernández, P. *244 253*
Fernández Sáez, J. *411*
Fernández Zúñiga, D. *370 411*
Fernández, A.I. *238*
Fernández, J. *472*
Férnandez, P. *106*
Franco-Urquiza, E. *537*
Frutos, G. *27*
Fuenmayor, F.J. *429*
Fullea, J. *560*
Gálvez, F. *531 554*
Gálvez, J.C. *472*
Gamez-Perez, J. *232*
García de Cortázar, M. *101*
García, C. *21*
García, J. *501*
García, P. *664*
García-Manrique, J. *259 400*
García-Montero, C. *21*
García-Páez, J.M. *33*
García-Sánchez, F. *365*
Gil Sevillano, J. *388 406*
Giner, E. *411 429*
Góez, A. *136*
Gómez, C. *525 605*
González, B. *142 215 220 226 301 319 648*
González, C. *187 205 394*
González, D. *343*
González, M.L. *211 215 220 226*
González-Herrera, A. *259 400 441*
Gorrochategui, I. *357 591 633 658*
Gray, L. *435*
Guinea, G.V. *21 33*
Gutiérrez, J. *75*

Gutiérrez-Solana, F. *199 277 295 481 501*
Hernández, R. *611*
Hvizdos, P. *81*
Idiart, A. *458*
Illescas, S. *193*
Irastorza, A. *388*
Irisarri, A.M. *101 585 599*
Ispizua, A. *654*
Jiménez-Piqué, E. *45 57*
Jorge-Herrero, E. *33*
Juanes, F.J. *215 226*
Kharin, V. *307 313 319 648*
Lacalle, R. *481 501*
Lamela Rey, M.J. *244*
Lapeña, J. *106*
Laspalas, M. *525*
Leguey, T. *130*
Lei, Y. *3*
Levenfeld, B. *75*
Llanes, L. *45 57 136 566*
Llorca, J. *112 118 187 205 394*
López Aenlle, M. *253*
López, C.M. *452 458*
López, I. *654*
Lopez-Crespo, P. *259 441 446*
López-López, E. *57*
López-Moreno, A. *446*
Lorenzo, M. *307 313 319 648*
Louis, E. *549*
Luque, A. *388*
Madrigal, C. *417*
Mano, B. *181*
Manteca, C. *633*
Mantic, V. *435*
Martín, A. *75 118*
Martínez, A.B. *175 181 193 537*
Martínez, M. *495 543*
Martínez, N. *27*
Martínez, R. *467*
Martínez-Esnaola, J.M. *343 388 406*
Martín-Meizoso, A. *343 406*
Maspoch, M.Ll. *232*
Mateo, A. *160*
Mateos, M. *654*
Matos, J.C. *142 301 319 648*
Medina, F. *51*
Mestra, A. *81 86 160*
Miguel, R. *633*
Miguez, J.C. *215 226*
Molina, J.M. *549*
Molina-Aldareguia, J.M. *205*
Mondragón, I. *211 226*
Monge, M.A. *118*
Monge, M.M. *130*
Monsalve, A. *337*
Morales, M. *495 543*
Moreno, R. *57*
Muñoz, A. *130*
Narciso, J. *549*
Nascimento, L. *232*
Navarro, A. *289 417 424*
Navarro, C. *265 271*
Núñez, J.L. *525 605*
Ocaña, I. *343*
Oncins, G. *489*
Palacios, M. *664*
Pareja, R. *118 130*
París, F. *435*
Paris, M.A. *75*
Pastor, J.Y. *27 75 118*
Patterson, E.A. *446*
Pedrejón, J.L. *343*
Peñuelas, I. *572*
Pérez-Ilzarbe, J. *124*
Picas, I. *136 611*
Piñol, S. *543*
Planas, J. *92*
Polanco, J.A. *199 277 283 295*
Porras, R. *63*
Porras-Soriano, R. *627*
Poveda, E. *63*
Prieto, R. *549*
Ramírez, L. *337*
Realinho, V. *238*
Recio, F.J. *348*
Retortillo, M. *331*
Ridruejo, Á. *394*
Rivera, R. *605*
Rivera, S. *664*
Roa, J.J. *489 495 543*
Rodríguez Argüelles, D. *244*
Rodríguez, C. *166 572*
Rodríguez, J. *175 537*
Rodríguez, M. *205 452*
Rodríguez, R. *148*
Rodríguez-Martín, R. *343*
Rodríguez-Senín, E. *75*
Rojo, F.J. *21 33*
Rosa, A.L. *376*
Ruiz, G. *63 69 376 507 513 627*
Sáez, A. *365*
Salán, N. *45*
Salazar, A. *175*
Salmi, G. *130*
Salvadori, A. *435*
San Cristóbal, J.R. *467*
Sánchez, J. *560*

Sánchez, M. *519*
Sánchez-Gálvez, V. *531* *554*
Sánchez-Soto, M. *193*
Sancho, J.M. *92*
Santana, O.O. *175* *232*
Saucedo, L. *69*
Savage, G. *617*
Schaf, J. *489*
Schuessler, T. *578*
Segarra, M. *489* *495* *543*
Segovia, A. *193* *537*
Segurado, J. *112*
Sendín Álvarez, A. *253*
Serrano López, M.A. *253*
Serrano, M. *106*
Setién, J. *283* *591*
Shterenlikht, A. *446*
Silveira, E. *101* *599*
Sousa, J.L.A.O. *376*
Stengler, R. *578*
Tarancón, J.E. *429*
Tarifa, M. *507* *513*
Távara, L. *435*
Thomas, C. *283*
Toledano, M. *337*
Toribio, J. *142* *148* *301* *307* *313* *319* *325* *331* *648*
Torrado, S. *27*
Torres, Y. *136*
Totry, E. *187*
Tur, M. *429*
Urrutibeascoa, I. *654*
Valea, A. *211* *215* *220* *226*
Valiente, A. *10*
Valle, J. *81* *86*
Vallellano, C. *424*
Valls, I. *611*
Várez, A. *75*
Vázquez, J. *265* *271*
Velasco, J.I. *238*
Vergara, D. *325* *331* *648*
Vieira, V.N. *489*
Virto, M.R. *27*
Viso, J.R. del *63*
Vragovic, I. *549*
Weinhold, W.P. *578*
Withers, P.J. *446*
Wünsche, M. *365*
Yates, J.R. *441* *446*
Yedra, Á. *633*
Yiqun, L. *21*
Yu, R.C. *69* *376* *507* *513* *627*
Zapatero, J. *441*
Zhang, X.X. *63* *507* *513*