

# Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

**XXX ENCUENTRO DEL  
GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA**

---

**Volumen III**

**Toledo**

13, 14 y 15 de marzo de 2013





# Anales de Mecánica de la Fractura

Texto de las comunicaciones presentadas en el

## XXX ENCUENTRO DEL GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA

---

13,14,15 de marzo de 2013  
Toledo

©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 de cualquier otro, sin previa autorización escrita por parte de la Editorial”

Depósito legal: B-6731-2013

I.S.S.N: 0213-3725

Coordinación Editorial: Centro Internacional de Métodos Numéricos en Ingeniería (CIMNE) Barcelona

Impresión: Artes Gráficas Torres. Huelva, 9 - 08940 Cornellà de Llobregat (Barcelona)

Fecha de impresión: Marzo 2013

## VOLUMEN III

<b>Rugosidad por Ataque Químico y Resistencia a la Fractura de 3Y-TZP</b> .....	<b>530</b>
F. G. Marro, Q. Flamant, B. Londiche y M. Anglada	
<b>Modelo Numérico para el Estudio de la Fisuración en Elementos de Hormigón Estructural a Edades Tempranas</b> .....	<b>536</b>
H. Cifuentes, F. Medina	
<b>Fatiga en Implantes Dentales</b> .....	<b>542</b>
J.M. Ayllón, C. Navarro, J. Vázquez y J. Domínguez	
<b>Predicción de la Vida a Fatiga por Fretting en la Aleación de Aluminio 7075-T6 con Contacto Esférico</b> .....	<b>548</b>
F. Aguirre, C. Vallengano, J. Domínguez	
<b>Sensibilidad a las Entallas del Acero Inoxidable Dúplex Fuertemente Trefilado</b> .....	<b>554</b>
M. De Abreu, A. Valiente, M. Iordachescu	
<b>Efecto de la Constricción en el Comportamiento a Fractura de Chapas de Fuerte Espesor de Aceros CrMoV: Curvas J-R Modificadas</b> .....	<b>560</b>
T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce	
<b>Patrón de Fisuración en un Apeo de una Pared Asimétrica de Obra</b> .....	<b>566</b>
L. Calderón, J. Maristany y A. Albareda	
<b>Aplicación del Modelo de Fisura Cohesiva al Estudio de Inyección de Fisuras en Presas de Hormigón</b> .....	<b>572</b>
M.P. Zappitelli, C.G. Rocco, J. Fernández-Sáez y E.I. Villa	
<b>Estudio Mediante el Ensayo Miniatura de Punzonado del Comportamiento en Fluencia de la Aleación de Magnesio AZ91D</b> .....	<b>578</b>
M. Lorenzo, J.M. Alegre, I.I. Cuesta	
<b>Utilización del Ensayo Miniatura de Punzonado en la Caracterización a Fractura de Films de Nanocompuestos de PLA</b> .....	<b>584</b>
C. Rodríguez, M. LL. Maspocho	
<b>Stable Fracture Testing for Toughness Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC Nanocomposites</b> .....	<b>590</b>
A. García-Prieto, T. Rodríguez-Suarez, R.I. Todd y C. Baudín	
<b>ÍNDICE TEMÁTICO</b> .....	<b>597</b>
<b>ÍNDICE DE AUTORES</b> .....	<b>601</b>

## RUGOSIDAD POR ATAQUE QUÍMICO Y RESISTENCIA A LA FRACTURA DE 3Y-TZP

F. G. Marro, Q. Flamant, B. Londiche y M. Anglada

Dep. Ciencia de los Materiales y Ing. Metalúrgica, Universidad Politécnica de Cataluña  
Av. Diagonal, 647, 08028 Barcelona, España  
E-mail: fernando.garcia.marro@upc.edu

### RESUMEN

La circona estabilizada con 3% molar de itria (3Y-TZP) es una cerámica biocompatible con buenas propiedades mecánicas que la hacen especialmente interesante para su utilización en prótesis e implantes dentales. Con la finalidad de producir una excelente biointegración de los implantes, es fundamental que la superficie del implante sea rugosa para aumentar así la resistencia de la unión entre el implante dental y el tejido óseo formado a su alrededor. Entre los diferentes procesos que podrían utilizarse para modificar la topografía superficial, en principio, uno de los más simples es el ataque químico. Este trabajo va dirigido al estudio de la topografía resultante en 3Y-TZP como resultado del ataque químico con diferentes reactivos, los cambios microestructurales superficiales inducidos y la resistencia mecánica resultante. Se encuentra que, para tiempos cortos, la resistencia a la flexión biaxial apenas disminuye, pero para tiempos largos de ataque se pone de manifiesto la formación de una capa superficial porosa y poco cohesionada y la resistencia a la flexión biaxial disminuye. Finalmente se estudió la resistencia a fatiga en unas pocas muestras atacadas y con una resistencia a flexión aceptable.

### ABSTRACT

Tetragonal polycrystalline zirconia stabilized with 3% mol of yttria (3Y-TZP) is a biocompatible ceramic material with good mechanical properties which makes it especially interesting for applications like prosthesis and dental implants. In order to achieve an excellent biointegration of the implant, it is fundamental that the implant surface possesses a certain roughness to increase the strength of the joint between the dental implant and the bond tissue that grows around the implant. Among the different processes that could be used to modify the surface of 3Y-TZP implants, chemical etching is one of the more simple. This work focuses on the topographical changes of the surface of 3Y-TZP due to chemical etching with different reactants, the changes in the surface microstructure and on the change in the strength. It is found that after short etching times the biaxial flexure strength does hardly change, but after long etching times it drops significantly and it is observed the formation of a weak surface porous layer. Finally, the fatigue resistance was evaluated on etched samples with a roughened surface but with still acceptable mechanical strength.

**PALABRAS CLAVE:** Cerámicas, Resistencia, Biomateriales

### 1. INTRODUCTION

La circona tetragonal policristalina dopada con itria (Y-TZP) presenta una buena combinación de propiedades tales como tenacidad, resistencia, estabilidad dimensional y química, biocompatibilidad y comportamiento al desgaste [1]-[5]. Una de las principales aplicaciones de la Y-TZP es como material para la fabricación de pilares dentales, es decir, prótesis destinadas a ser el sustituto artificial de la raíz de un

diente perdido. Con el fin de alcanzar una unión excelente entre implante y hueso, la superficie del implante puede presentar diferentes texturas y recubrimientos. Por tanto, resulta crucial la correcta preparación de la superficie de la pieza para garantizar su fijación mecánica. Por un lado, se aplican tratamientos de proyección de partículas micrométricas sobre la superficie a tratar (arenado) que producen una rugosidad en la superficie de la prótesis del orden de  $R_a \sim 0.6 \mu\text{m}$  [6] [7]. Por otro lado, se ha estudiado el efecto

de atacar químicamente la superficie de circonita con el objetivo de producir un incremento nanométrico de la rugosidad que es difícil de obtener por cualquier otro procedimiento [8][10]. Entre los diferentes ataques reportados en la literatura, se encuentra el ataque con ácido fluorhídrico, ataque por infiltración selectiva (*selective infiltration etching*) y ataques a temperatura controlada (*hot chemical etching*). Debido a la escasez de trabajos publicados sobre el efecto de estos ataques en la 3Y-TZP, existe actualmente un desconocimiento de los parámetros del ataque para producir una determinada rugosidad así como de la influencia del ataque químico sobre la estabilidad de la fase tetragonal y la integridad mecánica de las piezas.

En este trabajo se estudian los cambios topográficos producidos en circonita 3Y-TZP como resultado de diferentes ataques químicos sobre probetas pulidas y su influencia en las propiedades mecánicas. Se han analizado posibles cambios de fase inducidos por los ataques, así como la topografía resultante tanto a nivel micrométrico como nanométrico. Con el fin de evaluar posibles cambios en la integridad de la superficie atacada, se determinó la resistencia biaxial después de diferentes ataques y tiempos, obteniendo una reducción en la resistencia biaxial después de tiempos largos. Finalmente, se estudió el comportamiento de las muestras atacadas en el ensayo de rayado y la resistencia a fatiga de las muestras atacadas que presentaron una rugosidad y resistencia a flexión aceptables.

## 2. EXPERIMENTAL

Se compactó isostáticamente en frío polvo TZ-3YSB-E (Tosoh Co.) a 200 MPa produciendo un cuerpo verde que fue sinterizado a 1450°C durante 2 h en un horno tubular (Hobersal ST-18) con rampas de calentamiento y enfriamiento de 3 °C/min. Este proceso produce el material de partida (AS), que está caracterizado por una dureza HV1= 12.0 GPa y un tamaño de grano promedio de 0.30 µm, tal como se ha reportado previamente [11]. Las barras sinterizadas fueron cortadas en forma de discos de 2 mm de grosor. Estas muestras fueron pulidas con pasta de diamante de 3 µm y posteriormente con sílice coloidal, produciendo una rugosidad inicial en los discos menor que  $R_a < 0.01$  µm. Con el objetivo de estudiar el aumento de rugosidad en el material AS debido a ataque químico, se consideraron diferentes ácidos (HCl (35%), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (98%) y HF (40%)) y se realizaron ataques considerando diferentes tiempos y temperaturas. La rugosidad conseguida por los diferentes ataques fue determinada por perfilometría (Dektak 150). Las muestras atacadas fueron analizadas por difracción de rayos X, con el fin de evaluar la posible formación de fase monoclinica (esta formación es típica de los procesos de degradación de este material). La formación de fase monoclinica fue analizada con la siguiente expresión [12]:

$$V_m = \frac{1.311(I_m^{(111)} + I_m^{(111)})}{1.311(I_m^{(111)} + I_m^{(111)}) + I_t^{(101)}} \quad (1)$$

La integridad de las probetas atacadas fue determinada mediante ensayo de flexión de bola en tres bolas (B3B). En este ensayo, el disco a ensayar es soportado por tres bolas mientras en la cara superior del disco otra bola aplica una carga en el centro, produciendo un estado de flexión biaxial en la cara inferior del disco. La tensión máxima en el centro de la superficie bajo tensión viene dada por [13]:

$$\sigma_{\max} = \frac{3F}{4\pi t^2} [2(1+\nu)\ln(R/\alpha t) + (1-\nu)\ln((R/R_D)^2)] \quad (2)$$

Donde  $F$  es la carga aplicada,  $t$  es el grosor del disco,  $R_D$  es el radio del disco,  $\nu$  su coeficiente de Poisson,  $R$  el radio de flexión (distancia desde los puntos de soporte al punto de aplicación de la carga) y  $\alpha = 0.2$  es un parámetro adimensional. Este ensayo se realizó con un doble objetivo: (a) por un lado determinar cambios en la resistencia mecánica debido a los ataques químicos, para lo cual se realizaron ensayos monotónicos de rotura en cuatro muestras por condición y (b) determinar si los ataques podían inducir sensibilidad a fatiga en el material atacado. Con este objetivo, se realizaron ensayos de fatiga en flexión biaxial. Estos ensayos consistieron en la aplicación sobre el espécimen de una onda sinusoidal de flexión considerando una relación  $R = 0.1$  entre la tensión máxima y la tensión mínima, con una frecuencia de 10 Hz y limitando el número de ciclos a 10<sup>5</sup>.

Adicionalmente, con el fin de evaluar cambios en la integridad de la estructural de la superficie atacada, se realizaron ensayos de rayado con un equipo para el ensayo de rayado (CSM Revetest) con un indentador Rockwell de diamante de radio 0,2 mm en carga incremental desde 1 a 100 N.

Finalmente, se observó una sección transversal pulida de la superficie atacada utilizando un sistema dual FIB-SEM (Zeiss Neon 40) consistente en un haz de iones focalizado acoplado a un microscopio electrónico de barrido. La probeta se recubrió inicialmente mediante una película de platino y la trinchera fue mecanizada por el haz de iones en una localización arbitraria en el centro de la probeta.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La rugosidad producida después de los diferentes ataques químicos realizados viene dada en la tabla 1. El ataque con HCl no atacó de forma significativa a la circonita dopada con itria y no se pudo observar aumento de rugosidad ni ningún cambio superficial. Por otro lado, el ataque con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 150°C sí afectó la superficie, tal como se puede apreciar en la figura 1. La

superficie mostraba claramente como el ataque había atacado diferentes zonas produciendo regiones dendríticas. A pesar de que la superficie mostraba este aspecto, no se pudo apreciar claramente un aumento de la rugosidad.

Tabla 1: Rugosidad producida en 3Y-TZP por diferentes ataques. Se indica el ácido utilizado junto al tiempo y la temperatura.

Ácido	T (°C)	tiempo	$R_a$ (nm)
“AS”	-	-	$6 \pm 1$
HCl	80°C	1h	$5 \pm 1$
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	150°C	13h	$7 \pm 1$
HF	T <sub>amb</sub>	10 min	$4 \pm 1$
HF	T <sub>amb</sub>	30 min	$13 \pm 2$
HF	T <sub>amb</sub>	1h	$40 \pm 6$
HF	T <sub>amb</sub>	2h	$45 \pm 36$
HF	T <sub>amb</sub>	7h	$168 \pm 13$
HF	T <sub>amb</sub>	12h	$410 \pm 67$
HF	T <sub>amb</sub>	27h	$434 \pm 70$

Los mayores aumentos en rugosidad fueron observados en los ataques con HF a temperatura ambiente, tal como muestra la tabla 1. Tiempos de ataque inferiores a 1 h producen un aumento nanométrico de la rugosidad de hasta  $R_a \sim 0,04 \mu\text{m}$ , mientras que tiempos mayores producen un aumento sustancial de la rugosidad hasta alcanzar valores un orden de magnitud mayores de  $R_a \geq 0,4 \mu\text{m}$ . Cabe destacar que esta rugosidad es similar a los valores típicos que se obtienen con procesos de arenado (*sandblasting*) sobre este material. El aumento

de la rugosidad con el ataque con HF se puede apreciar en las imágenes SEM de la figura 2, que muestran el aspecto de la superficie atacada a diferentes tiempos. Con 10 min, la superficie ha sido afectada ligeramente, de manera que el ácido ha afectado principalmente los bordes de grano. Para tiempos de varias horas de ataque puede apreciar como la superficie ha sido afectada sustancialmente mostrando desprendimiento granular. Cabe resaltar que para tiempos prolongados se observó una pérdida de peso del 12 % de la muestra con 12 h de ataque, indicando que el material ya había sido erosionado sustancialmente en estos casos.

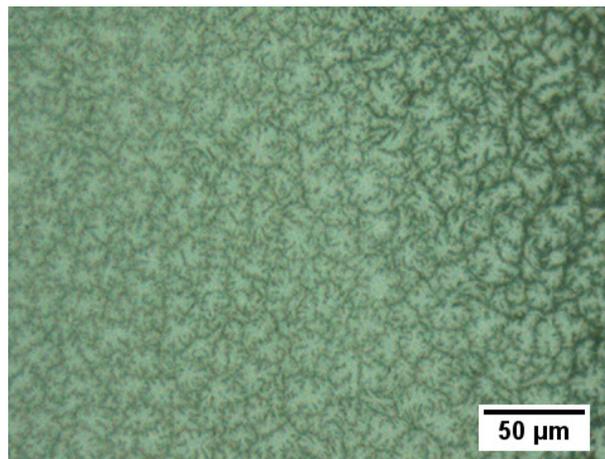


Figura 1. Superficie de la circona 3Y-TZP después de ser atacada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 150°C.

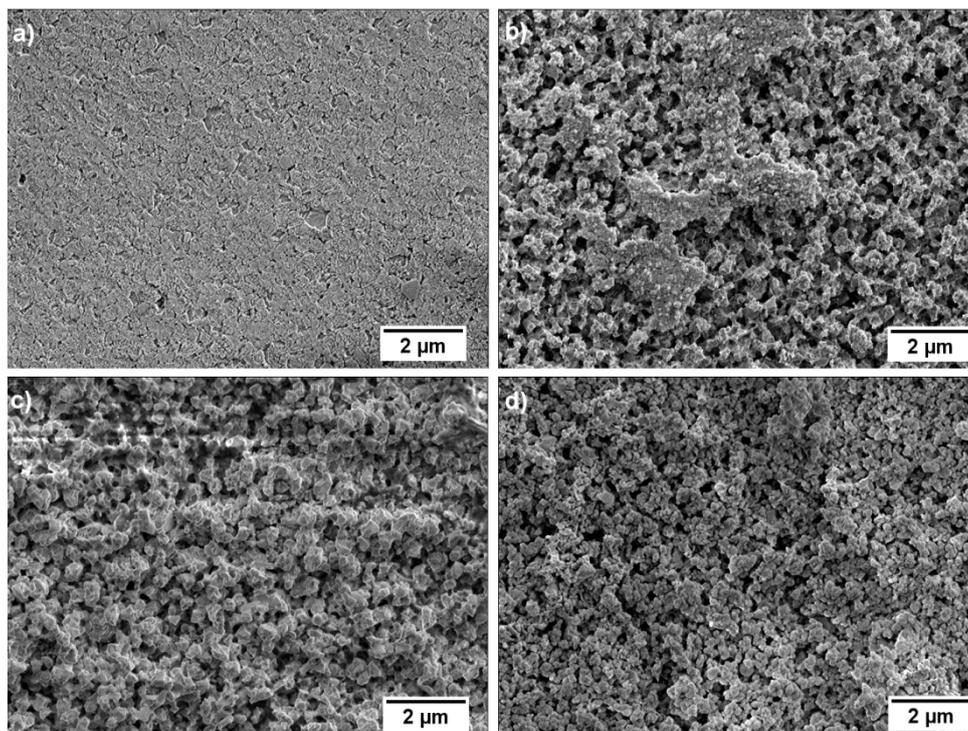


Figura 2. Imágenes SEM de la superficie atacada con HF a durante: a) 10 min, b) 2h, c) 7h, d) 12h.

Se ha estudiado por difracción de rayos X la estabilidad de la fase tetragonal mediante la determinación de la cantidad de fase monoclinica presente después de los ataques. En la figura 3 se muestran los espectros en el intervalo angular utilizado para determinar la cantidad de fase monoclinica. Obsérvese que los picos correspondientes a la fase monoclinica son muy inferiores a los de la fase tetragonal. El cálculo exacto de la fracción de volumen de la fase monoclinica arrojó valores que apenas alcanzan el 5 %. La figura 4 muestra la resistencia mecánica bajo flexión biaxial de probetas atacadas durante tiempos distintos con HF. Se puede apreciar que para tiempos de ataque mayores de 2h se produce una caída sustancial de alrededor del 20 % de la resistencia, indicando que un ataque tan prolongado puede tener un efecto negativo en la integridad estructural del material.

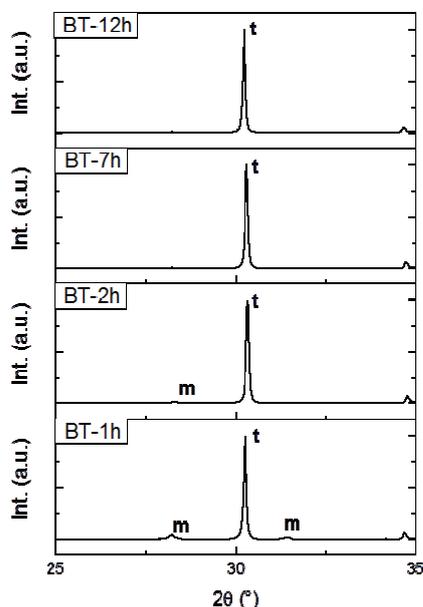


Figura 3. Difractogramas de rayos X resultantes para varios tiempos de ataque con HF.

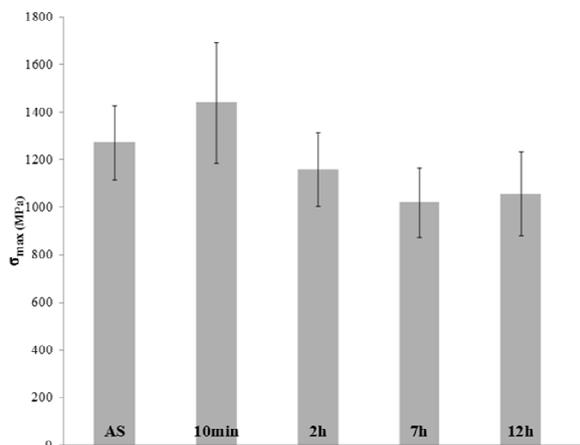


Figura 4. Resistencia a flexión biaxial resultante para diferentes tiempos de ataque con HF.

La tabla 2 muestra el número de ciclos hasta la rotura en flexión biaxial cíclica de los discos con la misma geometría que los utilizados para la determinación de la resistencia a flexión biaxial. Los ensayos cíclicos se realizaron en probetas del material AS y en las probetas con un ataque previo con HF de 2 h. Las tensión máxima utilizada en estos ensayos (600 MPa) corresponde aproximadamente al 50 % de la resistencia a fractura evaluada con esta técnica del material AS. Estas tensiones fueron seleccionadas con el fin de representar un nivel de carga inferior a la correspondiente a una vida a fatiga de  $10^5$  ciclos. Por tanto, teóricamente las probetas atacadas químicamente deberían sobrevivir el ensayo si el ataque no afectase a la resistencia a fatiga. Se puede observar cómo, efectivamente, la mayoría de probetas AS soportan  $10^5$  ciclos sin romperse. Sin embargo, en el material atacado, solo uno de las cuatro probetas ensayadas sobrevivió el ensayo de fatiga, aunque cabe destacar que las otras soportaron un número de ciclos cercano a ese límite, por lo cual no se puede afirmar con rotundidad que la vida a fatiga del material atacado haya disminuido. Para ello sería necesario evaluar un mayor número de probetas tanto en la condición AS como con ataque químico con HF. Sin embargo, los resultados parecen apuntar a una ligera disminución del límite de fatiga.

Tabla 2: Número de ciclos hasta fractura para el material de partida (AS) y el material atacado durante 2h con HF.

Material	$\sigma_{max}$ (MPa)	Núm. ciclos
AS	600	$5.5 \times 10^4$
AS	600	$4.4 \times 10^4$
AS	600	$>10^5$
AS	600	$>10^5$
AS	600	$>10^5$
2H	436	$>10^5$
2H	600	$4.5 \times 10^4$
2H	600	$3.1 \times 10^4$
2H	600	$8.9 \times 10^4$

Finalmente, se realizaron ensayos de rayado con el fin de evaluar las superficies atacadas. La figura 5 a) muestra como el coeficiente de fricción en general es mayor en las muestras más atacadas, poseedoras de una mayor rugosidad, tal como cabría esperar. En el caso del material atacado 12 horas, sin embargo, el coeficiente de fricción no aumenta con la carga aplicada como ocurre en el resto de condiciones estudiadas.

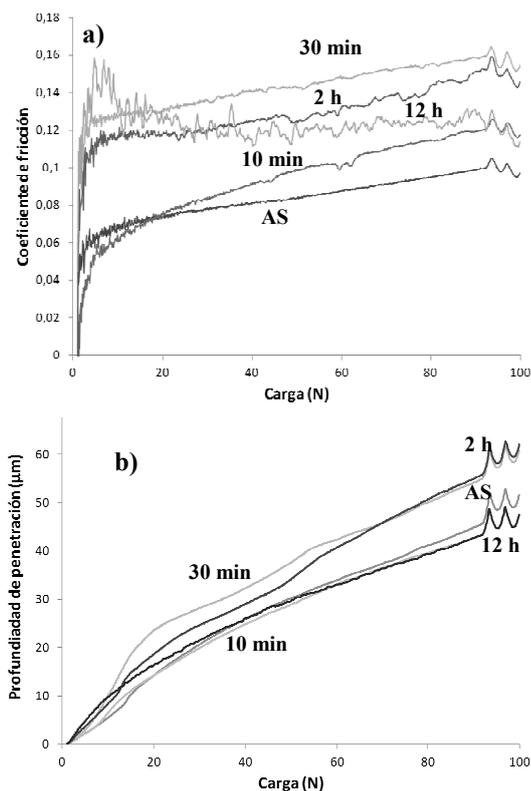


Figura 5. Curvas de los ensayos de rayado: a) coeficiente de fricción, b) profundidad de penetración.

Se observó (figura 5 b)) que la profundidad de penetración del cono de diamante utilizado en el ensayo de rayado de la muestra atacada 12 h es similar al resto de ataques. Es decir, la muestra atacada, a pesar de ser muy rugosa tiene resistencia similar al contacto que el material AS. Esto implica que cualquier porosidad creada por el ataque por debajo de la superficie tiene que estar necesariamente extendida en una profundidad limitada debido a que apenas hay diferencia en la penetración total del rayado en las diferentes muestras.

La observación mediante FIB-SEM de la sección perpendicular a la superficie atacada pone de manifiesto la existencia de una capa nanoporosa y poco cohesionada de profundidad variable pero del orden de la micra que aparece en las probetas más atacadas (figura 6). El hecho que el coeficiente de fricción apenas cambie al aumentar la carga del indentador en la probeta más atacada de la figura 5a) (es decir, con mayor porosidad superficial) puede estar relacionado con esta observación. La superficie nanoporosa del material en contacto a presión con la punta del indentador es compactada y la fuerza tangencial necesaria no varía con la presión ejercida ya que delante encuentra siempre un material relativamente poroso que ofrece una resistencia al avance aproximadamente constante.

#### 4. CONCLUSIONES

A pesar de que la circona 3Y-TZP es un cerámico altamente resistente a la mayoría de ataques químicos

(HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), es sensible al ataque con HF. En este caso, es suficiente realizar el ataque a temperatura ambiente. Tiempos de ataque inferiores a 1h tienen el efecto de atacar principalmente los bordes de grano y producir un aumento nanométrico de la rugosidad sin afectar las buenas propiedades mecánicas del material de partida. Se observa una transición en la agresividad del ataque para tiempos mayores de 2 h, con incluso pérdida de peso sustancial y caída de la resistencia mecánica de la superficie atacada. Los ensayos de fatiga realizados con ataques de 2 horas parecen confirmar que la vida a fatiga sufre una ligera reducción, aunque es necesario un estudio estadístico más amplio para llegar a conclusiones definitivas.

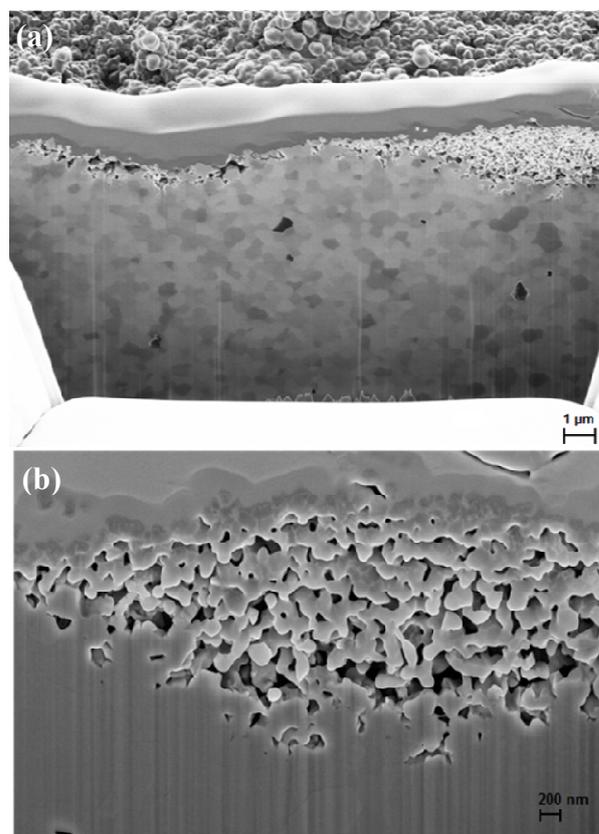


Figura 6. Sección perpendicular obtenida por FIB/SEM de la muestra atacada 12 horas a temperatura ambiente: a) vista general de la sección; b) magnificación de una zona afectada por el ataque.

#### AGRADECIMIENTOS

This work was supported by MICINN under the project ref. MAT2011-23913 and by Generalitat de Catalunya under the project ref. 2009SGR01285.

## REFERENCIAS

- [1] Richard H.J. Hannink, Patrick M. Kelly, Barry C. Muddle, *Transformation toughening in zirconia-containing ceramics*, J. Am. Ceram. Soc., 83 [3] pp. 461-487, 2000.
- [2] Chevalier, J.; Laurent, G.; Sylvain, D. *Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants*, Annu. Rev. Mater. Res. 37, pp.1-32, 2007.
- [3] Piconi, C., Maccauro, G. "Zirconia as a ceramic biomaterial", Biomaterials 20, pp. 1-25, 1999.
- [4] Chevalier, J. "What future for zirconia as a biomaterial", Biomaterials 17, pp. 535-543, 2006.
- [5] Yoshimura, M., "Phase stability of zirconia", American ceramic society bulletin 67, pp. 1950-1955.
- [6] Kosmac T., Oblak C., Jevnikar O., Funduk N., Marion L., "The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic" Dental Materials 15, pp. 426-433, 1999.
- [7] Kosmac T., Oblak C., Marion L., "The effects of dental grinding and sandblasting on ageing and fatigue behavior of dental zirconia (Y-TZP) ceramics" J. Eur. Ceram. Soc. 28, pp. 1085-1090, 2008.
- [8] Casucci A., Osorio E., Osorio R., Monticelli F., Toledano M., Mazzitelli C., Ferrari M., "Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks" Journal of Dentistry 37, pp. 891-897, 2009.
- [9] Casucci A., Mazzitelli C., Monticelli F., Toledano M., Osorio R., Osorio E., Papacchini F., Ferrari M., "Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments" Dental Materials 26, pp. 751-760, 2010.
- [10] Casucci A., Monticelli F., Goracci C., Mazzitelli C., Cantoro A., Papacchini F., Ferrari M., "Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength" Dental Materials 27 (2011) 1024-1030.
- [11] Marro F. G., Valle J., Mestra A., Anglada M., "Surface modification of 3Y-TZP with cerium oxide" J. Eur. Ceram. Soc. 31, pp. 331-338, 2011.
- [12] Toraya, H., Yoshimura, M., Somiya S., Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic-tetragonal ZrO<sub>2</sub> system by X-ray diffraction" J. Am. Ceram. Soc., 67, pp. C119-C121, 1984.
- [13] Fett T., Rizzi G., Esfahanian M., Oberacker R. "Simple expressions for the evaluation of stresses in sphere-loaded disks under biaxial flexure" J. Test. Eval. 36 (3), pp. 285-290, 2008.
- [14] Anstis G. R., Chantikul P., Lawn B. R., Marshall D. B., *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness. I. Direct crack measurements*, J. Am. Ceram. Soc., 64, pp. 533-538, 1981.

## MODELO NUMÉRICO PARA EL ESTUDIO DE LA FISURACIÓN EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN ESTRUCTURAL A EDADES TEMPRANAS

H. Cifuentes<sup>1,\*</sup>, F. Medina<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ETS de Ingeniería, Universidad de Sevilla. Camino de los Descubrimientos s/n, 41092, Sevilla, España.

\*E-mail: bulte@us.es

### RESUMEN

En este trabajo se presenta un modelo numérico realizado en ABAQUS para el análisis del nivel de fisuración y la seguridad estructural de elementos de hormigón armado de edades tempranas, en función del tiempo de desencofrado. El modelo considera la variación de las propiedades mecánicas del hormigón con el tiempo, así como del comportamiento en fractura mediante modelos cohesivos, en función de resultados obtenidos experimentalmente sobre probetas normalizadas y probetas entalladas sometidas a flexión en tres puntos. Las cargas consideradas son de origen mecánico y térmico en función del calor de hidratación generado para una dosificación de hormigón dada. Los resultados obtenidos permiten la determinación del tiempo óptimo de desencofrado, así como el análisis del nivel de fisuración y del estado tensional de los elementos objeto de estudio.

### ABSTRACT

This paper presents a numerical model performed in ABAQUS to analyze the level of cracking and structural safety of reinforced concrete elements at early ages, depending on the time of stripping. The model considers the change in the mechanical properties of the concrete with time, and the fracture behavior through cohesive models, based on experimental results and notched specimens subjected to three point bending. The loads are considered thermal and mechanical originated in terms of the heat of hydration generated for a given dosage concrete. The results allow the determination of the optimal time of stripping, and the analysis of the level of cracking and the stress state of the elements under study.

**PALABRAS CLAVE:** Calor de hidratación, Comportamiento en fractura, Hormigón a edades tempranas.

### 1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento mecánico del hormigón a edades tempranas se encuentra caracterizado por unas propiedades mecánicas en desarrollo de valor reducido y la aparición de unas tensiones de origen térmico por efecto del calor generado durante la de hidratación del cemento, combinado con la retracción del hormigón. Este fenómeno puede generar una fisuración a edades tempranas que se puede ver afectada en gran medida si se realiza la aplicación de cargas prematuras [1]. Por otro lado, la elección correcta del plazo de desencofrado de las estructuras de hormigón supone un ahorro notable en la ejecución de la estructura (costos y plazos), teniendo como condicionantes la seguridad estructural en función del tiempo elegido y la no aparición de una fisuración excesiva.

Para un correcto análisis del hormigón a edades tempranas ha de conocerse la evolución de las propiedades térmicas, mecánicas y en fractura del

material [2], así como la relación entre todas ellas. De esta forma se tiene información completa para el análisis del comportamiento del hormigón en los instantes cercanos a su vertido en obra [3], por lo que se podrá saber en qué momento será posible retirar el encofrado sin ocasionar daños en la estructura derivados de tiempos de desencofrado incorrectos. Asimismo se conocerá la carga máxima que puede soportar una estructura a una edad determinada del hormigón, lo cual resulta muy importante en ejecuciones de obra, donde el tiempo juega un papel fundamental y hay que intentar disminuirlo lo máximo que sea posible.

Dentro de las tareas llevadas a cabo se encuentran el desarrollo de modelos numéricos para verificar los resultados que se obtienen de los ensayos realizados en el laboratorio y la extrapolación de dichos resultados para poder aplicarlos en estructuras de mayor calibre. Así, se ha realizado un modelo numérico en ABAQUS que permite el análisis del nivel de fisuración y la seguridad estructural de elementos de hormigón armado

de edades tempranas, en función del tiempo de desencofrado. El modelo realiza un análisis térmico considerando el calor de hidratación generado durante la hidratación del cemento y constatado experimentalmente. Asimismo, el modelo contempla la variación de las propiedades mecánicas del hormigón con el tiempo, así como del comportamiento en fractura mediante modelos cohesivos, en función de resultados obtenidos experimentalmente sobre probetas normalizadas y probetas entalladas sometidas a flexión en tres puntos. Las cargas consideradas son de origen mecánico y térmico en función del calor de hidratación generado para una dosificación de hormigón dada. El modelo también realiza un análisis del proceso constructivo. Los resultados obtenidos permiten la determinación del tiempo óptimo de desencofrado, así como el análisis del nivel de fisuración y del estado tensional de los elementos objeto de estudio.

## 2. RESULTADOS EXPERIMENTALES

### 2.1. Evolución de las propiedades mecánicas

Se han llevado a cabo una serie de ensayos para la determinación experimental de las propiedades mecánicas y en fractura del hormigón a edades tempranas. El hormigón analizado es un HA-30 con la siguiente dosificación C/A/Ar/Gr/SP = 1/0.43/2.31/3.07/2.57/0.009. Así, se han realizado ensayos a compresión simple sobre probetas cilíndricas de 15×30cm (diám.×altura), ensayos a tracción indirecta sobre probetas cilíndricas de 15×30cm y se ha medido el módulo de deformación longitudinal del hormigón mediante bandas extensométricas. Los resultados obtenidos son acordes a los obtenidos por otros autores [4-7] Además, se ha determinado la energía específica de fractura del hormigón mediante ensayo a flexión en tres puntos sobre probetas entalladas. Se ha empleado el método de trabajo de fractura RILEM [8] con las correcciones propuestas por Elices et al. [9-11].

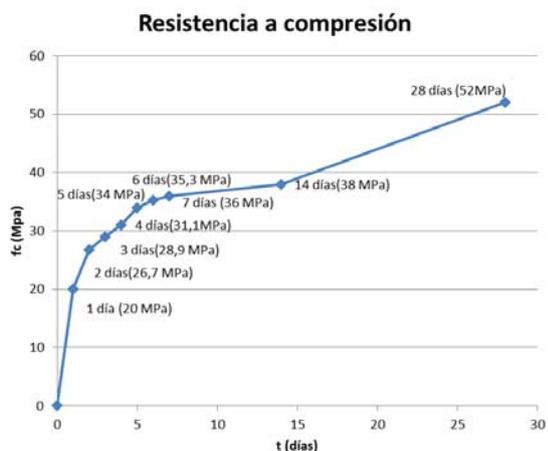


Figura 1. Evolución de la resistencia a compresión con la edad del hormigón.

En las figuras 1 a 4 se muestra la evolución de la resistencia a compresión simple, a tracción indirecta, del módulo de deformación longitudinal y de la energía de fractura obtenida para el hormigón objeto de estudio.

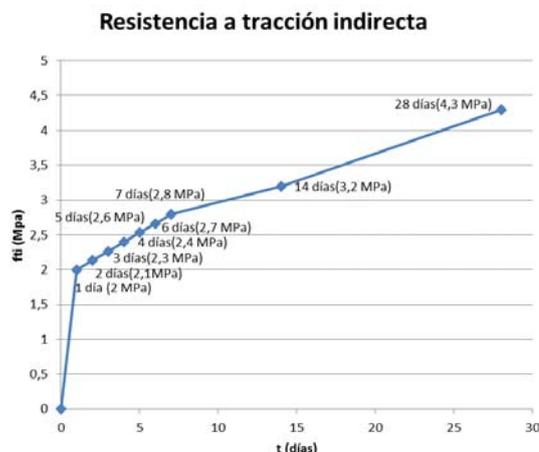


Figura 2. Evolución de la resistencia a tracción indirecta con la edad del hormigón.

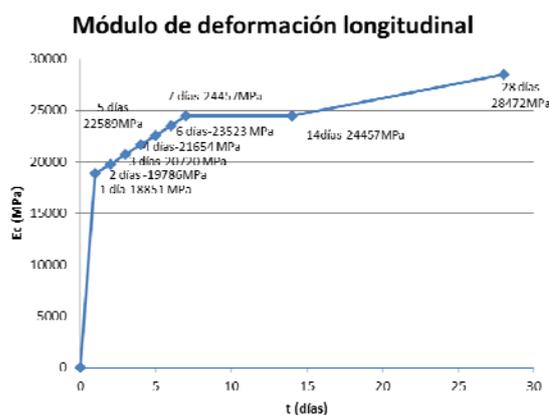


Figura 3. Evolución del módulo de deformación longitudinal con la edad del hormigón.

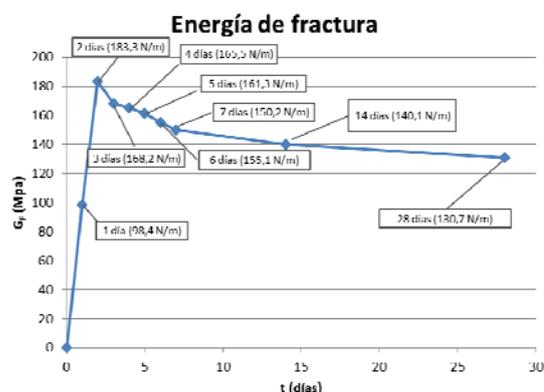


Figura 4. Evolución de la energía de fractura con la edad del hormigón.

2.2. Medida del calor de hidratación

Uno de los objetivos del modelo numérico es la consideración del calor de hidratación del cemento durante el proceso de fraguado. Para ello, se ha realizado el hormigonado de un cubo de 1m de lado con la introducción de unos sensores de temperatura en su interior (Figuras 5 y 6). De esta forma se dispone de las medidas sobre la evolución de la temperatura en el interior del hormigón (Figura 7) [12].



Figura 5. Imagen del cubo previa al hormigonado con los sensores de temperatura colocados en su interior.



Figura 6. Cubo una vez completado el hormigonado y el desencofrado.

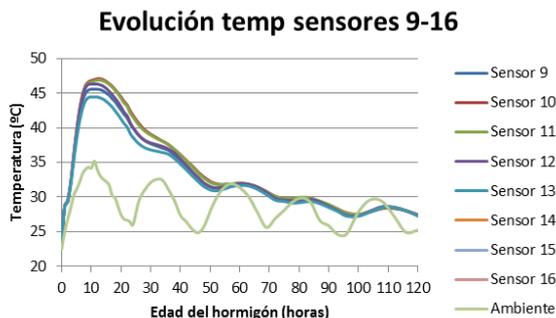


Figura 7. Resultados obtenidos en algunos de los sensores de temperatura durante la campaña experimental.

El cubo de hormigón no se ha aislado del exterior, con el objetivo de poder calibrar el modelo numérico a realizar y considerar todo tipo de influencia exterior. Así, se contempla la posibilidad real de evacuación del calor de hidratación por convección en las superficies exteriores del cubo.

3. SIMULACIÓN CALOR DE HIDRATACIÓN

3.1. Modelo térmico

Se ha realizado un modelo numérico en ABAQUS de un cubo de 1m de lado con las siguientes propiedades del material:

- Densidad: 2240 Kgm-3
- Coeficiente de expansión térmica: 1e-5 °C-1
- Conductividad: 2.5 Wm-1°C-1
- Calor específico: 922 JKg-1°C-1

Para introducir en ABAQUS el efecto del calor de hidratación, se ha de introducir un flujo de calor en el cubo que evolucione con la edad de curado del hormigón. El modelo empleado para predecir el flujo de calor de hidratación en función del tipo de cemento y composición del hormigón ha sido el de Schindler y Folliard [13].

En las figuras 8 y 9 se muestran los resultados obtenidos y su constatación con los resultados experimentales, pudiendo observarse la gran precisión de los resultados.

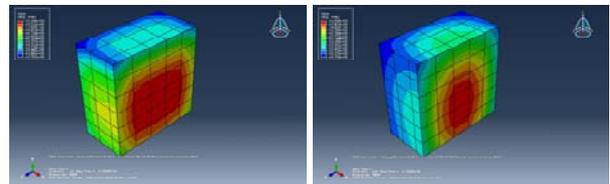


Figura 8. Temperatura en el cubo a las 12 horas (izq.) y a las 120 horas (dcha.).

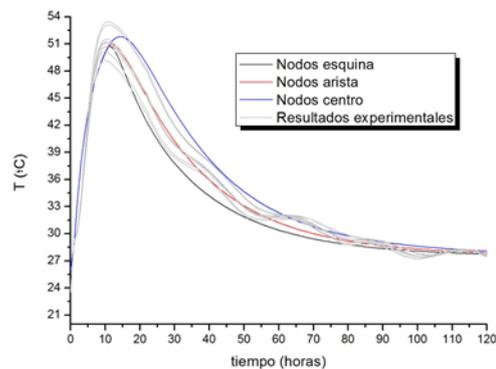


Figura 9. Evolución de temperaturas con el tiempo y constatación con resultados experimentales.

### 3.2. Modelo termo-mecánico

Posteriormente se ha realizado un modelo termo-mecánico que permite el análisis de la evolución de las deformaciones y tensiones de origen térmico. Las propiedades mecánicas del hormigón se han considerado variables en el tiempo, según los resultados experimentales obtenidos. Para el hormigón se ha considerado un modelo con comportamiento cuasi-frágil de la biblioteca de ABAQUS como es el modelo “concrete damage plasticity” [1] que necesita de la energía de fractura del material y de la resistencia a tracción.

En la figura 10 se muestra el estado tensional obtenido en el cubo de hormigón para el instante de máxima temperatura (12 horas aproximadamente).

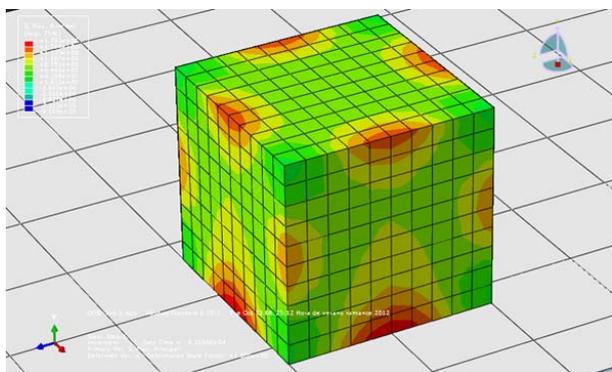


Figura 10. Estado tensional para temperatura máxima de hidratación.

## 4. APLICACIONES

Con la puesta a punto del modelo térmico del hormigón y con los datos de evolución de propiedades mecánicas y en fractura obtenidas, se ha realizado un modelo numérico avanzado que permite el análisis del estado tensional en elementos estructurales de cierta importancia.

### 4.1. Muro de contención con análisis de evolución de carga máxima

Dentro de las aplicaciones realizadas con este modelo se encuentran dos muros de contención donde se analiza el estado tensional y de fisuración, con obtención de la carga máxima.

En este modelo para un muro en ménsula (figura 11), se ha introducido la carga térmica por hidratación del cemento, la evolución de las propiedades mecánicas y de fractura del hormigón, así como las armaduras como elementos barra embebidos en el hormigón.

Debido a la introducción de modelos de daño para el hormigón con ablandamiento en tracción se ha podido obtener las curvas P-desplazamiento de la cabeza del

muro en función de la edad de fraguado del material (figura 12). Así, se ha podido obtener la evolución de la carga máxima admisible del muro (como presión transversal) en función de la edad de fraguado (figura 13).

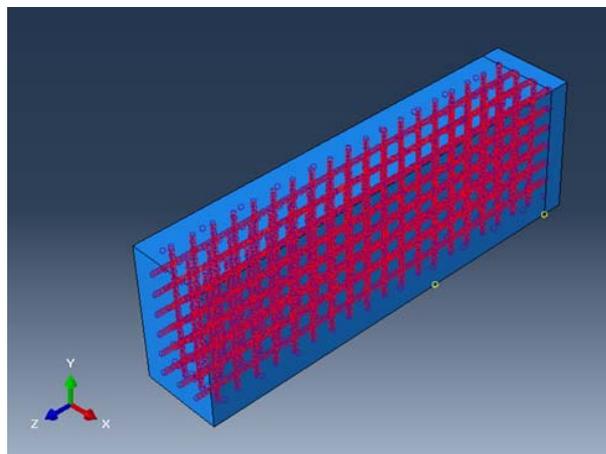


Figura 11. Modelización de armaduras y muro completo.

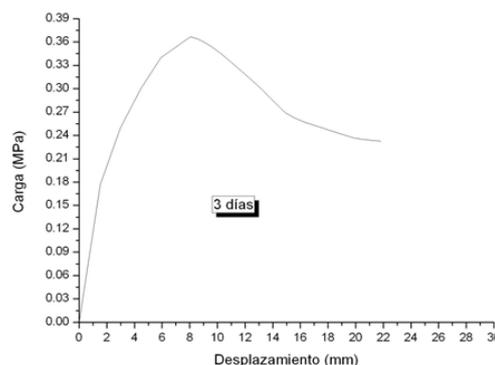


Figura 12. Tensiones en el hormigón y en las armaduras a una edad de 11 días.

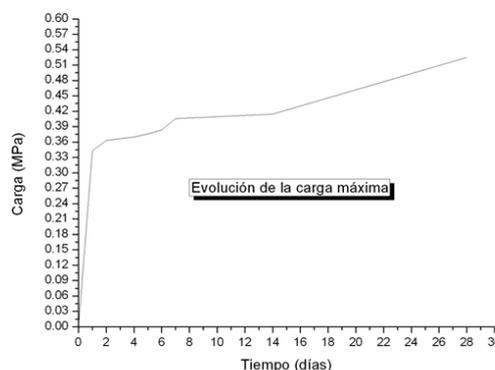


Figura 13. Tensiones en el hormigón y en las armaduras a una edad de 11 días.

4.2. Muro de contención con análisis del proceso constructivo

El segundo de los modelos realizados como aplicaciones es un muro construido en Loja, Granada (figuras 14 y 15). El modelo realizado, además del calor de hidratación, la evolución de las propiedades mecánicas, comportamiento en fractura del hormigón y la introducción de armaduras embebidas, considera un proceso evolutivo de construcción por fases. La diferencia entre fases constructivas es de tres días, por lo que el modelo contempla la activación del material en función del periodo de tiempo que se esté analizando.



Figura 14. Construcción de muro de contención en Loja, Granada.

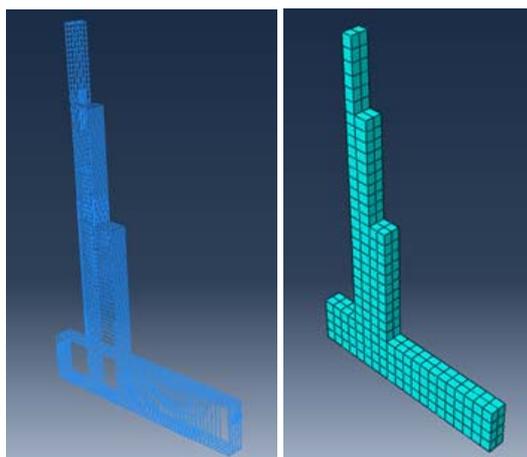


Figura 15. Modelización de armaduras y muro completo.

La carga de empuje de las tierras se introduce a los 11 días que es cuando se procede al vertido de las mismas tras el desencofrado. Los resultados obtenidos (figura 16) muestran un nivel de seguridad aceptable, por lo que

el desencofrado realizado y considerando las fases evolutivas de construcción no producen un nivel de fisuración excesiva, tal y como se pudo comprobar in situ sobre la obra real.

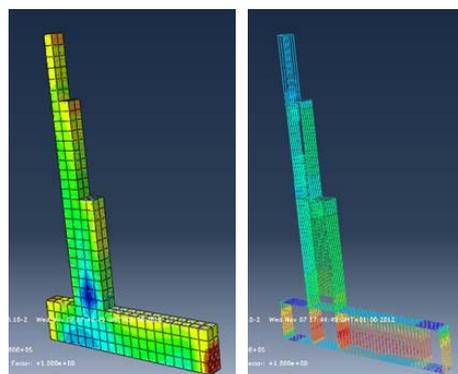


Figura 16. Tensiones en el hormigón y en las armaduras a una edad de 11 días.

5. CONCLUSIONES

Se ha puesto a punto un modelo numérico en ABAQUS que considera un comportamiento cuasi-frágil del hormigón, permite la realización de un análisis termomecánico del hormigón a edades tempranas mediante la simulación del calor de hidratación del cemento, considera la evolución de las propiedades mecánicas y en fractura del hormigón con el tiempo y realiza un análisis del proceso constructivo evolutivo de la estructura.

Los resultados obtenidos muestran una gran precisión mediante comparación con los resultados experimentales. La mayor evolución de las propiedades mecánicas y en fractura del hormigón se producen durante los 7 primeros días de curado, por lo que el análisis de carga más exhaustivo debe realizarse para desencofrados anteriores a esa edad.

La aplicación a casos reales ha permitido analizar el nivel de seguridad de la estructura a edades tempranas, determinando el tiempo óptimo de desencofrado de las estructura.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido desarrollado dentro del marco de actividades del proyecto de I+D+i “T3CI: Tecnología para el control del curado en la construcción de infraestructuras” subvencionado por el CDTI y financiado por las empresas AZVI, S.A., Aertec Ingeniería y Desarrollo, S.L. y Geolen Ingeniería, S.L. Los autores agradecen la financiación recibida para la realización de los trabajos.

## REFERENCIAS

- [1] H. Mihashi, J.P.B. Leite, *State-of-the-art report on control of cracking in early age concrete*, *Journal of Advanced Concrete Technology*, 2 (2004) 141-154.
- [2] S.G. Bergstrom, J. Byfors, *Properties of concrete at early ages*, *Report of Technical Committee 42-CEA*, (1979) 265-274.
- [3] R. Faria, M. Azenha, J.A. Figueiras, *Modelling of concrete at early ages: Application to an externally restrained slab*, *Cement and Concrete Composites*, 28 (2006) 572-585.
- [4] V.T.N. Dao, P.F. Dux, P.H. Morris, *Tensile properties of early-age concrete*, *ACI Materials Journal*, 106 (2009) 483-491.
- [5] G. De Schutter, L. Taerwe, *Fracture energy of concrete at early ages*, *Materials and Structures*, 30 (1997) 67-71.
- [6] J.-K. Kim, Y. Lee, S.-T. Yi, *Fracture characteristics of concrete at early ages*, *Cement and Concrete Research*, 34 (2004) 507-519.
- [7] R.P. Ojdrovic, A.L. Stojimirovic, H.J. Petroski, *Effect of age on splitting tensile strength of concrete*, *Cement and Concrete Research*, 17 (1987) 70-76.
- [8] RILEM, TCM-85: *Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three-point bend tests on notched beams*, *Materials and Structures*, 18 (1985) 287-290.
- [9] M. Elices, G.V. Guinea, J. Planas, *Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 3 - Influence of cutting the P- $\delta$  tail*, *Materials and Structures*, 25 (1992) 327-334.
- [10] G.V. Guinea, J. Planas, M. Elices, *Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 1—Influence of experimental procedures*, *Materials and Structures*, 25 (1992) 212-218.
- [11] J. Planas, M. Elices, G.V. Guinea, *Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 2 - Influence of bulk energy dissipation*, *Materials and Structures*, 25 (1992) 305-312.
- [12] M. Azenha, R. Faria, D. Ferreira, *Identification of early-age concrete temperatures and strains: Monitoring and numerical simulation*, *Cement and Concrete Composites*, 31 (2009) 369-378.
- [13] A.K. Schindler, K.J. Folliard, *Heat of hydration models for cementitious materials*, *ACI Materials Journal*, 102 (2005) 24-33.
- [14] ABAQUS User's Manual Version 5.8, Hibbit, Karlsson & Sorensen, Inc., USA, 1998.

## FATIGA EN IMPLANTES DENTALES

J.M. Ayllón, C. Navarro, J. Vázquez y J. Domínguez

Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, Escuela Superior de Ingenieros. Camino de los Descubrimientos s/n, 41092, Sevilla, España.

\*E-mail: cnp@us.es

### RESUMEN

En este artículo se estudia el comportamiento ante la fatiga de implantes dentales de titanio comercialmente puro grado 4. Dichos implantes se ven sometidos a ciclos de carga y descarga durante la masticación, lo cual produce sobre el implante la acumulación de daño por fatiga y una posible rotura. En el trabajo se analizan la influencia de diversos factores: concentración de tensiones debido a la rosca externa y el tratamiento superficial. Para conseguir este objetivo se han diseñado una serie de ensayos a fatiga sobre geometrías sencillas (probetas lisas con y sin tratamiento superficial) y sobre implantes comerciales. Por otro lado, se han analizado las tensiones en el implante con ANSYS, a partir de ellas se ha obtenido el factor de intensidad de tensiones y se analizan las fases de iniciación y propagación. Finalmente se han comparado los resultados teóricos con los experimentales.

### ABSTRACT

This paper studies the fatigue behaviour of dental implants made of commercially pure Titanium grade 4. These implants are subjected to loading and unloading during mastication, which produces an accumulation of damage in the implant and possibly a failure. This work analyses the influence of different factors: stress concentration at the external thread and the surface treatment. This objective is achieved by designing a series of fatigue tests in simple geometries (smooth specimens with and without the surface treatment) and in commercial implants. On the other hand, the stresses in the implant have been modelled with ANSYS, from these stresses the stress intensity factor is calculated and the initiation and propagation phases are analyzed. Finally the theoretical and experimental results have been compared.

**PALABRAS CLAVE:** Implantes dentales, Estimación de vida, Titanio.

### 1. INTRODUCCIÓN

Los implantes dentales se ven sometidos durante su vida a muchos ciclos de carga, principalmente los producidos durante la masticación. Debido a la fatiga pueden llegar a romperse, teniendo consecuencias graves desde el punto de vista clínico. El diseño de los implantes en cuanto a geometría y materiales es algo que evoluciona continuamente. Para poder evaluar la idoneidad de cada diseño se deben realizar unos ensayos normalizados de fatiga sobre los implantes. La norma utilizada a este fin en España es la UNE-EN ISO 14801 [1]. En ella se dice que hay que realizar una serie de ensayos de fatiga con distintos niveles de carga, cada vez de menor valor hasta conseguir que en un mismo nivel de carga haya tres ensayos de duración superior a 5 millones. Evidentemente, obtener esta curva requiere mucho

tiempo y dinero. De ahí viene el interés de aplicar modelos de predicción de vida para intentar mejorar el diseño sin recurrir a tantos ensayos.

No hay muchos trabajos que modelen y estudien numéricamente los implantes dentales. En estos trabajos se comparan las propiedades a fatiga de distintos materiales y el efecto de tratamientos superficiales [2,3] y se estima la vida de un implante basándose en cálculos numéricos [4].

El objetivo del presente artículo es desarrollar una metodología para poder estimar la vida de un implante basándose en las propiedades del material y en un modelo numérico del implante. En este trabajo se analizará el comportamiento del implante en un ensayo normalizado de fatiga. Un paso posterior sería simular

el proceso de fatiga durante el funcionamiento real del implante en la mandíbula.

El proceso de fallo por fatiga de un elemento cualquiera se puede dividir en dos fases: iniciación y propagación de una grieta. Dichas fases se modelan de forma distinta, se usan criterios de fatiga multiaxial para la primera y la mecánica de la fractura para la segunda. En teoría habría que combinarlas las dos pero debido a su dificultad en muchas ocasiones los modelos de predicción desprecian una u otra. En los casos prácticos donde se pueda asimilar que desde el principio hay defectos suficientemente grandes se podrá despreciar la fase de iniciación [5]. En otros se supondrá que casi toda la vida se emplea en iniciación [6]. Un modelo muy difundido es el de las distancias críticas, donde se evalúan las tensiones en el concentrador a una cierta profundidad para estimar el límite de fatiga [7] o incluso para estimar la vida [8]. Sin embargo, en ocasiones esto lleva a evaluar las tensiones a una distancia que puede ser de varios milímetros. En el caso del implante las dimensiones son tan pequeñas que esto resultaría imposible. Otros modelos de predicción combinan la iniciación y propagación de grietas [9,10].

El modelo de predicción de vida utilizado en este trabajo se ha usado con éxito anteriormente en varios tipos de ensayos donde hay gradiente de tensiones: fretting fatiga con contacto cilíndrico, esférico y en la fatiga de una placa con agujero [11,12]. Este modelo combina las fases de iniciación y propagación sin definir a priori dónde termina una y empieza la otra. Además no plantea ningún problema a la hora de aplicarlo a piezas tan pequeñas como los implantes.

## 2. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

El material empleado en este estudio es titanio comercialmente puro de grado 4. Se trata de una fase  $\alpha$  con un contenido en oxígeno del 0.4% en peso y un tamaño de grano de 20 micras. Este material está siendo actualmente utilizado en la fabricación de implantes en general y está sustituyendo al Ti-6Al-4V por carecer de elementos aleantes que pudieran resultar dañinos para el organismo como es el caso del vanadio. Tanto las probetas como los implantes fueron proporcionados por la empresa Galimplant®.

Para poder aplicar el modelo de predicción es necesario conocer las propiedades del material, las de fatiga y las de crecimiento de grieta. En la propagación se utilizarán las propiedades del crecimiento de grieta de una aleación Ti-6Al-4V [13], suponiendo que no son muy diferentes, ya que de momento no se dispone de las del material usado. Las constantes utilizadas son  $C = 1.8 \cdot 10^{-13}$  y  $n = 5$ , para la velocidad en metros/ciclo, el factor de intensidad de tensiones en MPa  $m^{0.5}$  y  $R = 0$ . Para las propiedades fatiga se realizaron una serie de ensayos que se muestran a continuación.

### 2.1. Sin tratamiento superficial

En la literatura existen pocos datos sobre este titanio por lo que resulta vital realizar una serie de ensayos y medidas para caracterizarlo. Por un lado se han realizado ensayos de tracción para determinar la resistencia a la tracción,  $\sigma_u = 807$  MPa, límite elástico,  $\sigma_y = 775$  MPa, y módulo de Young,  $E = 104.5$  GPa. La rugosidad superficial medida es  $R_a = 0.2 \mu m$ .

Por otro lado se ha caracterizado el material a fatiga en ensayos con tensión media nula,  $R = -1$ , y frecuencia 10 Hz. Las probetas utilizadas se muestran en la figura 1 y la curva de fatiga obtenida en la figura 2.

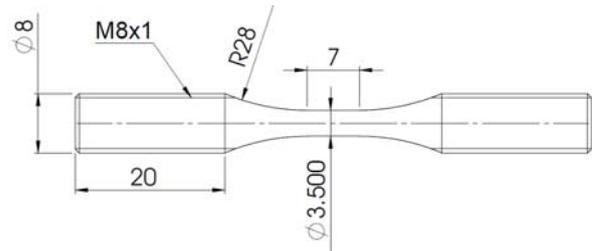


Figura 1. Probeta utilizada en los ensayos de fatiga. Cotas en milímetros.

### 2.2. Con tratamiento superficial

También se han ensayado probetas a fatiga con la misma geometría pero con el mismo tratamiento superficial que llevan los implantes. Este tratamiento se aplica con el objeto de que se produzca una mejor osteointegración del titanio con el hueso. El tratamiento, desarrollado por la empresa Galimplant® y llamado Nanoblast®, consiste en la generación de una superficie con un alto grado de pureza de  $TiO_2$  y con una rugosidad en torno a  $2 \mu m$ . El inconveniente en cuanto a la fatiga es que dicho tratamiento produce un aumento de la rugosidad. La figura 2 muestra las curvas de fatiga del titanio empleado con y sin tratamiento superficial. Se observa cómo dicho tratamiento reduce la resistencia a fatiga, principalmente para vidas largas. La reducción del límite de fatiga es aproximadamente de un 12%.

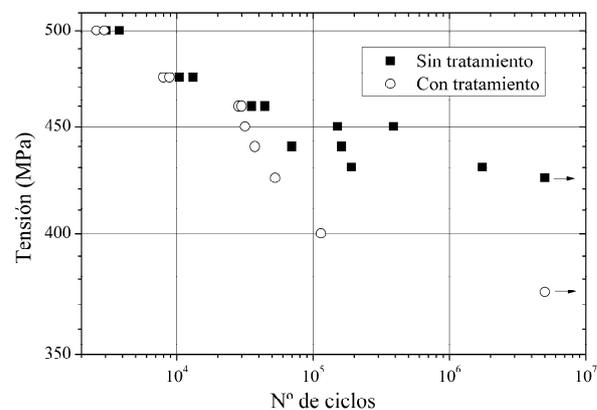


Figura 2. Curvas de fatiga del titanio puro grado 4 con y sin tratamiento superficial.

### 3. ENSAYOS DE IMPLANTES

En este apartado se muestran los implantes ensayados y los resultados obtenidos en los ensayos de fatiga sobre los mismos. La figura 3 muestra la geometría del implante ensayado y la figura 4 la forma de aplicación de la carga. Ésta se aplica según la norma UNE-EN ISO 14801, donde se especifica que la fuerza ha de aplicarse formando un ángulo de 30 grados respecto al eje del implante y que el coeficiente de asimetría de la carga sea  $R = 0.1$ . Los ensayos se realizaron a una frecuencia de 10 Hz. Se hicieron ensayos con cargas máximas de 220, 200, 160, 150 y 140 N que dieron vidas de 9545, 14630, 56398, 182613 y 185723 ciclos, respectivamente. Un ensayo con 130 N se interrumpió a los  $5 \cdot 10^6$  sin romperse.



Figura 3. Geometría del implante ensayado.

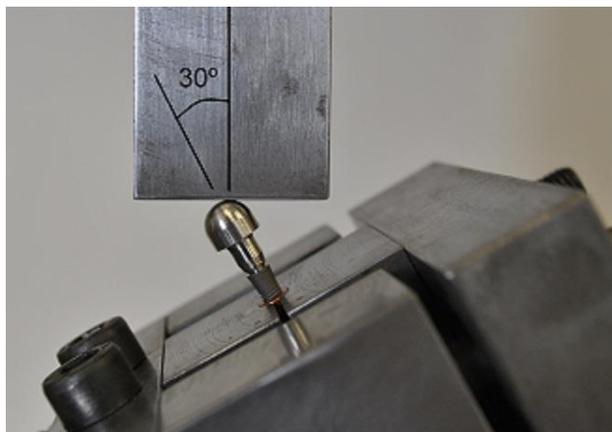


Figura 4. Montaje del ensayo del implante.

### 4. MODELO NUMÉRICO

El modelo numérico del implante ha sido realizado en ANSYS. El objetivo de este modelo numérico es obtener las tensiones y deformaciones en el implante así como el factor de intensidad de tensiones a lo largo del camino de la grieta. Con esta información se puede aplicar el modelo de cálculo descrito en el siguiente

apartado y obtener la vida a fatiga. El factor de intensidad de tensiones se ha obtenido utilizando una función de peso [14] a la que se le introduce la distribución de tensiones en el plano donde crece la grieta, calculada mediante el modelo de elementos finitos.

En el modelo del implante, figura 5, se han utilizado un total de 311064 elementos tetraédricos de 10 nodos solid 187 de ANSYS. El contacto entre el miembro hemisférico de carga y el pilar, así como el del pilar con el cuerpo del implante se ha modelado mediante un contacto tipo “bounded”. Se han aplicado condiciones de desplazamiento nulo a los nodos situados en las crestas del roscado externo del cuerpo del implante. Esta condición de contorno en desplazamiento ha sido aplicada hasta una altura determinada, en concreto hasta 5 mm por debajo de la plataforma del cuerpo del implante. En la norma esta distancia es 3 mm. En este estudio se decidió aumentar esa distancia para alejar la zona de iniciación de la grieta de la zona de conexión entre el cuerpo del implante y el pilar. Esta zona presenta una geometría muy compleja y el análisis de la evolución de las tensiones en la misma será abordado en posteriores fases de este estudio. La densidad de elementos ha sido controlada en las distintas zonas del modelo. Se ha realizado un refinamiento de la malla en la zona de iniciación de la grieta, donde el tamaño de los elementos es de 6 micras.

El modelo en la zona alrededor del lugar de iniciación de la grieta es elastoplástico, siendo en el resto elástico. Se comprobó que en la zona limítrofe entre las dos el nivel de tensiones estaba dentro del régimen elástico, por lo que no se producían saltos bruscos de la tensión. La plasticidad se modeló mediante endurecimiento cinemático, obteniendo las propiedades de un ensayo realizado en el laboratorio.

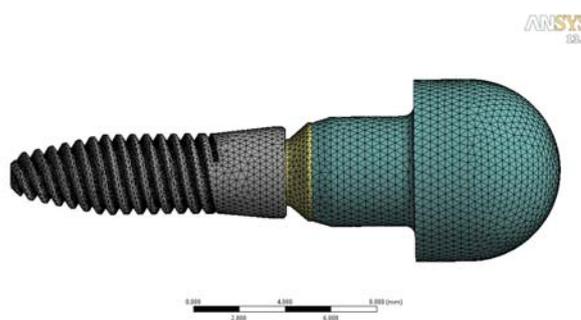


Figura 5. Modelo del implante.

La figura 6 muestra la distribución de la tensión de von Mises en la zona de la rosca. Hay que tener en cuenta que el implante, zona gris en la figura 5, es hueco y tiene una rosca interior. Por esta razón la distancia que recorrerá la grieta es tan pequeña. En la figura 7 se muestra la evolución de la tensión normal a la grieta a lo largo del camino de ésta para los cinco niveles de carga analizados. En todos ellos hay una plastificación en el

fondo de la rosca y la influencia del concentrador de tensiones llega hasta una profundidad de unas 100 micras.

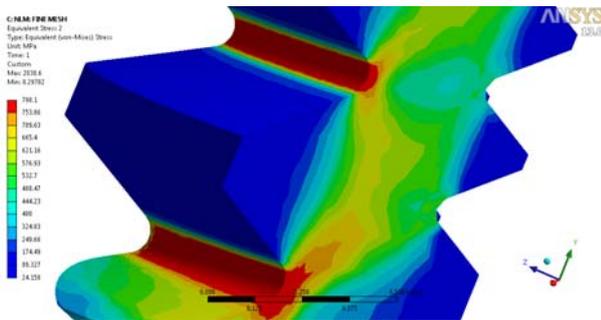


Figura 6. Distribución de tensiones en el fondo de la rosca.

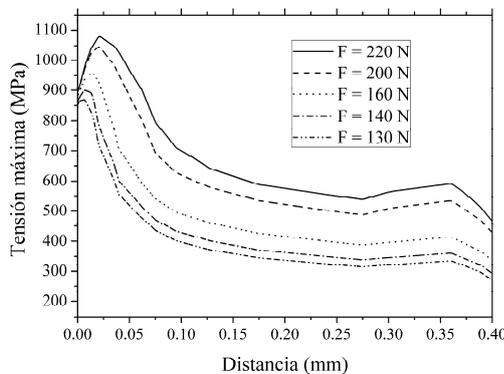


Figura 7. Tensión normal a la grieta en los cinco niveles de carga analizados.

### 5. MODELO TEÓRICO

En este trabajo se presenta un modelo para la predicción de vida que está basado en otro propuesto por los autores [12]. Tiene la característica de que combina las fases de iniciación y de propagación pero sin tener que definir previamente la longitud de grieta donde termina la iniciación y comienza la propagación. Cada fase se analiza por separado. La fase de iniciación se analiza determinando el número de ciclos necesarios para que se genere una grieta de longitud  $a$ . Dicho número se calculará a partir de las tensiones a lo largo del camino que sigue la grieta y de una curva de fatiga  $\epsilon-N$  que se detallará más adelante. El resultado es una curva,  $a - N_i$ , que representa los ciclos necesarios para originar una grieta de longitud  $a$ . En la fase de propagación se calcula el número de ciclos que tarda en propagarse una grieta desde cualquier longitud  $a$  hasta la rotura utilizando la mecánica de la fractura. Para ello se integra la ley de crecimiento desde cada longitud de grieta,  $a$ , hasta la rotura, obteniéndose la curva  $(a - N_p)$ . 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. 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.

#### 5.1. Fase de iniciación

El modelo presentado en este artículo analiza la fase de iniciación basándose en el trabajo de McClung et al. [15] para entallas. El primer paso consiste en la obtención de una curva de fatiga,  $\epsilon - N |_{a_i}$ , en probetas lisas y sin entalla que proporcione el número de ciclos necesario para generar una grieta de longitud  $a_i$  en función de la deformación aplicada. Para cada nivel de deformaciones,  $\epsilon_j$ , el número de ciclos de esta curva,  $N_{\epsilon_j a_i}$ , se obtiene a partir de la ecuación:

$$N_{\epsilon_j a_i} = N_{\epsilon_j} - N_p(a_i) = N_{\epsilon_j} - \int_{a_i}^{a_f} \frac{da}{f(a)} \tag{1}$$

Donde  $N_{\epsilon_j}$  es el número de ciclos hasta el fallo obtenido en un ensayo de fatiga simple con tensión  $\epsilon_j$ ,  $a_i$  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. A estas curvas,  $\epsilon - N |_{a_i}$ , se les llamará curvas de iniciación.

En el caso de que se estuviera aplicando el modelo a un ensayo de fatiga simple se podría calcular el número de ciclos necesario para generar una grieta de longitud,  $a_i$ , utilizando la curva apropiada,  $\epsilon - N |_{a_i}$ .

En el caso de una pieza con un estado multiaxial y gradiente de tensiones, se puede aplicar el mismo proceso aunque con algunas modificaciones. En primer lugar, es necesario un criterio de fatiga multiaxial, en este caso se empleará el de Fatemi-Socie [16]. Posteriormente se calcula el parámetro de Fatemi-Socie ( $FS$ ) para cada nivel de deformación en las curvas de iniciación,  $\epsilon - N_i |_{a_i}$ , obtenidas anteriormente. Con esto se construyen las nuevas curvas  $FS - N_i |_{a_i}$ . Por otro lado, cuando hay una entalla la tensión disminuye rápidamente con la profundidad, desde un máximo en la superficie. La vida de iniciación estimada será una u otra en función de dónde se evalúe el parámetro de daño utilizado,  $FS$  en este caso. La opción que se considera más apropiada es calcular el  $FS$  medio entre la superficie y la longitud de grieta  $a_i$ , y con él entrar en la curva  $FS - N_i |_{a_i}$  y obtener el número de ciclos necesario para generar una grieta de longitud  $a_i$ . Evidentemente, el cálculo será aproximado al usar un valor medio, lo cual tiene asociado un cierto error, tanto mayor cuanto mayor sea la zona sobre la que se calcula

el valor medio del parámetro de daño. Esta opción significa que se está haciendo la hipótesis de que a igual valor medio del parámetro de daño en la zona, igual número de ciclos para iniciar la grieta de esa longitud.

### 5.2. Fase de propagación

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 [12]:

$$\frac{da}{dN} = C \left( \Delta K^n - \left( \Delta K_{th\infty} \cdot \left( \frac{a^f}{a^f + a_0^f - l_0^f} \right)^{1/2f} \right)^n \right) \quad (2)$$

donde  $\Delta K_{th\infty}$  es el umbral de crecimiento de grieta larga,  $f$  es un parámetro que de forma general se toma igual a 2.5 [17],  $l_0$  es la distancia típica hasta la primera barrera microestructural y  $a_0$  es la llamada constante de El Haddad:

$$a_0 = \frac{1}{\pi} \left( \frac{\Delta K_{th\infty}}{\Delta \sigma_{FL}} \right)^2 \quad (3)$$

siendo  $\Delta \sigma_{LF}$  el límite de fatiga. El factor que multiplica al umbral de crecimiento de grieta larga en la ecuación (2) 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

La evolución del factor de intensidad de tensiones, calculado con la función de peso [14], en los cinco ensayos analizados se muestra en la figura 8.

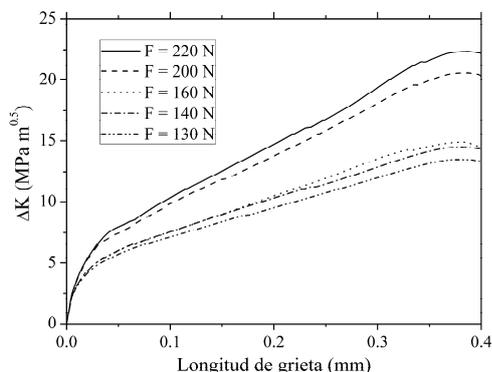


Figura 8. Evolución del factor de intensidad de tensiones en los cinco casos analizados.

### 5.3. Combinación de la iniciación y propagación

Una vez que se han obtenido las dos curvas mencionadas ( $a - N_p$  y  $a - N_i$ ), representadas en la figura 9 para el ensayo con  $F = 220 \text{ N}$ , se suman las dos obteniéndose una curva que representa la vida total en función del valor que se tome para la longitud de iniciación. 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 9 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.

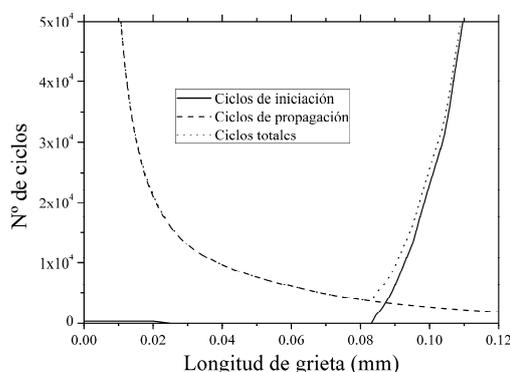


Figura 9. Aplicación del modelo de predicción en el ensayo con  $F = 220 \text{ N}$ .

## 6. ESTIMACIÓN DE VIDA Y COMPARACIÓN DE RESULTADOS

En la figura 10 se muestran los resultados de los ensayos a fatiga en implantes junto con las predicciones teóricas utilizando el modelo explicado en el apartado anterior. Las predicciones son razonables y algo conservativas. La pendiente de la curva estimada es prácticamente igual a la de los ensayos. Es importante resaltar que todo el proceso de iniciación y propagación de grieta tiene lugar en menos de medio milímetro y que el modelo es capaz de reflejarlo de forma aceptable.

Aparte de los posibles errores del modelo, otra razón para las diferencias obtenidas puede ser el error de caracterización del material, tanto en iniciación como en propagación, ya que el número de ensayos realizados es relativamente pequeño. Por ello, a la vista de los resultados puede decirse que independientemente de su ajuste razonable a los experimentos, es necesario realizar un mayor número de ensayos de caracterización así como de implantes completos. En este último caso

será interesante tener más resultados a cada nivel de carga y para cargas correspondientes a vidas más largas.

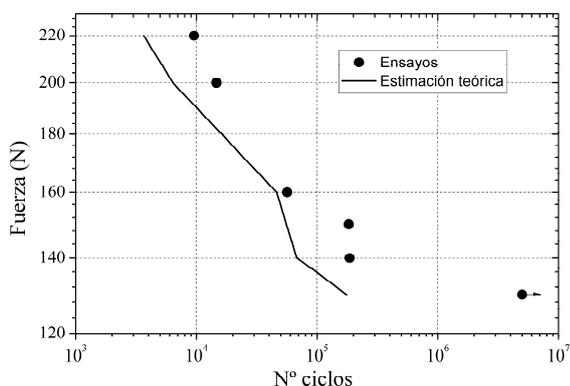


Figura 10. Ensayos de fatiga en implantes y estimaciones teóricas.

## 7. CONCLUSIONES

El resultado de este trabajo muestra que el modelo de predicción de vida propuesto, y utilizado también en otras situaciones distintas, es muy versátil y robusto, adaptándose a las distintas circunstancias.

Es importante resaltar que dicho modelo se adapta a la predicción de vida en implantes, elementos que dadas sus pequeñas dimensiones pueden presentar problemas de escala. En cualquier caso, este estudio debe ser extendido mediante una caracterización del material más completa y un mayor número de ensayos de comprobación en implantes.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación de la investigación a través del proyecto DPI2011-23377 y a la empresa Galimplant® por el suministro de sus implantes y probetas de ensayo.

## REFERENCIAS

[1] UNE-EN ISO 14801. Odontología. Implantes. Ensayos de fatiga dinámica para implantes dentales endoóseos. Abril 2008.

[2] Papakyriacou M., Mayer H., Pypen C., Plenk Jr H., Stanzl-Tschegg S. *Effects of surface treatments on high cycle corrosion fatigue of metallic implant materials. International Journal of Fatigue*, pp. 873-886, 2000.

[3] Sevilla P., Sandino C., Arciniegas M., Martínez-Gomis J., Peraire M., Gil F.J. *Evaluating mechanical properties and degradation of YTZP*

*dental implants. Materials Science and Engineering*, pp. 14-19, 2010.

- [4] Kayabasi O., Yüzbaşıoğlu E., Erzincanlı F., *Static, dynamic and fatigue behaviours of dental implant using finite element method. Advances in Engineering Software*, pp. 649-658, 2006.
- [5] Newman, J.C., Phillips, E.P., Swain, M.H. *Fatigue-life prediction methodology using small-crack theory. International Journal of Fatigue*, pp.109-119, 1999.
- [6] Giannakopoulos, A.E., Suresh, S. *A three-dimensional analysis of fretting fatigue. Acta. Mater.*, pp.177-192, 1998.
- [7] Taylor, D., *Geometrical effects in fatigue: a unifying theoretical model. International Journal of Fatigue*, pp.413-420, 1999.
- [8] Susmel, L., Taylor, D., *A novel formulation of the theory of critical distances to estimate lifetime of notched components in the medium-cycle fatigue regime. Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, pp.567-581, 2007.
- [9] Szolwinski, M.P., Farris, T.N., *Observation, analysis and prediction of fretting fatigue in 2024-T351 aluminum alloy. Wear* 221, pp.24-36, 1998.
- [10] Dowling, N.E., *Notched member fatigue life predictions combining crack initiation and propagation. Fatigue of Engng. Mater. and Struct* 2, pp.129-138, 1979.
- [11] Navarro, C., Muñoz, S., Domínguez, J., *On the use of multiaxial fatigue criteria for fretting fatigue life assessment. International Journal of Fatigue*, pp.32-44, 2008.
- [12] Navarro, C., Vázquez, J., Domínguez, J., *A general model to estimate life in notches and fretting fatigue. Engineering Fracture Mechanics*. pp.1590-1601, 2011.
- [13] Kirkpatrick, G.W. *Fretting fatigue analysis and palliatives. Master Thesis, Massachusetts Institute of Technology*, 1999.
- [14] Orynyak, I.V., Borodii, M.V., *Point Weight Function Method Application for Semi-Elliptical Mode I Cracks, International Journal of Fracture*, pp.117-124, 1995.
- [15] McClung, R.C., Francis, W.L., Hudak Jr., S.J., *A new approach to fatigue life prediction based on nucleation and growth, 9<sup>th</sup> International Fatigue Congress*, Atlanta, mayo 2006.
- [16] Fatemi, A., Socie, D., *A critical plane approach to multiaxial fatigue damage including out-of-phase loading, Fatigue and Fract of Engng Mater and Struct*, pp.145-165, 1988.
- [17] Vallellano, C., Domínguez, J., Navarro, A., *On the estimation of fatigue failure under fretting conditions using notch methodologies, Fatigue Fract Engng Mater Struct.*, pp.469-478, 2003.

## PREDICCIÓN DE LA VIDA A FATIGA POR FRETTING EN LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 7075-T6 CON CONTACTO ESFÉRICO

F. Aguirre<sup>1</sup>, C. Vallellano, J. Domínguez

Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales. Escuela Superior de Ingenieros.  
Universidad de Sevilla. Camino de los Descubrimientos s/n. 41092 Sevilla, España.

<sup>1</sup>Email: faguirre.ing@gmail.com

### RESUMEN

El presente trabajo muestra un método de predicción de vida a fatiga por fretting mediante la estimación de la velocidad de crecimiento de grieta desde longitudes un orden de magnitud inferior al tamaño de grano del material. Esto se realiza utilizando el modelo micromecánico de crecimiento de grieta que incorpora dos umbrales de crecimiento, asociadas a la interacción de la "zona plástica monotónica" y la "zona plástica cíclica" con la microestructura del material respectivamente. Las predicciones del modelo reproducen satisfactoriamente las vidas a fatiga y la formación de grietas no propagantes observadas en ensayos de fretting con contacto esférico para la aleación de aluminio 7075-T6.

### ABSTRACT

The present work shows a method for assessing the fretting fatigue life by estimation of the fatigue crack growth rate from microcracks to the final failure. This is done by using a two threshold small crack growth model. The propagation thresholds are associated respectively with the interaction of the "monotonic plastic zone" and "cyclic plastic zone" with the microstructure of the material. The fatigue life predicted and the estimation of non-propagating cracks agree very well with the experimental fretting fatigue tests with spherical contact in 7075-T6 aluminum alloy.

**PALABRAS CLAVE:** Fatiga por fretting, Grietas pequeñas, Vida a fatiga, 7075-T6, Contacto esférico.

### 1. INTRODUCCIÓN

El fallo por fatiga por fretting puede considerarse básicamente como la nucleación y posterior propagación de grietas en un componente por la acción combinada de unas tensiones globales cíclicas y unas tensiones locales debidas al contacto entre dos elementos [1,2]. La predicción de vida a fatiga en estas situaciones requiere describir adecuadamente el crecimiento en el régimen de grieta pequeña, afectado por el gradiente de tensiones generado por el contacto y la variación de la asimetría de los ciclos de tensión local a medida que la grieta progresa en el material [3].

Recientemente los autores han desarrollado un modelo micromecánico de crecimiento de grieta pequeña por

fatiga desde el rango de grieta pequeña al de grieta grande, aportando como novedad el empleo de sendas condiciones umbrales de propagación, basadas en dos parámetros: el rango y el máximo de las tensiones locales aplicadas [4]. El modelo permite describir adecuadamente el patrón oscilante de las grietas pequeñas debido a su interacción con la microestructura, y el efecto de la tensión media en la vida a fatiga.

El presente trabajo muestra la aplicación de dicho modelo al caso de grietas iniciadas por fatiga por fretting. Las predicciones se comparan con resultados experimentales sobre probetas de Al-7075-T6 sometidas a fatiga por fretting con contacto esfera-plano. De acuerdo con los ensayos, el modelo permite predecir la formación de grietas no propagantes.

## 2. MODELO DE CRECIMIENTO DE GRIETAS

Una descripción detallada y análisis de aplicación del modelo micromecánico de dos umbrales puede verse en [4].

Brevemente, supóngase una grieta de longitud  $2a$  que atraviesa un cierto número de granos de un policristal cuando está sometida a la máxima tensión del ciclo. La zona plástica monotónica (ZPM) se supone bloqueada por una barrera genérica  $i$  (véase figura 1 para la notación). Por simplicidad se considera un tamaño de grano igual a  $D$  constante, y que sólo actúan como barreras los bordes de grano. La grieta propiamente dicha, su zona plástica y la zona de la barrera se modelan mediante una distribución continua de dislocaciones (véase esquema de la figura 1). En general,  $\sigma_1^i$  representa la oposición a la apertura de las caras de la grieta,  $\sigma_2^i$  modela la oposición al deslizamiento plástico o resistencia a la fluencia del material en la ZPM, que se extiende desde el frente de grieta hasta la barrera donde se encuentra bloqueada, y  $\sigma_3^i$  representa la presión que soporta la barrera microestructural.

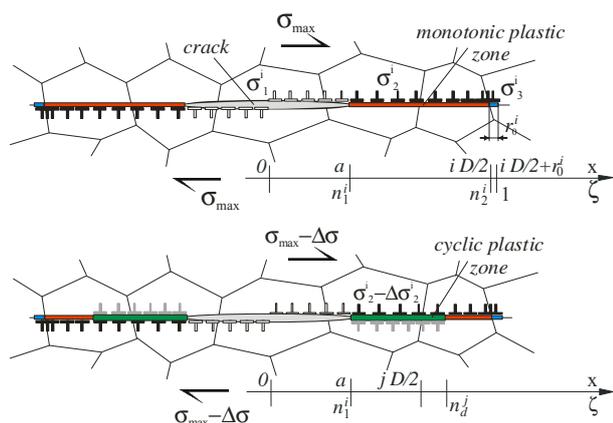


Figura 1. Esquema de la grieta, las zonas plásticas y la barrera en la máxima tensión y en la carga mínima (Modo II).

Durante la descarga se genera una zona plástica cíclica (ZPC) en el frente de la grieta, dentro de la ZPM, extendiéndose tanto más cuanto mayor sea el decremento de la carga, i.e.  $\Delta\sigma$  (véase figura 1).

Al igual que en el caso anterior, las barreras microestructurales actuarán bloqueando el avance de la ZPC. Se deben distinguir dos casos: (a) que la ZPC no esté bloqueada por una barrera (figura 1), o bien, (b) que la ZPC haya alcanzado una barrera genérica  $j$  ( $j \leq i$ ), y se encuentre bloqueada por ella. En el segundo caso, el tamaño de la ZPC será simplemente  $d = jD/2$  y por tanto,

$$n_d = \frac{a}{jD/2} \tag{1}$$

Y en el primer caso la posición de la ZPC,  $d$ , deberá cumplir la ecuación de equilibrio siguiente:

$$\frac{\pi}{2} \Delta\sigma - \Delta\sigma_2^i \cos^{-1} n_d = 0 \rightarrow n_d = \frac{a}{d} = \cos\left(\frac{\pi \Delta\sigma}{2 \Delta\sigma_2^i}\right) \tag{2}$$

donde  $\Delta\sigma_2^i$  es el decremento que debe producirse en la tensión  $\sigma_2^i$  para invertir el flujo plástico. Suponiendo un endurecimiento local puramente cinemático  $\Delta\sigma_2^i \approx 2\sigma_2^i$ . A falta de resultados experimentales más precisos, la referencia [4] discute una posible ley de evolución para  $\sigma_2^i$  de acuerdo con la evidencia experimental.

El rango del desplazamiento de apertura en el frente de viene dado por

$$\Delta\phi^j = \frac{4}{\pi^2 E'} \frac{\Delta K^2}{\Delta\sigma} \left\{ \left( \frac{\Delta\sigma_2^j}{\Delta\sigma} \right) \ln\left(\frac{1}{n_d}\right) + \frac{\pi \sqrt{1-(n_d)^2}}{2 n_d} \left[ 1 - \frac{2}{\pi} \left( \frac{\Delta\sigma_2^j}{\Delta\sigma} \right) \cos^{-1} n_d \right] \right\} \tag{3}$$

donde  $\Delta K = \Delta\sigma \sqrt{\pi a}$ . En deformación plana  $E' = E/(1-\nu^2)$  y en tensión plana  $E' = E$ .

La velocidad crecimiento se supone que evoluciona según una ley potencial de la forma  $da/dN = B_\sigma (\Delta\phi)^m$ , donde  $B_\sigma$  y  $m$  son parámetros a determinar experimentalmente.  $B_\sigma$  depende de una propiedad del material,  $B_0$ , y de las tensiones aplicadas a través de la expresión  $B_\sigma = B_0 / \cos\left(\frac{\pi \sigma_{\max}}{2 \sigma_Y}\right)$ .

Las condiciones umbrales para que la ZPC y ZPM puedan superar las sucesivas barreras microestructurales del material mientras la grieta avanza, vienen dadas respectivamente por

$$n_i^i|_c = \cos\left(\frac{\pi \sigma_{\max}}{2 \sigma_2^i} \left(1 - \frac{K_{thi}^*}{K_{\max}}\right)\right) \tag{4}$$

$$n_d^j|_c = \cos\left(\frac{\pi \Delta\sigma}{2 \Delta\sigma_2^j} \left(1 - \frac{\Delta K_{thj}^*}{\Delta K}\right)\right) \tag{5}$$

donde  $K_{thi}^*$  y  $\Delta K_{thj}^*$  son respectivamente el umbral de crecimiento asociado a la tensión máxima, *umbral máximo*, y el asociado a la carga cíclica, *umbral cíclico*, para una grieta creciendo por fatiga. Ambos umbrales son independientes y su evolución con la longitud de grieta puede obtenerse de diagramas tipo Kitagawa. A falta de datos experimentales pueden emplearse expresiones semiempíricas como la propuesta por Vallellano *et al.* [5,6].

En la figura 2 se muestra la evolución esquemática de la velocidad de crecimiento proporcionada por el modelo para el caso de una carga cíclica de distribución uniforme. Como se puede comprobar, la velocidad de crecimiento exhibe el típico patrón de deceleraciones y aceleraciones característico de las grietas pequeñas. Las deceleraciones son consecuencia de los sucesivos bloqueos de la ZPC en las barreras del material, los cuales provocan una reducción en  $\Delta\phi$  a medida que la grieta crece. Las aceleraciones, por su parte, son el resultado del súbito incremento en la extensión de la ZPC al superar dichas barreras, que se traduce en un súbito incremento de  $\Delta\phi$ . Como se puede observar, a medida que la grieta aumenta, éste patrón oscilante se va reduciendo al ir entrando en el régimen de grietas grandes.

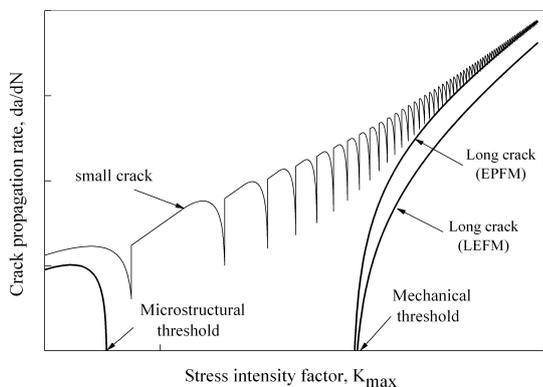


Figura 2. Ley de crecimiento para grietas pequeñas. Curvas clásicas de grietas grandes (EPFM y LEFM).

### 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados experimentales analizados en el presente trabajo corresponden a ensayos de fatiga por fretting empleando contacto esfera-plano. Estos se encuentran descritos en detalle en la referencia [7]. El dispositivo de ensayo empleado permite aplicar, de manera independiente y controlada, y una carga axial cíclica ( $P$ ) sobre una probeta de sección rectangular y una carga normal constante ( $N$ ) a las esferas en contacto con la probeta, lo que genera una carga tangencial cíclica ( $Q$ ) entre esfera y probeta (véase Figura 3). Las probetas y esferas fueron obtenidas de barras extruidas de Al 7075-T6 de 25.4 mm de diámetro. El tamaño medio de grano  $D$  medido perpendicularmente a la superficie de la probeta fue de  $35 \mu\text{m}$ . Las propiedades mecánicas se muestran en la Tabla 1 [8].

Tabla 1. Características mecánicas del Al7075-T6.

$\sigma_{fl}$ (Mpa) ( $10^6$ ciclos)	$\sigma_{fl}$ (Mpa) ( $10^7$ ciclos)	$K_{th\infty}$ MPa $\text{m}^{1/2}$
190	155	2

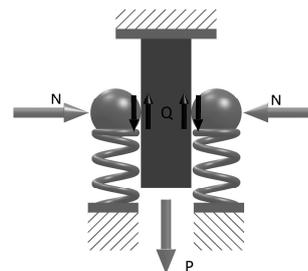


Figura 3: Esquema del dispositivo de ensayos.

La Tabla 2 muestra la vida a fatiga obtenida en los diferentes ensayos. En todos los casos el coeficiente de asimetría global de las cargas axiales y tangenciales aplicadas fue  $R = -1$ . En los casos en que no fallaron las probetas, se marca el número de ciclos aplicados y el símbolo NF en la columna correspondiente.

Tabla 2. Cargas empleadas, número de ciclos aplicados y longitudes máximas de las grietas observadas.

Test	N(N)	Q(N)	$\sigma_{ax}$ (MPa)	Ciclos ( $\times 10^3$ )	a ( $\mu\text{m}$ )
T7	30	$\pm 15$	$\pm 86,2$	480 (F)	--
T8	20,8	$\pm 15$	$\pm 84,2$	449 (F)	--
T9	15,6	$\pm 15$	$\pm 86,2$	395 (F)	--
T11	12,5	$\pm 15$	$\pm 84,2$	361 (F)	--
T12	18,5	$\pm 13,6$	$\pm 78,1$	551 (F)	--
T13	16	$\pm 11,7$	$\pm 83,9$	530 (F)	--
T16	13,9	$\pm 10$	$\pm 83,8$	803 (F)	--
T17	10,3	$\pm 7,5$	$\pm 83,6$	2940 (F)	--
T19	8,33	$\pm 8$	$\pm 83,6$	616 (F)	--
T32	20	$\pm 15$	$\pm 84,2$	549 (F)	--
T33	20	$\pm 15$	$\pm 71,2$	516 (F)	--
T14	8,75	$\pm 7$	$\pm 83,56$	3000 (NF)	53
T15	13	$\pm 7$	$\pm 83,56$	10000 (NF)	40
T18	7,31	$\pm 6,6$	$\pm 83,53$	3450 (NF)	162
T22	20	$\pm 11,5$	$\pm 55,92$	1410 (NF)	--
T23	20	$\pm 16$	$\pm 63,78$	2186 (NF)	65
T27	20	$\pm 20$	$\pm 64,1$	2500 (NF)	--
T28	24	$\pm 20,25$	$\pm 64,12$	2660 (NF)	--
T31	12	$\pm 9$	$\pm 83,72$	2680 (NF)	--
T34	20	$\pm 15$	$\pm 57,2$	1540 (NF)	150
T35	20	$\pm 15$	$\pm 64,2$	2940 (NF)	110
T36	20	$\pm 15$	$\pm 60,2$	1777 (NF)	150

La mayor parte de las probetas que no fallaron se analizaron con técnicas metalográficas para determinar la zona de iniciación de las grietas, y la longitud y forma de grietas no propagantes. A modo de ejemplo la Figura 4 muestra la micrografía de las grietas detectadas en el ensayo T35. La Tabla 2 recoge las longitudes máximas de las grietas encontradas en los ensayos analizados.

En términos generales, las grietas principales se iniciaron próximas al plano de simetría del contacto, en

la zona más externa del mismo (véase esquema en Fig. 5). Tras la etapa I de crecimiento en modo II, sobre una distancia en torno a las 10-20  $\mu\text{m}$ , las grietas comenzaron a crecer fundamentalmente en modo I, siguiendo los planos de máxima tensión normal (Fig. 5).

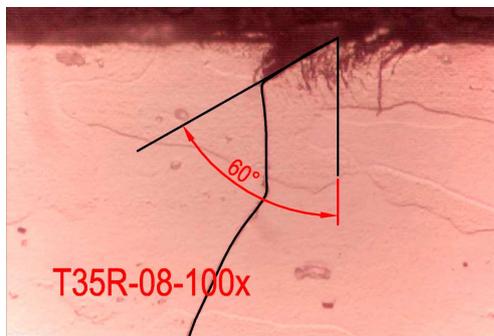


Figura 4. Grietas en el ensayo T35 mostrando la etapa I y II de propagación.

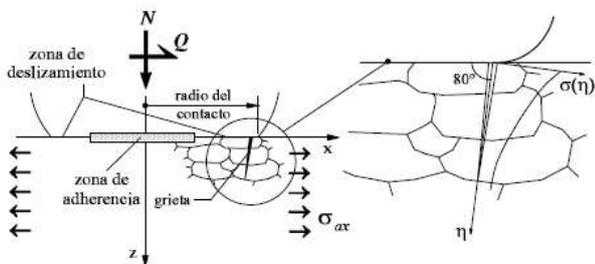


Figura 5. Esquema de la zona de contacto y de iniciación de las grietas.

#### 4. APLICACIÓN PRÁCTICA. DISCUSIÓN

##### 4.1. Distribución de tensiones en el material

El estado tensional generado por el contacto en cada caso se ha obtenido empleando las expresiones analíticas obtenidas por Hamilton en deformación plana e incluyendo la excentricidad de la zona de adherencia provocada por la carga axial en la probeta [3]. Las distribuciones de tensión normal (máximo y rango) se han obtenido en el límite exterior de la zona de deslizamiento, sobre el plano de simetría del conjunto, y en un plano formando 90° con la superficie.

La figura 6 representa los valores de tensiones máximas  $\sigma(\eta)$  y rango  $\Delta\sigma(\eta)$  obtenidas numéricamente para los ensayos del T32 al T36. La línea de trazos indica los ensayos en los cuales las probetas no fallaron y se generaron grietas no propagantes, y la línea continua aquellos donde se produjo el fallo de la pieza. La figura 7 muestra, para el ensayo T35, la fuerte variación local de la relación de asimetría de los ciclos de carga a medida que se profundiza en el material.

Nótese que a partir de la evolución de las tensiones con la profundidad deben obtenerse las tensiones máxima

efectiva y el rango efectivo, que tendrá en cuenta el gradiente de tensiones, la superficie libre de la probeta y la forma de la grieta [3]. Dichas tensiones efectivas serán las que se empleen en las ecuaciones del modelo presentado en la sección 2.

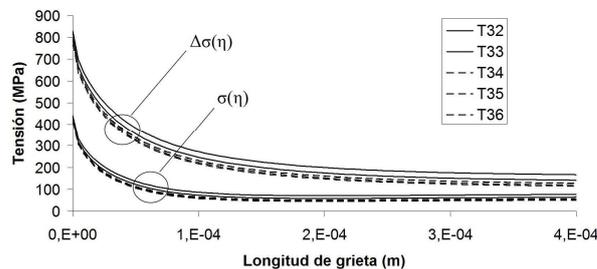


Figura 6. Tensiones máximas  $\sigma(\eta)$  y rango  $\Delta\sigma(\eta)$  para varios ensayos.

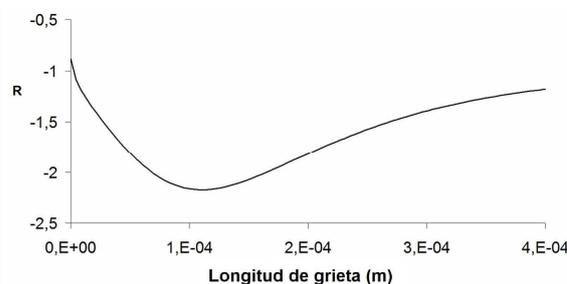


Figura 7. Relación de tensión local  $\sigma_{\text{min}}/\sigma_{\text{max}}$  a diferentes profundidades en la dirección de la grieta para el ensayo T35.

##### 4.2. Parámetros del modelo

El tamaño medio de grano en la dirección de crecimiento se ha tomado de 35  $\mu\text{m}$ . El valor máximo considerado del límite de fatiga para  $R = -1$  es 190 MPa y el límite de fluencia, 505 MPa. El FIT umbral en el máximo ( $K_{thsc}^*$ ) ha sido 2 MPa  $\text{m}^{1/2}$ , y se asume, a falta de mejores resultados, un FIT umbral cíclico,  $\Delta K_{thsc}^*$ , de igual valor.

La determinación de los parámetros de la ley de crecimiento del material se ha realizado a partir del ajuste del modelo a los datos de grieta grande. La figura 6 muestra el ajuste realizado, donde  $B_0 = 100$  y  $m = 1.65$ . Para el régimen de grieta pequeña se ha mantenido el mismo exponente  $m = 1.65$ . En cambio, como es habitual cuando no existe plasticidad a pequeña escala, el parámetro  $B_\sigma$  se ha supuesto variable con la tensión aplicada, como ya se ha indicado.

##### 4.3. Predicciones de vida

El modelo propuesto se ha aplicado para simular los procesos de fatiga producidos por las condiciones de los ensayos de la Tabla 2. Unos ensayos terminaron en fallo, en se detuvo el ensayo a un alto número de ciclos sin producirse el fallo de la probeta.

La figura 8 muestra las curvas de variación de la velocidad de crecimiento de grieta para tres de los ensayos que terminaron en fallo. Puede comprobarse la similitud con la curva de la figura 2, con una diferencia importante. En la figura 2, correspondiente a fatiga simple en probeta plana con grieta en el centro, la tendencia de la velocidad es siempre creciente, con los altibajos producidos por las barreras microestructurales. En la figura 8, el alto gradiente de tensiones en las proximidades del contacto hace que la tendencia global sea inicialmente decreciente, aparte de las oscilaciones producidas por la microestructura.

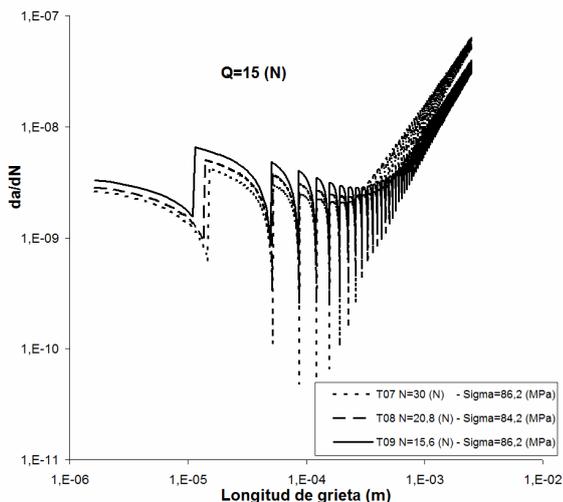


Figura 8. Velocidad de crecimiento de grieta en función de la longitud de la misma, ensayos T07, T08 y T09.

La Tabla 3 muestra una comparación entre las vidas experimentales obtenidas en los ensayos que fallaron, y los resultados de las simulaciones realizadas para los mismos ensayos. En una columna de la tabla se representa el error producido en el número de ciclos, expresado mediante la ecuación:

$$Error = 100 \times (N_{exp} - N_{pred}) / N_{exp} \tag{6}$$

Puede comprobarse que, excepto en un caso, los errores obtenidos son relativamente muy pequeños.

Se han realizado también las simulaciones de los ensayos terminados sin fallo. La Tabla 4 muestra una comparación de los resultados obtenidos. En ella se muestran, en la segunda columna, los números de ciclos aplicados y, en la siguiente, las longitudes de grieta detectadas mediante análisis metalográfico, analizando secciones de la probeta perpendiculares a la grieta, separadas aproximadamente 20 μm. La cuarta columna muestra con una F o NF el resultado de la simulación: F representa un caso de fallo en la simulación y NF el fin de la simulación sin fallo. Y la quinta muestra la longitud de grieta obtenida mediante simulación al final del ensayo en los casos NF. Debe hacerse notar que, dado el enorme trabajo que supone determinar las

longitudes de grietas no propagantes mediante pulidos sucesivos, ataques y medida de las longitudes en más de 50 secciones por probeta, sólo se han medido en algunas de las probetas resultantes de ensayos concluidos sin fallo.

Puede comprobarse que en un número importante de casos se predice la parada de la grieta y una longitud de la misma que no está lejos de la realmente medida; especialmente si se tiene en cuenta la tendencia a pararse en las proximidades de los bordes de grano y la aleatoriedad de la distribución de los tamaños de grano en el material.

Tabla 3. Comparación entre las vidas a fatiga experimentales y predichas en distintos ensayos.

Test	N <sub>exp</sub>	N <sub>pred</sub>	Error (%)
T7	480000	429740	10
T8	449500	473112	-5
T9	395000	426915	-8
T11	361000	427369	-18
T12	551000	611847	-11
T13	530000	555177	-5
T16	803000	604463	25
T17	2940000	--	Grieta no propagante
T19	616500	646622	-5
T32	549000	473545	14
T33	516000	756588	-47

Tabla 4. Comparación entre las longitudes de grieta no propagantes experimentales y predichas en distintos ensayos.

Test	EXPERIMENTAL		PREDICCIÓN		
	Ciclos x 10 <sup>3</sup>	Grieta (mm)	F o NF	Grieta (mm)	Error en carga, %, y Grieta (mm)
T14	3000	0,053	NF	0,052	--
T15	10000	0,040	NF	0,052	--
T18	3450	0,162	F	--	2% (0,052)
T22	1410	--	NF	0,052	--
T23	2186	0,065	F	--	5% (0,122)
T27	2500	--	F	--	14% (0,122)
T28	2660	--	F	--	10% (0,122)
T31	2680	--	F	--	4% (0,087)
T34	1540	0,150	NF	0,087	--
T35	2940	0,110	F	--	2% (0,122)
T36	1777	0,150	NF	0,122	--

Para hacer una estimación del orden de magnitud del error producido en los casos en que se predice el crecimiento de la grieta hasta el fallo, se ha determinado el porcentaje de reducción que habría que variar N, Q y

$\sigma$  para que se produjera la detención de la grieta. Dicho porcentaje representa, básicamente, el error en tensiones o en cargas que se está produciendo al predecir el fallo de la probeta que no falla experimentalmente. La sexta columna muestra este porcentaje. Al mismo tiempo, entre paréntesis se representan las longitudes de grieta obtenidas en esos casos. Se puede apreciar que los valores de las reducciones de carga necesarios son relativamente pequeños. Igualmente, las longitudes de grieta no propagantes estimadas son del mismo orden de magnitud que las medidas en los ensayos.

La figura 9 muestra las curvas de variación de la velocidad de crecimiento de las grietas en dos casos en que se predice la detención de la grieta. Se puede apreciar que la grieta reduce enormemente su velocidad en los bordes de grano, antes de detenerse.

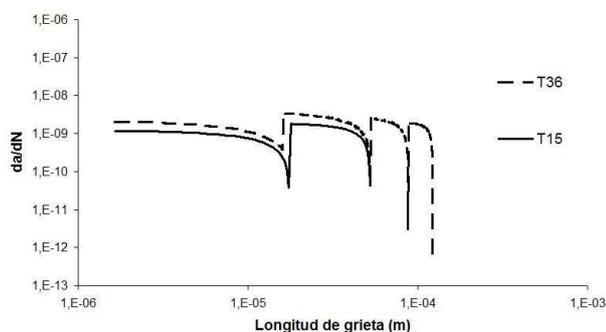


Figura 9. Velocidad de crecimiento de grieta en función de la longitud de la misma, ensayos T15 y T36.

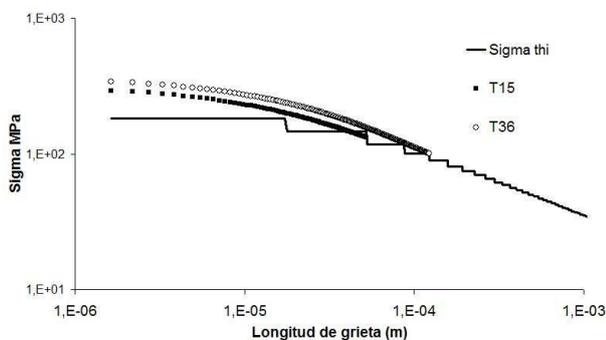


Figura 10. Diagrama de Kitagawa-Takahashi.

Para estimar la longitud de detención de la grieta, puede trazarse un gráfico como el de la figura 10, representando la tensión efectiva que tiende a hacer crecer la grieta [3] frente a las tensiones resistentes, en función de la longitud de la grieta. La grieta se detendrá cuando al ir creciendo, la tensión efectiva se haga menor que la resistente. El carácter discontinuo de la curva de tensiones resistentes es producto de considerar un modelo plano, con longitudes de grieta definidas. En cualquier caso, se puede comprobar que las grietas tienden a detenerse en las proximidades de los bordes de grano, representados por las discontinuidades.

## 5. CONCLUSIONES

El modelo propuesto realiza una descripción micromecánica del crecimiento de grietas pequeñas basada en dos condiciones umbrales acorde con la evidencia experimental en situaciones de fatiga por fretting. Este modelo permite estimar la vida a fatiga y cuantificar la posibilidad de que ocurran o no grietas no propagantes en el material. Las predicciones cualitativas y cuantitativas obtenidas para la aleación de aluminio 7075-T6 sometida a fretting con contacto esférico se encuentran en razonable acuerdo con la evidencia experimental.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Junta de Andalucía la beca de FPI recibida por F. Aguirre, referencia BES-2009-025065.

## REFERENCIAS

- [1] Waterhouse, R. B. and Lindley, T. C. (Eds.), *Fretting Fatigue*,ESIS Publication 18, Mech. Eng. Publ., 1994.
- [2] Hoepfner, D. W., Chandrasekaran, V. and Elliot, C. B. (Eds.), *Fretting Fatigue: Current Technology and Practices*, ASTM STP 1367, 2000.
- [3] Vallellano C, Dominguez J, Navarro A., *Influence of R ratio and stick zone eccentricity on the prediction of the fretting fatigue limit with spherical contact*, *Int. J. of Fatigue*; 29, pp. 1208-19, 2007.
- [4] C. Vallellano, A. Navarro y J. Domínguez, *Two-parameter fatigue crack growth driving force: Successive blocking of the monotonic and cyclic plastic zones at microstructural barriers*, *Int. J. of Fatigue*, 46, pp. 27-34, 2013.
- [5] Vallellano C, Navarro A, Dominguez J. *Fatigue crack growth threshold conditions at notches. Part I: Theory*. *Fatigue Fract Eng Mater Struct.*,23, pp. 113-21, 2000.
- [6] Vallellano C, Navarro A, Dominguez J. *Fatigue crack growth threshold conditions at notches. Part II: Generalization and application to experimental results*. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*, 23, pp. 123-8, 2000.
- [7] Wittkowsky BU, Birch PR, Dominguez J, Suresh S. *An experimental investigation of fretting fatigue with spherical contact in 7075-T6 aluminum alloy*. In: ASTM STP 1367, pp. 213-27, 2000.
- [8] *Fatigue Data Book: Light Structural Alloys*, ASM International, Ohio, 1995.

## SENSIBILIDAD A LAS ENTALLAS DEL ACERO INOXIDABLE DÚPLEX FUERTEMENTE TREFILADO

M. De Abreu<sup>1,\*</sup>, A. Valiente<sup>1</sup>, M. Iordachescu<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departamento Ciencia de Materiales,  
Escuela de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid c/  
Profesor Aranguren s/n, Madrid, España  
\*E-mail: m.deabreu@mater.upm.es

### RESUMEN

En el presente trabajo se estudia la sensibilidad a las entallas suaves de alambres de acero inoxidable dúplex fuertemente trefilado. Las entallas consideradas son reducciones de la sección transversal del alambre no simétricas respecto al eje de revolución. Tras constatar experimentalmente que los alambres con este tipo de daño fallan por agotamiento plástico, se ha determinado numéricamente la carga de agotamiento plástico en función de la profundidad de entalla empleando un modelo computacional de elementos finitos. Los resultados numéricos indican que la mayor deformabilidad del alambre debida a la entalla actúa en favor de su tolerancia al daño y permite que ésta alcance el límite superior dado por la carga de agotamiento a tracción simple del ligamento resistente.

### ABSTRACT

This research deals with the sensitivity to blunt notches of highly cold-drawn wires made of duplex stainless steel. The analyzed notches are actually reductions of the wire cross section, asymmetrically mechanized with respect to the longitudinal wire axis. Once experimentally verified that the notched wires fail by plastic collapse, the failure load was found as a function of notch depth by means of a finite element model. The numerical results show that the higher compliance of the wires provided by the notch increases their damage tolerance up to the upper bound given by the tensile plastic failure load of the notch ligament.

**PALABRAS CLAVE:** Acero inoxidable dúplex trefilado, Agotamiento plástico bajo flexo-tracción.

### 1. INTRODUCCIÓN

La resistencia, ductilidad, tenacidad y baja sensibilidad a los medios agresivos son las características de los aceros inoxidables austeníticos y austeno-ferríticos (dúplex) que explican su creciente uso como armaduras pasivas para hormigón armado y explican el interés de evaluar sus posibilidades de utilización como armaduras activas.

La forma más directa de producir acero inoxidable con los niveles de resistencia requeridos por las armaduras activas es el estirado en frío sucesivo del alambón fabricado por laminación, hasta obtener alambre con reducciones de sección del 80%. El proceso se conoce como trefilado y se lleva a cabo escalonadamente, haciendo pasar el acero por hileras sucesivas. Investigaciones recientemente realizadas indican que el alambre inoxidable dúplex fuertemente trefilado conserva su baja sensibilidad a la corrosión bajo tensión y a la fragilización por hidrógeno [1], y que su tolerancia al daño es superior a la del acero eutectoide trefilado que se usa mayoritariamente como armadura activa del hormigón pretensado [2]. La orientación que adquiere la microestructura por efecto del trefila-

do induce una marcada anisotropía de fractura cuya influencia en la tolerancia al daño parece determinante [2].

Sin embargo, esta conclusión podría estar muy condicionada por el tipo el daño inflingido al alambre para evaluar su tolerancia al daño. Los alambres sometidos a ensayo de fractura habían sido prefisurados transversalmente por fatiga a fin de que el daño generado fuese de la máxima severidad posible, pero el mecanismo de rotura activado (propagación de la fisura en la dirección longitudinal del alambre, con detención posterior y fallo final por estricción del ligamento resistente bajo mayor carga) planteaba la posibilidad de que la tolerancia al daño no alcanzase las mismas cotas para tipos de daño que activasen mecanismos de fallo diferentes.

El tipo de daño analizado en este trabajo se sitúa en el límite opuesto a una fisura en cuanto a severidad, ya que se reduce a una simple pérdida de sección resistente no simétrica respecto al eje del alambre. Consecuentemente, el efecto del daño, además de reducir la sección resistente, es convertir la carga de tracción del alambre en carga de flexotracción. La transición empleada en la disminución de

sección transversal se ha suavizado suficientemente para evitar concentraciones de tensión superiores al gradiente debido a la carga de flexotracción.

Dado el objetivo de la investigación, la reducción de sección ha consistido en modificar un tramo de una muestra de alambre transformando su sección transversal circular en rectangular de modo que la nueva sección conserva un eje de simetría de la primitiva, pero los centros han sido desplazados.

El agotamiento plástico a flexotracción de secciones rectangulares ha sido poco estudiado, y siempre en deformación plana. Hill [3] considera material rígido-plástico sin endurecimiento y añade a las cargas de tracción y flexión una presión uniforme longitudinal para compensar el desequilibrio mecánico que producen las grandes deformaciones, Swift [4] aborda el caso de material elástico no lineal y Zhou [5] el de material elasto-plástico con endurecimiento de tipo Ramberg-Osgood.

Las muestras de alambre de doble sección se han modelizado mediante elementos finitos para diferentes anchuras de la sección rectangular y se ha obtenido la carga de agotamiento plástico de cada una reproduciendo computacionalmente el proceso de carga hasta alcanzar y sobrepasar la estricción. Para una de las anchuras, los resultados computacionales se comparan con los valores experimentales medidos en un ensayo instrumentado mediante extensometría computerizada de imágenes digitales [6].

**2. EXPERIMENTACIÓN**

El material estudiado es un acero inoxidable dúplex EN 1.4462 [7], cuya composición química figura en la tabla 1. El alambre trefilado tiene 4 mm de diámetro y fue fabricado comercialmente tras una reducción escalonada de sección del 80%, partiendo de un alambón de 9 mm de diámetro.

Tabla 1. Composición química del alambre estudiado (porcentajes en peso)

C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Mo	Ni
0,03	0,614	1,779	0,029	0,001	0,178	22,8	3,33	4,8

Las propiedades mecánicas y la curva tensión deformación del acero fueron obtenidas ensayando a tracción muestras del alambre de 4 mm de diámetro y 250 mm de largo. Las deformaciones se midieron sobre base de medida 25 mm. con un extensómetro resistivo. La tabla 2 resume las propiedades mecánicas.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del alambre estudiado

Módulo elástico E	Límite elástico R <sub>p0.2</sub>	Resistencia a tracción R <sub>m</sub>	Máxima deformación uniforme
160 GPa	1420 MPa	1660 MPa	2,2 %

La figura 1 muestra la curva tensión-deformación del ace-

ro en términos de la tensión y la deformación plástica verdaderas. Para modelizar computacionalmente el comportamiento del material más allá de los niveles de deformación obtenidos en el ensayo de tracción, la curva se ha extrapolado mediante ajuste a la ecuación de tres constantes (1):

$$\sigma = A(1 - 0,536e^{-349\epsilon}) \quad A = 1710 \text{ MPa} \quad (1)$$

La calidad del ajuste se aprecia en la figura 1.

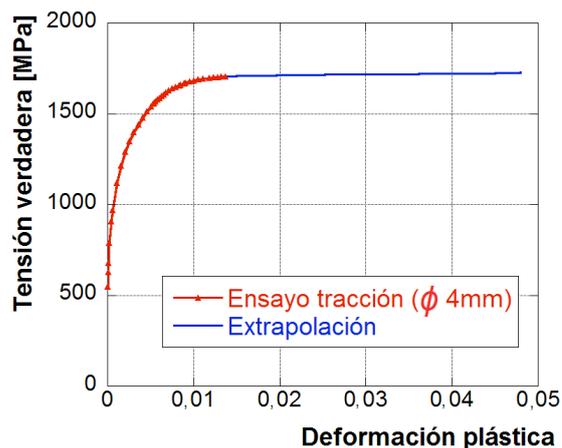


Figura 1. Curva tensión-deformación plástica del material.

**2.1. Ensayo de flexo-tracción**

El ensayo de flexo-tracción instrumentado se llevó a cabo con una muestra de alambre mecanizando con máquina-herramienta un tramo de 25 mm de longitud hasta transformar la sección transversal circular de diámetro 2R = 4 mm en una sección rectangular de B×b = 2×3 mm<sup>2</sup>, tangente a la circular y simétrica respecto al mismo eje.

El ensayo consistió en someter la muestra a alargamiento continuo hasta rotura mediante dos cargas iguales y opuestas aplicadas en sus extremos según el eje de los tramos cilíndricos del alambre.

La configuración de la muestra ensayada a flexo-tracción puede observarse en la figura 2. Las dimensiones a (profundidad de entalla), b (anchura del ligamento) y B espesor del ligamento eran de 1, 3 y 2 mm, respectivamente.

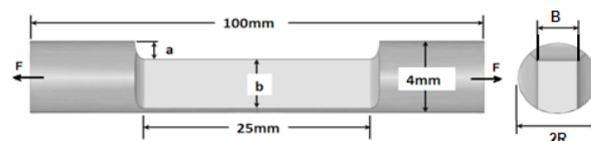


Figura 2. Muestra de alambre para ensayo de flexo-tracción.

La instrumentación del ensayo con la técnica VIC-2D (video image correlation) de adquisición y análisis computarizado de imágenes digitales en ensayos mecánicos [6] permitió medir los campos de desplazamientos y deformaciones sobre la superficie de la muestra de anchura b a lo

largo del ensayo.

El método requiere superficies planas y de ahí la elección de la sección rectangular. La superficie elegida se cubre de pintura moteada antes del ensayo y una cámara digital la fotografía a lo largo del ensayo según una secuencia programada y sincronizada con la toma de datos de la máquina de ensayos, en especial de la célula de carga.

El software del dispositivo identifica los puntos materiales sobre las imágenes digitales a través de las motas de pintura, registra el campo lagrangiano de desplazamientos a lo largo del ensayo y calcula el deformaciones. Entre las opciones de postprocesamiento que incluye se encuentra la de proporcionar el registro del desplazamiento relativo entre dos puntos materiales cualesquiera del área fotografiada, es decir, el registro que habría proporcionado un extensómetro cuya base de medida tuviese sus extremos sobre dichos puntos (extensómetro virtual).

### 3. MODELO COMPUTACIONAL

El ensayo de flexo-tracción se ha modelado computacionalmente para diferentes profundidades de entalla utilizando el método de elementos finitos (MEF) mediante el programa comercial ABAQUS 6.10.2.

La malla empleada para reproducir la muestra de la figura 2 es tridimensional, si bien sus dos planos de simetría especular permiten llevar a cabo la modelización reproduciendo únicamente la cuarta parte de la muestra. El efecto del resto de la muestra se introduce en el modelo de elementos finitos imponiendo que los desplazamientos de los nodos situados en los planos de simetría sean paralelos al plano respectivo. El proceso de carga se modeliza aplicando en el extremo circular de la muestra una componente de desplazamiento creciente y uniforme en la dirección del eje del alambre.

La malla construida es de tipo semiestructurado y consta de 21142 elementos tetraédricos de segundo orden de 10 nodos. Como puede verse en la figura 3, la zona más refinada es la de sección rectangular, por ser en ella donde debe tener lugar el fallo por agotamiento plástico. La arista de los elementos empleado en esta zona no supera en ningún caso 0,25 mm. El algoritmo de cálculo empleado tiene en cuenta los cambios de geometría debidos a la deformación.

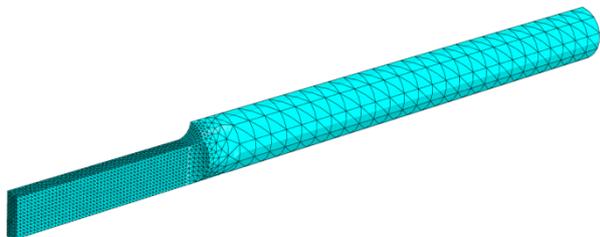


Figura 3. Malla del modelo de elementos finitos.

La ecuación constitutiva empleada para los elementos finitos es la de un material elastoplástico e isotrópico, que responde al criterio de plastificación de von Mises y a la plas-

ticidad de Prandtl-Reuss, con la curva tensión-deformación plástica (1). El módulo de elasticidad adoptado es el de la tabla 2, y el coeficiente de Poisson 0,30.

### 4. RESULTADOS

Los resultados numéricos y experimentales se comparan en las figuras 4 y 5. La figura 4 muestra en códigos de color los campos de la deformación equivalente de von Mises calculado y medido cuando se produce el agotamiento plástico de la muestra, es decir, cuando tiene lugar el máximo de la carga que requiere el alargamiento creciente impuesto a la muestra.

La similitud cualitativa y cuantitativa de los dos campos es notoria, y en consecuencia el modelo computacional predice correctamente la zona de formación de la estricción, en el tramo de la muestra con sección rectangular, cerca de la transición a la sección circular. El comienzo de la transición proporciona la irregularidad geométrica necesaria para que la inestabilidad resistente causada por el agotamiento plástico se localice y la estricción se desarrolle.

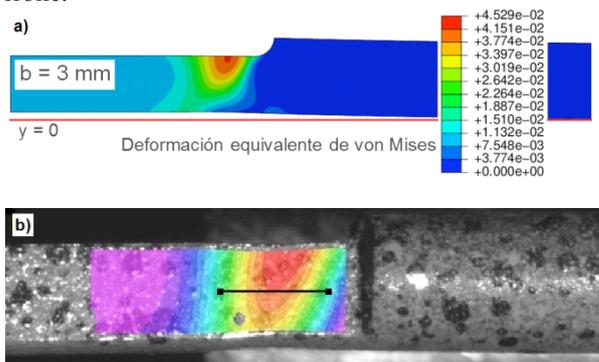


Figura 4. Campos de la deformación equivalente de von Mises bajo carga máxima: a) MEF, b) VIC-2D.

Las curvas carga-alargamiento 3 y 4 de la figura 5 corresponden al registro del ensayo de flexo-tracción y a los resultados obtenidos con el modelo de elementos finitos. El alargamiento representado en el eje de abscisas es el de la base de medida de 3 mm de longitud ubicada en la zona de inestabilidad como indica la figura 4b. A este respecto, las opciones de postproceso computacional y experimental que respectivamente ofrecen los métodos MEF y VIC-2D son comparables. La curva 1 carga-alargamiento incluida en la figura 1 es experimental y corresponde al tramo de la sección rectangular del alambre en ausencia de momento flector. Las curvas obtenidas con el modelo computacional corresponden a cuatro de las ocho profundidades de entalla modelizadas (valores del ligamento resistente  $b$  de 3,7; 3,5; 3,25; 3,0; 2,75; 2,5; 2,25 y 2,0 mm)

La coincidencia de las dos curvas es evidente. Las diferencias en los valores de la carga máxima y del alargamiento correspondiente son inferiores al 1,4 y al 9 %, respectivamente. Estos datos confirman la fiabilidad del modelo computacional para predecir el fallo por agotamiento plástico a flexotracción del acero estudiado.

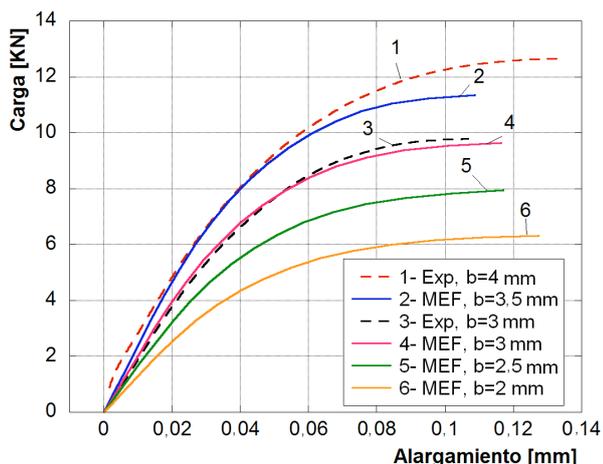


Figura 5. Curvas carga-desplazamiento hasta carga máxima.

El modelo computacional se ha empleado para calcular la carga de agotamiento en función de la profundidad de entalla para el tipo de entalla mostrada en la figura 2. La sección transversal de la entalla está sometida a flexotracción debido a la excentricidad de la línea de carga respecto al centro de la sección, pero el tramo de alambre de sección rectangular se curva debido al momento flector y sus secciones se desplazan transversalmente. Con ello, la excentricidad de la línea de carga varía y el momento flector resulta alterado por un efecto de segundo orden, pero cuantitativamente significativo en régimen de plasticidad extendida. Para valorar la importancia de este efecto a lo largo del proceso de carga, se ha calculado la evolución del momento flector  $M$  y del esfuerzo axial  $F$  de la sección rectangular (figura 6) a través del cociente entre las tensiones máximas que origina cada esfuerzo en la sección rectangular cuando el material es hookeano.

$$k = \frac{6M}{bF} \quad (2)$$

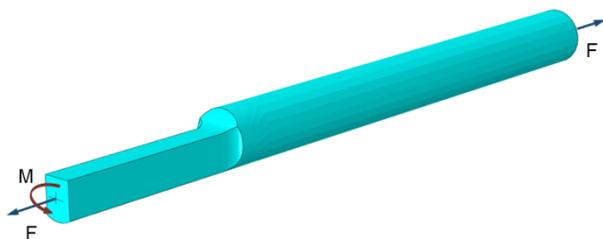


Figura 6. Esfuerzo axial y momento flector en la sección rectangular del alambre.

En la figura 7 se ha representado el factor de flexo-tracción  $k$  en función del nivel de carga (carga referida a la carga máxima) para las diferentes profundidades de entalla modelizadas.

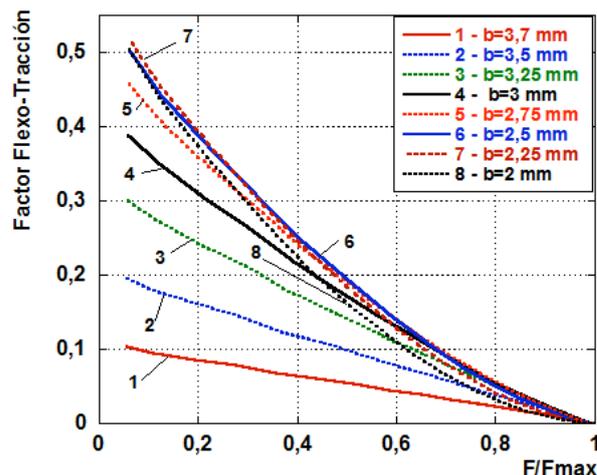


Figura 7. Evolución del factor de flexo-tracción en el proceso de carga para las diferentes profundidades de entalla.

En todos los casos el factor  $k$  es máximo al comienzo del proceso de carga, cuando el tramo del alambre sometido a flexotracción se encuentra en régimen elástico. No obstante, incluso en este régimen, los cambios de geometría debidos a la flexión influyen en el momento flector y hacen que los valores del factor de flexotracción se desvíen sensiblemente del valor  $3a/b$  que predice la teoría de vigas para sección rectangular.

El factor de flexotracción decrece a medida que el nivel de carga aumenta, hasta anularse cuando se alcanza el nivel máximo de carga. Este resultado concuerda con el hecho de que la excentricidad del tramo rectangular del alambre disminuye con el nivel de carga, al curvarse el tramo y desplazarse la sección hacia la línea de carga: la entalla queda en la parte convexa y la cara que prolonga el tramo cilíndrico en la parte cóncava.

En la figura 8 se ha representado el valor del factor de flexo-tracción en función de la profundidad  $a$  de entalla relativa al diámetro  $2R$  del alambre, para los niveles de carga del 0, 20, 40, 60, 80 y 100 % de la carga máxima. Como ya se ha indicado la flexión es prácticamente inexistente bajo carga máxima. El nivel 0% corresponde a la teoría clásica de vigas, es decir, para niveles de carga que no producen no linealidades geométricas ni de material. La convergencia de este límite con los resultados obtenidos mediante el modelo computacional es muy lenta debido a que la esbeltez del alambre entallado da lugar a desplazamientos transversales importantes en régimen de pequeñas deformaciones.

El alambre entallado alcanza su máximo nivel de carga y se agota plásticamente cuando el momento flector de la sección rectangular se anula. El agotamiento tiene lugar con la sección bajo carga de tracción únicamente, pero el campo de tensiones a que se halla sometida es el resultado de un proceso de flexotracción en el que la carga de flexión disminuye paulatinamente.

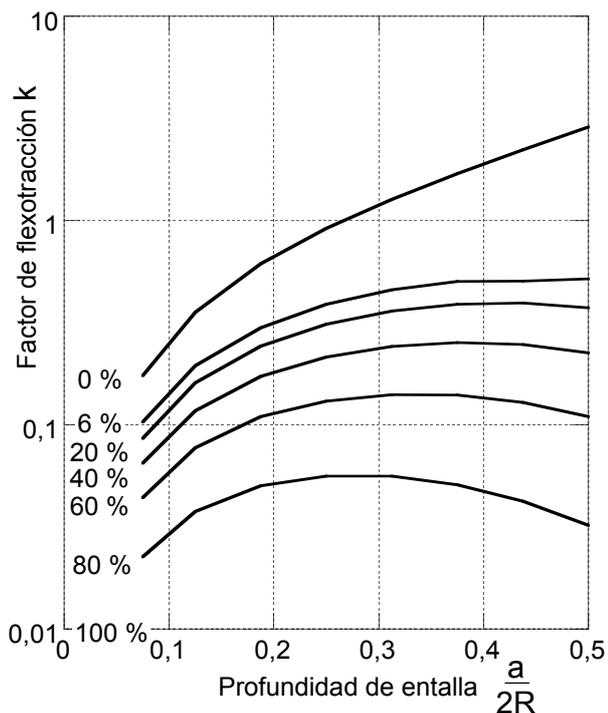


Figura 8. Factor de flexo-tracción en función de la profundidad de entalla y del nivel de carga.

El efecto que este proceso tiene sobre la carga de agotamiento puede cuantificarse comparando los valores de ésta deducidos del modelo computacional con los valores límite correspondientes al agotamiento de la sección rectangular sometida a tracción simple. El cociente entre ambas cargas es una medida de la tolerancia de los alambres al daño representado por entallas que sólo originan pérdidas asimétricas de sección resistente, y no concentraciones de tensión significativas.

La figura 9 muestra la carga de agotamiento de los alambres entallados  $F_m$  en función de la profundidad  $a$  de entalla, ambas adimensionalizadas. Las unidades empleadas respectivamente empleadas para  $a$  y  $F_m$  son el diámetro  $2R = 4 \text{ mm}$  del alambre y la carga de agotamiento a tracción simple  $F_0$  de la sección rectangular cuando la profundidad de entalla es nula ( $B \times (2R) = 2 \times 4 \text{ mm}^2$ ). De acuerdo con la resistencia a tracción de la tabla 2, se tiene:

$$F_0 = (2R)BR_p = 4 \cdot 2 \cdot 1660 = 13280 \text{ N} \quad (3)$$

Los resultados de la figura 9 pueden ajustarse mediante una relación lineal con un coeficiente de correlación de 0,999:

$$\frac{F_{\max}}{F_0} = 1,02 - 1,03 \frac{a}{2R} \quad (4)$$

La carga máxima límite  $F_L$  de un alambre con profundidad de entalla  $a$  y ligamento de anchura  $b$  es la que resiste a tracción simple una sección rectangular del mismo material y de dimensiones  $B \times b$ , esto es:

$$F_L = bBR_p = (2R - a)BR_p \quad (5)$$

y adimensionalizada en los mismos términos que  $F_{\max}$ :

$$\frac{F_L}{F_0} = \frac{2R - a}{2R} = 1 - \frac{a}{2R} \quad (6)$$

Las ecuaciones (4) y (6) difieren en un 2%. La tolerancia al daño de los alambres entallados del acero inoxidable dúplex trefilado alcanza su valor límite, toda vez que  $F_{\max}$  y  $F_L$  coinciden.

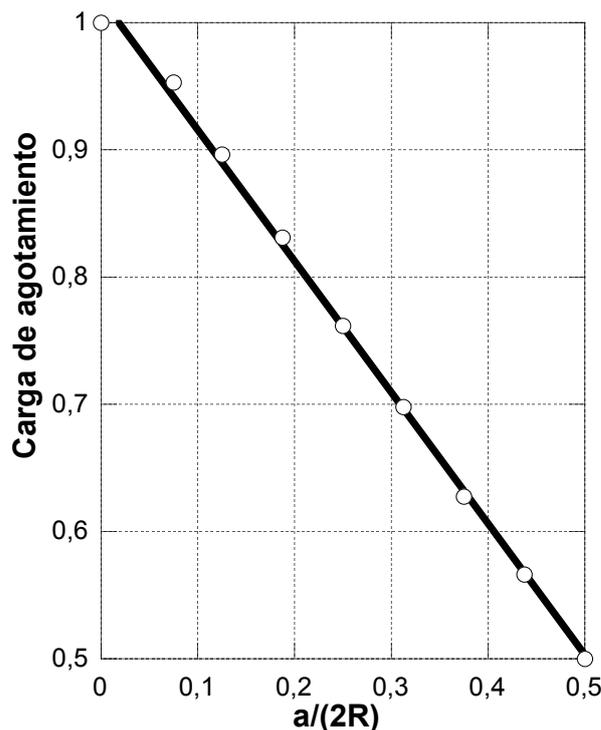


Figura 9. Carga de agotamiento plástico de los alambres entallados en función de la profundidad de entalla.

### 5. CONCLUSIONES

La tolerancia al daño que presenta el alambre trefilado de acero inoxidable dúplex cuando el daño consiste en una pérdida asimétrica de sección resistente es la máxima posible, ya que la fuerza de tracción necesaria para producir su agotamiento plástico coincide con la que agota plásticamente la sección resistente por tracción simple. Este resultado complementa el obtenido anteriormente por los autores verificando la alta tolerancia de estos aceros al daño mucho más severo resultante de la fisuración por fatiga.

La modelización computacional del proceso de carga llevada a cabo aplicando el método de los elementos finitos revela que el momento flector debido a la asimetría disminuye progresivamente sin que la historia de tensiones que genera afecten a la capacidad resistente última de la sección.

## AGRADECIMIENTOS

Esta investigación es parte del proyecto BIA2008-06705-C02-01 subvencionado por el Ministerio de Ciencia e Innovación. Los autores agradecen a INOXFIL S.A. el suministro del acero inoxidable trefilado.

## REFERENCIAS

- [1] U. Nurnberger, Y. Wu: *Stainless steel in concrete structures and in the fastening technique*, Materials and Corrosion, 59(2) (2008), 144-158.
- [2] A. Valiente y M. Iordachescu. "Damage tolerance of cold drawn ferritic-austenitic stainless steels wires for prestressed concrete". Construction and Buildings Materials, 36 (2012) 874-880.
- [3] Hill, R. *The mathematical theory of plasticity*. 1<sup>st</sup> ed. Oxford: Clarendon Press, 1950, 292-294.
- [4] Swift, H. W., *Plastic bending under tension*. Engineering, pp. 333-357, 1948.
- [5] Zhou, Q., *Analysis of plane strain necking and fracture in strain hardening materials*, Ph.D. Thesis, Boston (Massachusetts, USA), 1994.
- [6] M. Iordachescu, A. Valiente, L. Caballero, D. Iordachescu, J. A. Porro, J.L. Ocaña, *Laser shock processing influence on local properties and overall tensile behavior of friction stir welded joints*, Surf. Coat. Tech., **206** (8-9) (2012) 2422-2429.
- [7] UNE-EN 10088-1:2006 Aceros inoxidables-Parte 1.

## EFFECTO DE LA CONSTRICCIÓN EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE CHAPAS DE FUERTE ESPESOR DE ACEROS CrMoV: CURVAS J-R MODIFICADAS

T.E. García \*, C. Rodríguez, F.J. Belzunce

IUTA, Universidad de Oviedo. Edificio Departamental Oeste nº 7, Campus Universitario. 33203, Gijón, España.

\*E-mail: [garciatomas@uniovi.es](mailto:garciatomas@uniovi.es)

### RESUMEN

La caracterización convencional a fractura de un acero estructural se realiza en condiciones excesivamente conservadoras, puesto que las longitudes de grieta utilizadas (excesivamente profundas), así como la condición de deformación plana, propician un estado de triaxialidad elevada (altos valores de constricción en el frente de grieta), con la consiguiente disminución de la tenacidad a fractura,  $J_{IC}$ .

El presente trabajo analiza el efecto que tiene sobre las curvas J-R y sobre el parámetro  $J_{IC}$  la variación de la constricción. El material utilizado ha sido un acero microaleado CrMoV, empleado en la construcción de depósitos de fuerte espesor para crackeo de petróleo. Además de caracterizar el material a fractura en el caso de grietas largas,  $a/W = 0.5$  (siendo  $a$  la longitud de grieta y  $W$  el ancho), se han realizado ensayos para relaciones  $a/W$  de 0.25 y 0.1. Los resultados obtenidos ponen de manifiesto la necesidad de incluir en el cálculo de las curvas de comportamiento a fractura los efectos de la constricción, de cara a realizar diseños menos conservadores y conseguir el máximo aprovechamiento del material.

### ABSTRACT

The conventional fracture characterization of structural steels give us very conservative values of fracture toughness,  $J_{IC}$ , since deeply cracked specimens and plane strain conditions are used. This conditions give way to a high triaxiality (high crack tip constraint) conditions.

The present paper analyses the effect of different constraint conditions over the fracture behaviour of a structural steel. A CrMoV microalloyed steel (used on the manufacturing of vessels for fuel cracking) was tested for different  $a/W$  ratios: 0.5, 0.25 and 0.1 (being  $a$  the crack length and  $W$  the specimen width). Results obtained showed the constraint effect on fracture toughness, being necessary to include this effect when assessing the J-R curve, in order to achieving less conservative values of  $J_{IC}$  and taking advantage of the whole mechanical properties of the material.

**PALABRAS CLAVE:** Curvas J-R, Constricción, aceros CrMoV.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las altas exigencias de los depósitos para crackeo de petróleo, que deben trabajar a elevadas presiones y temperaturas, hacen necesaria la utilización de paredes de fuerte espesor, que pueden llegar incluso hasta los 300 mm. Además, al trabajar en contacto con hidrocarburos, deben estar fabricados de aceros resistentes a la fragilización por hidrógeno, pero que mantengan propiedades de soldabilidad adecuadas. Para satisfacer estas necesidades, se ha desarrollado la familia de aceros CrMoV [1].

El cálculo de las propiedades mecánicas a fractura juega un papel muy importante en el diseño y la fabricación de este tipo de equipos. Dicho cálculo suele estar basado en la obtención de un único parámetro, que en el caso de comportamiento elasto-plástico es la integral  $J$  o el CTOD (crack tip opening displacement). Las actuales

metodologías de cálculo de elementos estructurales en presencia de defectos se basan en curvas de diseño que representan la evolución de estos parámetros en función del tamaño del defecto, y ofrecen un criterio simplificado y conservador [2,3]. Las diferentes normativas para obtener la tenacidad a fractura de un material, como pueden ser la americana, ASTM [4] o la europea, ESIS [5], imponen el ensayo de probetas con grieta profunda para asegurar un estado tensional altamente triaxial (elevada constricción), y que la zona plástica en el frente de grieta sea lo suficientemente pequeña como para estar en niveles de cedencia a pequeña escala (small scale yielding, SSY). Sin embargo, los defectos presentes en elementos estructurales reales son habitualmente pequeñas grietas superficiales generadas durante el proceso de fabricación o durante el servicio. Es bien sabido que la configuración de este tipo de defectos presenta condiciones de menor constricción que las

configuraciones de probeta recogidas en las normas. Por este motivo, los cálculos de tenacidad a fractura basados en dichas normas conducen a valores extremadamente conservadores, incrementando por ello los costes de material, fabricación, mantenimiento, etc.

Existen diferentes formas de definir la constricción en el frente de grieta. Una de las más comunes consiste en un parámetro denominado triaxialidad, definido como la relación entre la tensión hidrostática y la tensión efectiva de Von Mises ( $\sigma_h/\sigma_e$ ). Otros parámetros son la tensión  $T$  [6] o el parámetro  $Q$  [7,8]. Mientras que la tensión  $T$  es un parámetro elástico que caracteriza el efecto de la constricción geométrica, el parámetro  $Q$  es una medida directa de los campos de tensión elasto-plástica, y describe la desviación del campo de tensiones en una posición específica del frente de grieta,  $\sigma_{\theta\theta}$ , respecto a una distribución de tensión de referencia de cedencia a pequeña escala (SSY), con  $T=0$ . El parámetro  $Q$  está aceptado como la solución general de una grieta profunda en una probeta con dimensiones infinitas. Su definición se muestra en la expresión (1):

$$Q = \frac{\sigma_{\theta\theta} - (\sigma_{\theta\theta})_{SSY, T=0}}{\sigma_0} \text{ en } \frac{r\sigma_0}{J}, \theta = 0 \quad (1)$$

siendo  $\sigma_0$  el límite elástico del material y  $r$  y  $\theta$  las coordenadas polares tomando como origen la punta de la grieta. O'Dowd y Shih [7] demostraron que, al menos en condiciones de SSY,  $Q$  y  $T$  están relacionados unívocamente.

La tensión  $T$  es la componente de la tensión en la punta de la grieta en una dirección paralela a la propagación de la misma, y caracteriza el efecto de la constricción geométrica por medio del llamado parámetro de biaxialidad,  $\beta$ . Puede ser definida mediante la siguiente expresión:

$$T = \frac{\beta_i K_i}{\sqrt{\pi a_i}} \quad (2)$$

donde  $\beta_i$  es el parámetro de biaxialidad, dependiente de la geometría considerada,  $K_i$  es el factor de intensidad de tensiones correspondiente y  $a_i$  la longitud de la grieta.

Aunque la tensión  $T$  está derivada de un análisis elástico lineal y, teóricamente, el principio de la tensión  $T$  deja de ser válido bajo cedencia a gran escala (large scale yielding, LSY), diferentes autores [9,10] han comprobado que la tensión  $T$  es capaz de describir la triaxialidad de tensiones cerca de la punta de la grieta, aun estando en LSY. La tensión  $T$  ha sido utilizada en trabajos recientes para la modelización de curvas R [11].

La determinación de la tensión  $T$  para geometrías de probeta estándar es muy fácil y directa. En el presente trabajo se utiliza este parámetro para describir el nivel

de constricción de diferentes configuraciones empleadas para la caracterización a fractura de un acero CrMoV.

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

El material utilizado en este trabajo ha sido un acero 2.25Cr1Mo0.25V, tipo SA 542, Grado D-clase 4, habitualmente utilizado en la fabricación de recipientes a presión sujetos a elevados requerimientos de presión y temperatura.

El acero, suministrado en forma de chapa de unos 110mm de espesor había sido normalizado a 950°C y posteriormente templado (a 925°C) y revenido a 720°C durante 3 horas. La composición química del acero se muestra en la tabla 1, mientras que la tabla 2 recoge sus propiedades mecánicas a tracción a temperatura ambiente. Los ensayos de tracción se realizaron de acuerdo con la norma [ ] sobre probetas cilíndricas standard extraídas tanto en la dirección de laminación (L) como en dirección transversal (T) y del espesor (Z), mostrando un comportamiento muy similar en todas las direcciones.

Tabla 1. Composición química del acero

%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	%Ni
0.15	0.09	0.52	2.17	1.06	0.31	0.19

Tabla 2. Propiedades mecánicas a tracción

E (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	A (%)
210	601	710	20

La figura 1 muestra la microestructura de este acero, formada por ferrita, bainita y martensita, y con la presencia de pequeños carburos dispersos.

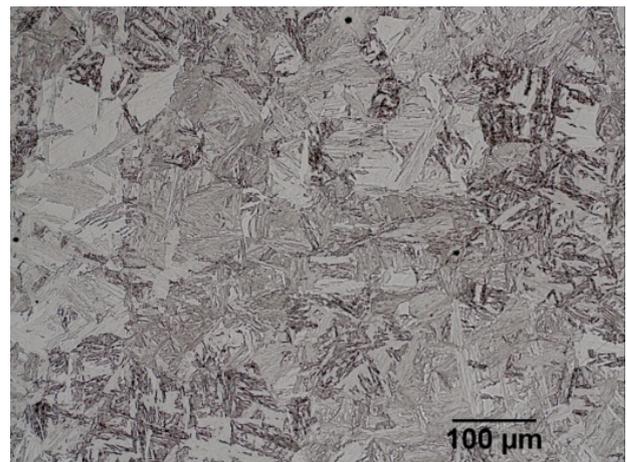


Figura 1. Microestructura del acero SA 542 Grado D-clase 4

La caracterización a fractura se realizó a través de la determinación de la curva J-R del material. Para ello se emplearon probetas de flexión en tres puntos, SE(B), con un ancho,  $W$ , de 50 mm y un espesor,  $B$ , de 25 mm.

Para analizar el efecto de la constricción geométrica, se emplearon tres longitudes de grieta ( $a$ ) diferentes:  $a/W = 0.1, 0.25$  y  $0.5$ . Se ensayaron al menos 3 probetas por cada relación  $a/W$ , utilizando el método de la flexibilidad recogido en la norma ASTM E1820 [4].

Teniendo en cuenta la imprecisión de las medidas indirectas de crecimiento de grieta,  $\Delta a$ , del método de la flexibilidad, especialmente para relaciones  $a/W$  por debajo de  $0.5$ , los resultados obtenidos por este método, fueron corregidos de modo que los valores inicial y final predichos por el extensómetro se ajustasen a las medidas reales de grieta inicial ( $a_0$ ) y final ( $a_f$ ) de cada ensayo. Los valores reales de la longitud inicial y final de la grieta fueron obtenidos sobre la superficie de fractura de la probeta una vez ensayada utilizando un proyector de perfiles.

Las curvas J-R resultantes para cada longitud de grieta fueron ajustadas mediante la siguiente expresión:

$$J(\Delta a) = C_1(\Delta a)^{C_2} \quad (3)$$

Para la estimación de la longitud de grieta en función de la flexibilidad de cada descarga (i), se utilizó la expresión (4), propuesta por Joyce [12] y válida para  $a/W < 0.5$ :

$$\frac{a}{W} = 1.01878 - 4.5367u + 9.0101u^2 - 27.333u^3 + 74.4u^4 - 71.489u^4 \quad (4)$$

donde

$$u = \frac{1}{\sqrt{\frac{B_e W E C_i}{S/4} + 1}} \quad (5)$$

$$B_e = B - \frac{(B - B_n)^2}{B} \quad (6)$$

$$C_i = \frac{\Delta v_{mi}}{\Delta P_i} \quad (7)$$

siendo  $B_n$  el espesor neto,  $S$  la distancia entre apoyos,  $v_m$  la abertura de la boca de la entalla (CMOD) y  $P$  la carga aplicada.

La integral  $J$  fue calculada según las indicaciones de la norma ASTM [4], como suma de una parte elástica ( $J_{el}$ ) y una parte plástica ( $J_{pl}$ ):

$$J_{el} = \frac{K_i^2(1 - \nu^2)}{E} \quad (8)$$

$$J_{pl_i} = \left[ J_{pl_{i-1}} + \left( \frac{\eta_{i-1}}{b_{i-1}} \right) \frac{(P_i + P_{i-1})(v_{pl_i} - v_{pl_{i-1}})}{2B_N} \right] \cdot \left[ 1 - \gamma_{i-1} \frac{a_i - a_{i-1}}{b_{i-1}} \right] \quad (9)$$

siendo  $K_i$  el factor de intensidad de tensiones,  $b_i$  el valor del ligamento resistente,  $v_{pl_i}$  la parte plástica del desplazamiento y  $\eta_i$  y  $\gamma_i$  los coeficientes plásticos correspondientes a la  $i$ -ésima descarga.

En función de la longitud de grieta,  $\eta_i$  toma los siguientes valores [12]:

$$\begin{aligned} \text{Si } a/W < 0.325: \\ \eta_i = 0.315 + 8.926 \left( \frac{a_i}{W} \right) - 11.433 \left( \frac{a_i}{W} \right)^2 \end{aligned} \quad (10)$$

$$\begin{aligned} \text{Si } a/W \geq 0.325: \\ \eta_i = 2 \end{aligned}$$

El factor  $\gamma$ , también dependiente de la longitud de grieta, toma los siguientes valores [12]:

$$\begin{aligned} \text{Si } a/W < 0.25: \quad \gamma_i = 0 \\ \text{Si } 0.25 \leq a/W < 0.325: \\ \gamma_i = -12.769 + 79.976 \left( \frac{a_i}{W} \right) - 115.722 \left( \frac{a_i}{W} \right)^2 \end{aligned} \quad (11)$$

$$\text{Si } a/W \geq 0.325: \quad \gamma_i = 1$$

Por otro lado, el parámetro de biaxialidad,  $\beta$ , utilizado para calcular la tensión  $T$ , se calcula mediante la expresión 12, válida para  $0.05 < a_i/W < 0.7$  y condiciones de deformación plana [13].

$$\beta_i = -0.462 + 0.461 \left( \frac{a_i}{W} \right) + 2.47 \left( \frac{a_i}{W} \right)^2 \quad (12)$$

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Curvas J-R experimentales

La figura 2 muestra las curvas J-R obtenidas experimentalmente y ajustadas de acuerdo con la expresión (3) para las tres relaciones  $a/W$ . evaluadas. Los resultados obtenidos en función de la geometría evidencian el efecto de la constricción sobre la tenacidad a fractura. No sólo los valores  $J$  de inicio de crecimiento estable se incrementan al disminuir la longitud de grieta, sino que además se incrementa la pendiente de las curvas, lo que provoca que las diferencias entre los valores de  $J$  aumenten con el crecimiento de grieta. Este hecho se pone de manifiesto en la tabla 3, que muestra los valores de  $J_{0.2}$ ,  $J_{0.5}$  y  $J_{1.0}$  (valores correspondientes a crecimientos de grieta de 0.2, 0.5 y 1 mm respectivamente, de acuerdo con [5]), frente a la relación  $a/W$ .

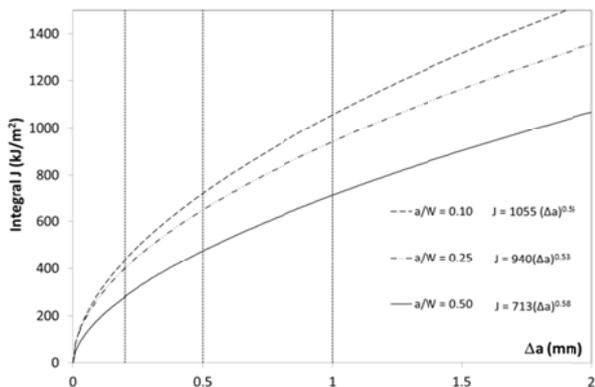


Figura 2. Curvas J-R para diferentes relaciones a/W

Tabla 3. Integral J para diferentes valores de crecimiento de grieta

a/W	0.10	0.25	0.5
$J_{0.2}$ (kJ/m <sup>2</sup> )	435	401	280
$J_{0.5}$ (kJ/m <sup>2</sup> )	721	651	477
$J_{1.0}$ (kJ/m <sup>2</sup> )	1055	940	713

La figura 3 muestra la relación existente entre  $J_{0.2}$ ,  $J_{0.5}$  y  $J_{1.0}$  y la tensión  $T$  normalizada,  $\tau$  ( $\tau = T/\sigma_y$ ). Los valores de  $J$  en el inicio de crecimiento estable ( $J_{0.2}$ ) o después de algún valor de crecimiento concreto ( $J_{0.5}$  y  $J_{1.0}$ ) son muy dependientes de la constricción geométrica, con valores de  $J$  significativamente superiores cuanto más negativa sea la tensión  $T$  (baja constricción). Se observa por tanto que los valores de  $J$  obtenidos mediante probetas estándar, con longitud de grieta profunda, conlleva valores de  $J$  extremadamente conservadores a la hora de predecir el comportamiento a fractura de componentes en condiciones de baja constricción.

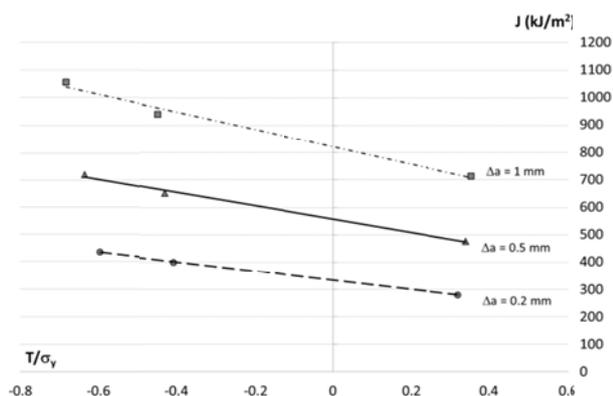


Figura 3. Relación entre  $J$  y la tensión  $T$  normalizada para diferentes extensiones de grieta

Los puntos experimentales representados en la figura 3 pueden ser ajustados mediante las siguientes expresiones:

$$J_{0.2} = -169.48\tau + 335.61 \quad (R^2=0.9997) \quad (13)$$

$$J_{0.5} = -247.69\tau + 564.73 \quad (R^2=0.9924) \quad (14)$$

$$J_{1.0} = -328.62\tau + 839.66 \quad (R^2=0.9826) \quad (15)$$

La figura 4 muestra las superficies de fractura de tres probetas con relaciones  $a/W = 0.50, 0.25$  y  $0.10$ . Se pueden observar perfectamente, tras el tintado térmico y posterior rotura por fatiga, las zonas delimitadas por la entalla, la grieta generada en la fatiga previa al ensayo ( $a_0$ ) y la zona de crecimiento dúctil generada durante el ensayo  $J$ .



Figura 4. Superficies de fractura de probetas con  $a/W = 0.50, 0.25$  y  $0.10$

### 3.1 Curvas J-R modificadas

El efecto de la constricción puede ser incluido en la curva J-R utilizando la metodología propuesta por Zhou [11], que tiene en cuenta el nivel de constricción en la punta de la grieta a través de la tensión  $\tau$ . Para ello se expresa la evolución de la integral  $J$  conforme la grieta crece como una ley potencial del tipo de la standard (ecuación 3), pero en la que los coeficientes  $C_1$  y  $C_2$  variarán con  $\tau$ . De esta manera la expresión (3) se transforma en:

$$J(\Delta a, \tau) = C_1(\tau)(\Delta a)^{C_2(\tau)} \quad (16)$$

Para determinar las funciones  $C_1(\tau)$  y  $C_2(\tau)$  de la expresión 16, se deben conocer los valores de la integral  $J$  para dos crecimientos de grieta diferentes,  $\Delta a_1$  y  $\Delta a_2$ . La evolución de la integral  $J$  frente a  $\tau$  ha sido representada en la figura 3 para tres valores diferentes de  $\Delta a$  (0.2, 0.5 y 1.0 mm), y estos puntos fueron ajustados linealmente mediante las expresiones 13-15.

Asumiendo que la integral  $J$  en dos valores de  $\Delta a$  viene dada por:

$$J_{\Delta a_1} = C_1(\tau)(\Delta a_1)^{C_2(\tau)} \quad (17a)$$

$$J_{\Delta a_2} = C_1(\tau)(\Delta a_2)^{C_2(\tau)} \quad (17b)$$

$C_1(\tau)$  y  $C_2(\tau)$  pueden ser determinadas como:

$$C_1(\tau) = \frac{J_{\Delta a_2}(\tau)}{(\Delta a_2)^{C_2(\tau)}} \quad (18a)$$

$$C_2(\tau) = \frac{\ln[J_{\Delta a_2}(\tau)/J_{\Delta a_1}(\tau)]}{\ln[\Delta a_2/\Delta a_1]} \quad (18b)$$

Obviamente,  $C_1(\tau)$  y  $C_2(\tau)$  dependerán de los valores de  $\Delta a_1$  y  $\Delta a_2$  seleccionados. Dichos valores deben ser mayores de 0.2 mm, puesto que en esta región hay una importante dispersión de resultados cuando se utiliza el método de la flexibilidad para obtener las longitudes de grieta [14]. También deben ser menores de 1 mm, para evitar una extensión de grieta excesiva. El valor de ambas funciones fue analizado utilizando dos pares diferentes de valores de  $\Delta a$ : el par  $\Delta a_1 = 0.2$  mm,  $\Delta a_2 = 1$  mm y el par  $\Delta a_1 = 0.2$  mm y  $\Delta a_2 = 0.5$  mm.

Utilizando  $\Delta a_1 = 0.2$  mm y  $\Delta a_2 = 1$  mm, se obtienen las siguientes funciones:

$$C_1(\tau) = -328.62\tau + 839.66 \quad (19a)$$

$$C_2(\tau) = 0.029\tau^2 + 0.073\tau + 0.570 \quad (19b)$$

Por su parte, para  $\Delta a_1 = 0.2$  mm y  $\Delta a_2 = 0.5$  mm, se obtiene:

$$C_1(\tau) = -325.41\tau + 837.36 \quad (20a)$$

$$C_2(\tau) = 0.031\tau^2 + 0.075\tau + 0.568 \quad (20b)$$

Ambos resultados son muy similares, por lo que podríamos utilizar cualquiera de las funciones para obtener la curva J-R modificada.

Las figuras 5, 6 y 7 recogen las curvas J-R modificadas obtenidas para los valores de constricción correspondientes a las relaciones  $a/W = 0.10$ ,  $0.25$  y  $0.50$ , respectivamente. En estas figuras también se incluyen las curvas obtenidas experimentalmente. El ajuste obtenido entre ambos tipos de curvas resulta francamente bueno, lo que promueve la utilización de la metodología descrita en este trabajo, cuando se desee tener en cuenta el efecto de la constricción en la evaluación de la integridad estructural de elementos fabricados con este tipo de acero.

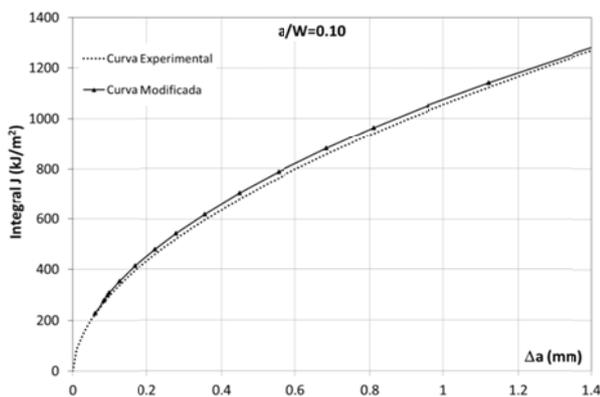


Figura 5. Comparativa entre la curva J-R predicha y la obtenida experimentalmente para  $a/W=0.10$

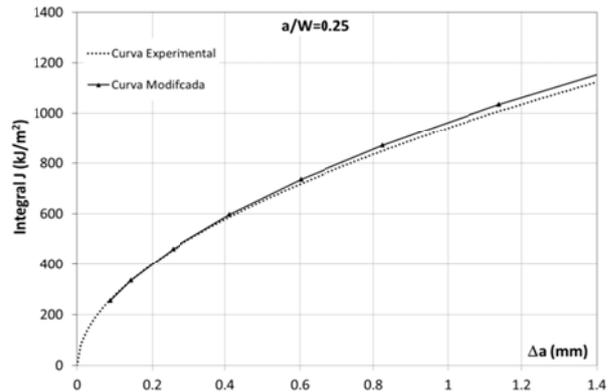


Figura 6. Comparativa entre la curva J-R predicha y la obtenida experimentalmente para  $a/W=0.25$

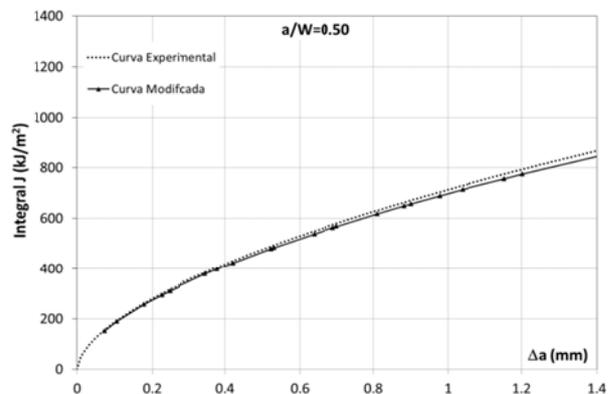


Figura 7. Comparativa entre la curva J-R predicha y la obtenida experimentalmente para  $a/W=0.50$

#### 4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha analizado el efecto de la constricción en el comportamiento a fractura de un acero estructural 2.25Cr1Mo0.5V a través de la determinación experimental de las curvas J-R utilizando probetas tipo SE(B) con diferentes relaciones  $a/W$ .

Las curvas J-R de las probetas con grietas pequeñas siempre muestran una mayor pendiente y por tanto un mayor valor de J de iniciación que las obtenidas con probetas estándar. En consecuencia, si se desean realizar predicciones precisas sobre el comportamiento a fractura de elementos estructurales fabricados con aceros como el analizado en este trabajo, se deberá tener en cuenta el efecto de la constricción, calculando el valor de J correspondiente al nivel de constricción real en dicho elemento. De otra manera, se estarán obteniendo predicciones de tenacidad demasiado pesimistas y conservadoras.

### AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación concedida por el Ministerio de Economía y Competitividad (proyecto MAT2011-28796-C03-03) y por la Consejería de Educación y Ciencia del Principado de Asturias (proyecto IB08-112C2).

### REFERENCIAS

- [1] Koers R.W.J., *Hydrogen assisted crack growth in the wall of pressure vessels made of conventional and V-modified steels*, 2° Creusot-Loire Industry workshop, Chateau de Gilly, Francia, Octubre 1998, 44-60.
- [2] BSI, *Guide on methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures. BS 7910*, 1999.
- [3] API, *Recommended practice for fitness-for-service. RP-579*, 2000.
- [4] ASTM, *Standard test method for measurement of fracture toughness. ASTM E1820-08a*, 2008.
- [5] ESIS. *Procedure for determining the fracture behaviour of materials. ESIS P2-92*, 1992.
- [6] Betegón, C., Hancock, JW. *Two parameter characterization of elastic-plastic crack-tip fields. J Appl Mech*, Vol 39, pp. 104-110, 1991.
- [7] O'Dowd, NP., Shih, CF. *Family of crack-tip fields characterized by a triaxiality parameter – I structures of fields. J Mech Phys Solids*, Vol 39, pp. 989-1015, 1992.
- [8] O'Dowd, NP., Shih, CF. *Family of crack-tip fields characterized by a triaxiality parameter – II fracture applications. J Mech Phys Solids*, vol 40, pp. 939-963, 1992.
- [9] Parks, DM. *Advances in characterization of elastic-plastic crack-tip fields. Topics of Fracture and Fatigue*, pp: 59-98, 1992.
- [10] Betegón, C., Peñuelas I. *A constraint based parameter for quantifying the crack tip stress fields in welded joints. Engn Fract Mech*, vol 73, pp: 1867-1877, 2006.
- [11] Zhou, DW. *Measurement and modelling of R-curves for low constraint specimens. Engn Fract Mech*, vol 78, pp: 605-622, 2011.
- [12] Joyce, JA. *J-resistance curve of short crack bend specimens using unloading compliance: Fracture Mechanics: twenty-second symposium*, ASTM SPT 1131, pp: 904-924, 1992.
- [13] Hancock JW, Reuter WG, Parks DM. *Constraint and toughness parameterized by T: Constraint effects in fracture*, ASTM STP-1171, pp: 21-40, 1993.
- [14] Tosal L., Rodríguez C., Belzunce F.J., Betegón C. *Comparison of the static and dynamic fracture behaviour of an AE-460 structural steel. Engn Fract Mech*, vol 66, pp: 537-549, 2000.

## PATRÓN DE FISURACIÓN EN UN APEO DE UNA PARED ASIMÉTRICA DE OBRA

L. Calderón<sup>1,\*</sup>, J. Maristany<sup>1</sup> y A. Albareda<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Doctora Arquitecta del Departamento de Estructuras en la Arquitectura, Escuela Técnica Superior de Arquitectura de Barcelona, UPC, Av. Diagonal 649; 08028

\*E-mail: [lucrecia.calderon@upc.edu](mailto:lucrecia.calderon@upc.edu)

### RESUMEN

Una parte importante del parque edificado español está formado por estructuras portantes constituidas por obra de fábrica, en las que se tiene que realizar la apertura de nuevos huecos (apeos), que afectan al conjunto.

El objetivo de esta comunicación es presentar el desarrollo de los diferentes patrones de fisuración, cuando se ejecuta un apeo en una pared con posición asimétrica. La metodología utilizada está basada en un comportamiento “elástico lineal” de acuerdo con otros investigadores y es necesario conocer las características mecánicas del material. Ésta ha sido comprobada haciendo el estudio de modelos sencillos y de casos reales de edificios colapsados, y obteniéndose resultados bastante precisos.

Los patrones obtenidos resultan importantes en el campo de la rehabilitación, por ayudar a la interpretación de su comportamiento. No sólo a nivel local, donde se ejecuta la apertura de un nuevo hueco, sino en su conjunto; pudiendo llegar a predecir los puntos más débiles y prevenir futuras patologías.

### ABSTRACT

An important part of the Spanish built Park consists of load-bearing structures consisting of brickwork that must be the opening of new hollows (shoring) that affect the whole.

The aim of this communication is to present the development of the different “cracking patterns” of walls with "shoring", i.e. the opening of new hollow with asymmetrical position. The methodology used is based on "linear elastic" behavior according to other researchers and it is necessary to know the mechanical properties of the material. This has been proven by the study of simple models and real cases of collapsed buildings, and results have been quite accurate.

The cracking patterns that had been obtained are important in the rehabilitation field. They help the interpretation of their behavior in the wall. Not only locally, where we run the opening of a new hole, but as a whole; being able to predict the weak points and prevent future pathologies.

**PALABRAS CLAVE:** mampostería, fisura, arco, deformación, tensión.

### 1. INTRODUCCIÓN

La obra de fábrica ha sido un material utilizado desde hace muchas décadas. Es por ello que un buen número de los edificios catalogados como Patrimonio Arquitectónico fueron construidos con este material. En la actualidad muchos de estos edificios presentan serias patologías.

Dada la complejidad que implica estudiar el comportamiento de este material, por definición heterogénea, algunos investigadores recurren a métodos plásticos muy complejos, como son los “macro y micro” modelos; mientras que otros consideran que se pueden utilizar métodos elásticos, siempre y cuando se utilicen sólo para obtener patrones de fisuración.

El presente trabajo, tal como ya se ha comentado, no pretende determinar las características mecánicas del material sino que su objetivo es llegar a determinar cuál es el patrón de fisuración de la pared que analizaremos. Es por ello que el método que se expone puede ser aplicado a paredes compuestas con otros materiales como hormigón, aunque deben cumplir con las limitaciones que se establecen en el siguiente apartado.

También podemos afirmar que el método de propagación de la fisuración que se expone ha sido corroborado con el análisis de casos reales, de estructuras colapsadas o con fuertes patologías, cuyos resultados coincidieron prácticamente con la realidad, además con modelos de fácil comprobación como es el caso de una pared simétrica. Lo cual lo hace fiable desde el punto de vista de los autores [1,7].

## 2. METODOLOGÍA DESARROLLADA

El método que se presenta a continuación, y que ha sido desarrollado en la Tesis Doctoral de uno de los autores de este artículo [1], se circunscribe dentro de un rango “Elástico Lineal”, por considerar que siempre nos movemos en valores que se encuentran dentro de dicha rama del diagrama “tensión-deformación” si bien en el momento que se supera la resistencia a tracción de la fábrica, se reconoce la separación de los nodos.

La finalidad es obtener patrones de fisuración de los modelos y confirmar que resulta perfectamente factible la aplicación directa de los métodos lineales. Este razonamiento sustentado claramente por algunos investigadores [2,3,4] no es, sin embargo, aceptado por otros [5,6] que entienden como necesario considerar métodos de tipo no lineal, que es completamente admisible si fuese el caso de determinar las características del material, lo cual no es nuestro fin.

El progreso de la fisura es un proceso iterativo, aunque actualmente se está desarrollando un programa que realice este proceso automáticamente.

El método que se propone está basado en el “MEF” y considera tres aspectos centrales: especificación de datos básicos; la localización de la fisura y la determinación de su trayectoria. Este apartado se detalla con claridad en [1].

### 2.1. Aspectos relevantes a considerar para el desarrollo de esta metodología

a.- Los parámetros del comportamiento mecánico del material se deben conocer previamente en su totalidad.

b.- En el caso de nuestro ejemplo se consideran los siguientes valores:  $\gamma=18.000\text{N/m}^3$  (densidad);  $E=5,70\text{E}+09\text{ N/m}^2$  (módulo de deformación longitudinal);  $G=2,30\text{E}+09\text{ N/m}^2$  (módulo de deformación transversal) y  $\nu=0,20$  (coef. poisson).

c.- La resistencia a compresión de la fábrica es de  $3,20\text{N/mm}^2$  ( $32,00\text{Kg/cm}^2$ ). En consecuencia se desprecia la contribución del material con excesivas compresiones por no ser capaz de soportar mayores tensiones, es decir, que sufre aplastamiento del material.

d.- El material rompe cuando supera su resistencia de cálculo a tracción que es de  $0,32\text{N/mm}^2$  ( $3,20\text{Kg/cm}^2$ ) y no se considera la existencia de la rama de ablandamiento.

e.- Las máximas tracciones se localizan en la cabeza de la fisura, nunca en los labios de la misma.

f.- La distancia entre fisuras se establece considerando la dimensión de la propia pieza cerámica.

g.- Las direcciones de las fisuras que se generan en el proceso de cálculo deberán ser perpendiculares a los vectores de las direcciones principales de tracción que las originan.

h.- En un punto sobre-tensionado a tracción se permite la formación de una fisura y como máximo dos.

i.- El ángulo que forman ambas se determina en la mayoría de los modelos por el sentido de los vectores de fuerzas

## 3. DATOS GEOMÉTRICOS DEL MODELO

El modelo corresponde a una pared interior de un edificio de vivienda de un primer piso y una cubierta no transitable. En dicha pared se solicita hacer un apeo (apertura de hueco), localizado en la planta baja y ubicado de forma asimétrica, tal como se puede apreciar en la fig. 1.

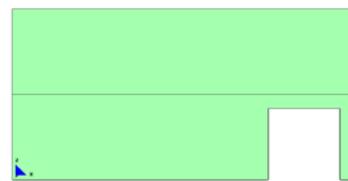


fig. 1 “Geometría del modelo”

Los parámetros geométricos de la pared y del hueco a ejecutar son los siguientes:

- Longitud total de la pared: 12,00m
- Altura total de la pared: 6,00m
- Altura de cada una de las plantas: 3,00m
- Espesor de la pared: 0,30m
- Dimensiones del apeo (hueco): ancho=2,00m y alto=2,50m

## 4. ESPECIFICACIÓN DEL ESTADO DE CARGAS UTILIZADO

En los modelos se han considerado los siguientes valores:

1.- Estados de carga en las zonas de vivienda (ancho de influencia de los forjados de 4,0m) se presentan en la Tabla 1).

Tabla 1 “Peso propio (pp), carga permanente (cp) y sobrecarga de uso (su) de las plantas de vivienda”

pp	Tn/m <sup>2</sup>	0,30
	N/m	12.000
cp	Tn/m <sup>2</sup>	0,15
	N/m	6.000
su	Tn/m <sup>2</sup>	0,30
	N/m	12.000

2.- Estados de carga en la cubierta (sólo de mantenimiento) (ancho de influencia de los forjados de 4,0m) se exponen en la (Tabla 2).

(Tabla 2 “Peso propio (pp), carga permanente (cp) y sobrecarga de uso (su) de la planta de cubierta”)

pp	Tn/m <sup>2</sup>	0,30
	N/m	12.000
cp	Tn/m <sup>2</sup>	0,30
	N/m	12.000
su	Tn/m <sup>2</sup>	0,15
	N/m	6.000

**5. HERRAMIENTAS DE ANÁLISIS**

Los programas que se utilizan para el estudio de los modelos informáticos son: el programa GID<sup>1</sup> como pre y post procesador y el programa Ram-Shell<sup>2</sup> para la realización de los cálculos.

De éste último se utiliza como tipo de análisis el “Estático Lineal” y se emplea una malla integrada por elementos finitos triangulares con 6 grados de libertad para representar la fábrica, mientras que para modelizar los forjados se utilizan elementos tipo barra.

**6. ESPECIFICACIÓN DEL MODELO INFORMÁTICO**

El mallado de los modelos es un factor muy importante para obtener buenos resultados, mientras más pequeño sea éste mucho más precisos serán los resultados.

La precisión de los resultados también se garantizan si usamos elementos con más cantidad de nodos internos (más grados de libertad). El hecho de que la malla sea muy densa y con un mayor número de nodos tiene también sus desventajas: el aumento del tiempo de

cálculo y de la memoria necesaria para desarrollar dicho proceso.

Con el fin de optimizar el mallado, hemos optado por hacer más densa la malla en la zona más conflictiva y menos densa en el resto del modelo.

Utilizamos el elemento finito triangular de 3 nodos con una dimensión de 0,05m de longitud en las zonas densas y de 1,00m en las zonas restantes (fig. 2).

Adicionalmente se hacen mallados especiales en los siguientes puntos: en las caras laterales de los elementos que dan a huecos se usa una dimensión de 0,05m y en las cabezas de las fisuras también se densifica el mallado con una longitud, en este caso, de 0,01m (fig. 3).

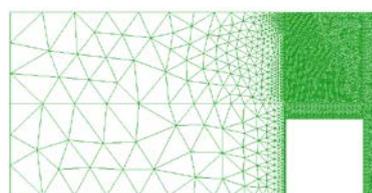


fig. 2 “Discretización del modelo general”

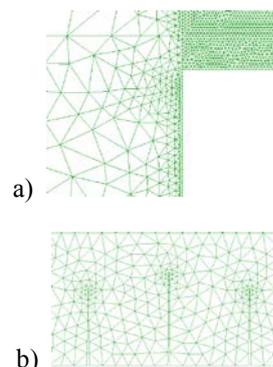


fig. 3 “a) Discretización de las caras laterales del hueco: malla 0,05m; b) Discretización de los puntos singulares de las fisuras: malla 0,01m”

**7. PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS DEL PATRÓN DE FISURACIÓN DE LA PARED ASIMÉTRICA**

Es importante precisar que: Los desplazamientos verticales se representan con una gama de colores cálidos. Y en los desplazamientos horizontales se utilizan la gama de colores fríos

Los resultados de los modelos que se presentan a continuación se clasifican en diferentes apartados que corresponden a las etapas de fisuración consideradas para obtener el patrón de fisuración del modelo. Cabe indicar que no se han incluido todos los pasos, sino solamente aquellos en los que puede observar un cambio importante de un estado a otro.

<sup>1</sup> Desarrollado por © 2010 CIMNE International Center for Numerical Methods in Engineering.

<sup>2</sup> Programa desarrollado por © 2001 - 2009 Compass Ingeniería y Sistemas S.A.

Los gráficos que se presentan, de modo general, no incluye el modelo completo sino la parte más problemática, localizada en la parte superior del hueco, a excepción del modelo inicial en el que se considera el modelo completo.

En los gráficos de las direcciones principales de los vectores ( $S_i$  y  $S_{ii}$ ) se representan en color azul los vectores de compresión y en color rojo los de tracción.

En los gráficos de las fuerzas en las direcciones principales -N11-, sólo aparecen las zonas traccionadas que pueden llegar a romper por superar la resistencia a tracción de la obra de fábrica.

7.1.- Modelo inicial sin fisuración

Los resultados que se presentan en este apartado corresponden al modelo inicial, en el cual no se ha introducido ninguna fisuración. En él se aprecian los valores de las deformaciones en cada uno de los puntos localizados en la parte superior del hueco.



fig. 4 "Deformaciones en el sentido vertical -z-"

Tal como se puede constatar en ninguno de los puntos la deformación llega a superar la flecha vertical límite del  $L/1000$  (0.002m), ver fig. 4.

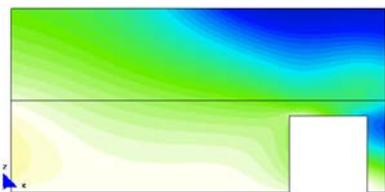


fig. 5 "Deformaciones en el sentido horizontal -x-"

En la fig. 6) se puede apreciar con claridad cómo se forma la descarga, en la zona superior del hueco, concentrándose en las caras laterales del mismo, como lo demuestra la concentración de vectores verticales.

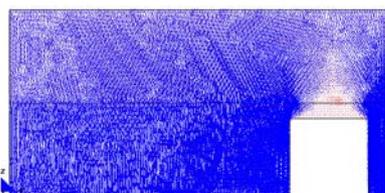


fig. 6 "-Sii- Vectores de las direcciones principales -N22-"

En la fig. 7 se observa la presencia de una zona importante traccionada, localizada en la parte superior del apeo, que se intensifica justamente encima de la clave del arco recto.

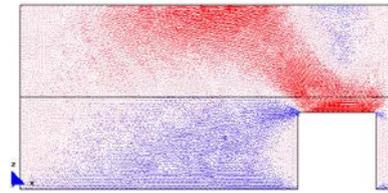


fig. 7 "-Si- Vectores de las direcciones principales -N11-"

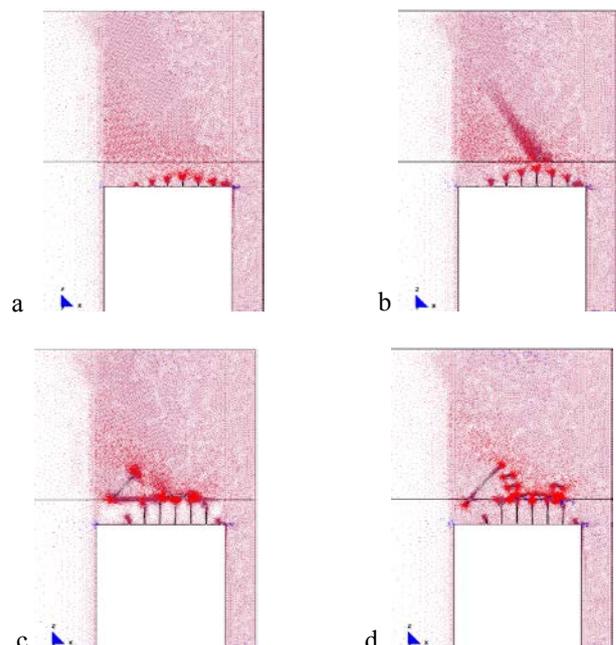


fig. 8 "Gráfico de las fuerzas en la dirección principal -N11-"

7.2.- Detalle del proceso de formación de los patrones de fisuración

En el presente apartado se especifican, de modo simplificado, las diferentes etapas ("a" a "v"), en las que progresivamente se produce la pérdida parcial de pared hasta llegar al colapso total de la misma, alcanzando el equilibrio total.

Se incluyen sólo las imágenes correspondientes a la dirección de los vectores principales "Si", por ser las que definen el proceso de fisuración.



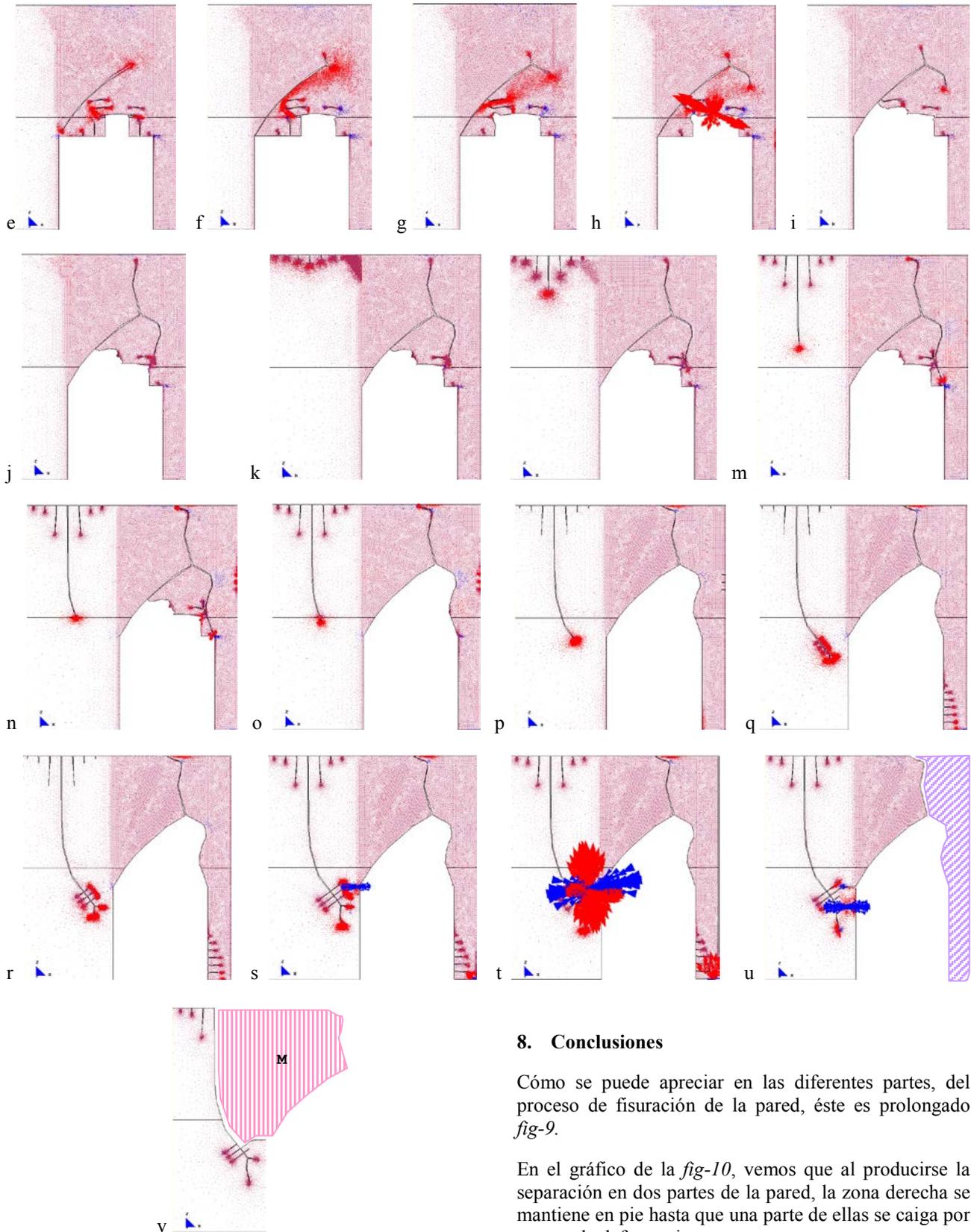


fig. 9 "Formación de los patrones de fisuración etapas simplificadas de la "a" a "v"

En el vídeo que se presenta se puede apreciar con mayor claridad este proceso.

## 8. Conclusiones

Cómo se puede apreciar en las diferentes partes, del proceso de fisuración de la pared, éste es prolongado *fig-9*.

En el gráfico de la *fig-10*, vemos que al producirse la separación en dos partes de la pared, la zona derecha se mantiene en pie hasta que una parte de ellas se caiga por exceso de deformaciones.

La zona "A" el patrón de fisura se desarrolla en diferentes etapas, las mismas que tienden a caer por efecto de la gravedad. Mientras que en las otras tienen un proceso prolongado hasta llegar al colapso.

Las discontinuidades de la zona "C" se inician alejadas del hueco de la planta baja y se prolongan hasta aproximarse a dicha abertura, que es la zona menos rígida.

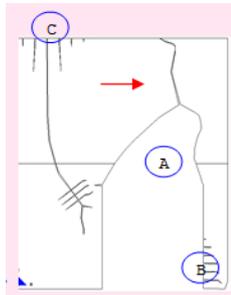


fig. 10 "Zonas A-B y C"

Esta zona "C" impone empujes progresivos al lado derecho<sup>3</sup>, dando lugar a fuertes momentos flectores<sup>4</sup> en la zona "B", lo cual da como resultado la formación de fisuras importantes. Este momento flector origina que la cara interior falle por excesivas tracciones (T) y la cara exterior por excesivas compresiones (C), originando el fallo de la pilastra, ver fig-11.

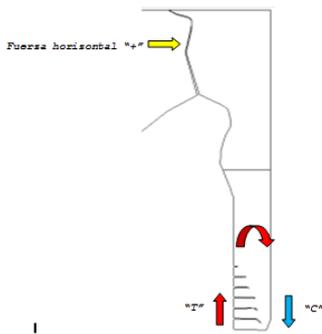


fig. 11 "Detalle de la zona C"

Precisamente en este instante se producirá también el colapso del conjunto, ya que queda libre la zona "C", teniendo como resultado la pérdida de gran parte de la pared. Podemos afirmar que en este momento se alcanza el equilibrio completo del sistema.

Nos parece importante insistir en que esta metodología, en régimen elástico, es posible porque partimos de datos reales de los materiales y que, en cambio, sería inviable para poder determinar los parámetros mecánicos de la obra de fábrica que requerirían, en todo caso, de otro tipo de estudio.

Finalmente es obligado resaltar que su aplicación no se circunscribe exclusivamente al estudio del comportamiento de la obra de fábrica provista de huecos rectangulares ubicados en planta baja, sino que también

se puede aplicar a otros materiales y a otras formas, posiciones y dimensiones de los huecos.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a todas las personas de han colaborado de modo directo o indirecto a la elaboración de este documento.

## REFERENCIAS

- [1] Calderón L. "Estudio sistemático de los apeos en paredes de obra de fábrica, con especial atención a la fisuración y a los mecanismos de colapso". - [Tesis Doctoral], Barcelona Departamento de Estructuras de la Escuela Técnica Superior de Arquitectura de Barcelona-UPC, 2009.
- [2] Cecchi A. y Sab K. "A multi-parameter homogenization study for modeling elastic masonry" [Publicación periódica] // European Journal of Mechanics A/Solids 21. - 2002. - págs. 249-268.
- [3] Kong C. S. "A universal approach for the analysis and design of masonry infilled frame structures". [Libro]. - Canada : Doctoral Thesis, The University of New Brunswick, Academic Unit of Civil Engineering, 1998.
- [4] Reyes E., Casati M.J. y Gálvez J. C. "Rotura de probetas de fábrica de ladrillo a escala bajo tensiones normales y tangenciales" [Publicación periódica] // Anales de Mecánica de la Fractura, Vol.2. - 2003. - págs. 594-500.
- [5] Roca P., Molins C. y Marí A. R. "Strength capacity of masonry wall structures by the equivalent frame method" [Publicación periódica] // Journal of Structural Engineering-ASCE. - 2005. - págs. 1601-1610.
- [6] Romera L. E., Hernandez S. y Reinoso J. M. "Numerical characterization of the structural behaviour of the Basilica of Pilar in Zaragoza (Spain). Part 1: Global and local models" [Publicación periódica] // ScienceDirect: Advances in Engineering Software-39. - 2008. - págs. 301-314.
- [7] Calderón L., Maristany J., "Análisis de las fisuras del "Celler Cooperativo" de "Rocafort de Queralt". Informes de la Construcción. 2012

<sup>3</sup> El sentido del empuje se indica con una flecha en sentido positivo.

<sup>4</sup> Flecha de color rojo en sentido horario

## APLICACIÓN DEL MODELO DE FISURA COHESIVA AL ESTUDIO DE INYECCIÓN DE FISURAS EN PRESAS DE HORMIGÓN

M. P. Zappitelli<sup>1</sup>, C. G. Rocco<sup>1</sup>, J. Fernández-Sáez<sup>2</sup> y E. I. Villa<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Construcciones, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de La Plata  
Calle 48 y 115 s/n, (B1900TAG) La Plata, Buenos Aires, República Argentina.

\* E-mail: eivilla@ing.unlp.edu.ar

<sup>2</sup>Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras,  
Universidad Carlos III de Madrid.  
Avenida de la Universidad, 30, 28911, Leganés (Madrid), España

### RESUMEN

En este trabajo se presentan los resultados preliminares del análisis numérico tridimensional de la estabilidad de una fisura de origen térmico en una presa de hormigón sometida a la acción de presiones internas de inyección. El estudio se realizó implementando un Modelo de Fisura Cohesiva en un código comercial de análisis por el Método de los Elementos Finitos. Se consideraron 15 puntos de inyección a 1m del frente de la fisura, distribuidos a lo largo del mismo y presiones comprendidas entre 5 y 25 MPa. Los resultados obtenidos pueden ser aplicados para estimar la estabilidad de una fisura preexistente frente a la acción de presiones internas que se originan durante los trabajos de sellado de fisuras mediante inyecciones a presión y permiten establecer criterios para el control de su propagación.

### ABSTRACT

This paper presents the preliminary results of a 3-D numerical simulation of the stability of a thermal induced crack in a concrete gravity dam subjected to internal injection pressures. A Cohesive Crack Model was implemented into a Finite Element Method commercial code. 15 injection points distributed along the crack front were considered and three different levels of pressure ranging between 5 to 25 MPa. The results obtained with the model could be apply to estimate the stability of a pre-existing crack subjected to the action of internal pressures, which could appear during filling cracks works, as well as to propose a crack control propagation criterion.

**PALABRAS CLAVE:** Modelo de Fisura Cohesiva, Presas de hormigón, Presiones de inyección.

### 1. INTRODUCCIÓN

Es un hecho común que en las presas de hormigón aparezcan fisuras de origen térmico como consecuencia de los gradientes de masa y superficie resultantes del proceso de hidratación del cemento. Este tipo de fisuras no comprometen la capacidad resistente de la estructura, pero si pueden afectar la durabilidad de la misma, ya que permiten la filtración de agua [1].

Para poder dar solución a este tipo de patología suele ser habitual sellar las fisuras utilizando una resina de base epoxi o poliuretano inyectada a presión. Al realizar este tipo de intervención es muy importante diseñar la

secuencia y las presiones de inyección de modo tal que la fisura permanezca estable y no se genere su propagación a causa del propio procedimiento [2,3,4].

En el presente trabajo se presentan los resultados del estudio numérico tridimensional de la estabilidad de una fisura de origen térmico sometida a un procedimiento de inyección. Se utilizó el Método de los Elementos Finitos, adoptando un criterio de segundo orden mediante el empleo del Modelo de Fisura Cohesiva.

En el apartado 2 se presenta un resumen del Modelo de Fisura Cohesiva y en el apartado 3 se describen las características del modelo numérico empleado.

En el apartado 4 se muestran y analizan los resultados obtenidos y finalmente, en el apartado 5, se presentan las conclusiones más importantes a cerca del trabajo efectuado.

## 2. MODELO DE FISURA COHESIVA

Los materiales con comportamiento cuasi-frágil, entre los que se encuentra el hormigón, al fisurarse se caracterizan por la aparición de una zona de microgrietas en el extremo de la fisura cuyo tamaño puede llegar a ser importante si se la compara con las dimensiones de la estructura, por lo que en estos casos no puede aplicarse la Mecánica de Fractura Elástica Lineal (MFEL) para analizar el problema. Por ello es necesario emplear criterios de segundo orden, como el Modelo de Fisuración Cohesiva, el cual fue introducido por Hillerborg al realizar una extensión de las ideas propuestas por Barenblatt y Dugdale, permitiendo representar el comportamiento no sólo en la punta de una fisura preexistente, sino en cualquier punto del sólido macroscópicamente continuo y sin fisuras [5,6].

En este modelo la zona dañada se representa mediante una fisura ficticia entre cuyas caras se pueden transmitir tensiones, cuya magnitud viene dada por la separación entre las mismas. La relación entre tensión y separación se materializa a través de la curva o función de ablandamiento, la cual es una propiedad del material y uno de los parámetros fundamentales del modelo, como se observa en la figura 1.

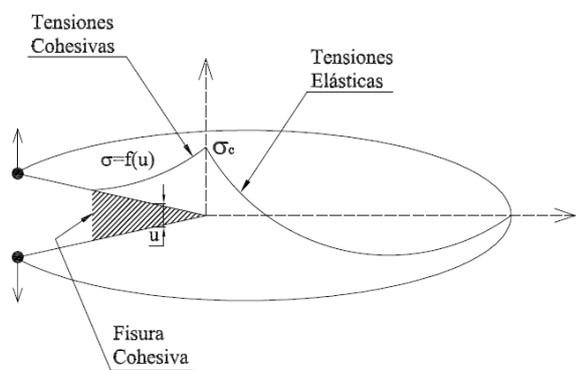


Figura 1. Fisura cohesiva contenida en un sólido bidimensional.

Esta función se define de manera que la tensión decrece desde un valor inicial máximo igual a la resistencia a tracción del material ( $\sigma_c$ ), hasta anularse cuando la apertura alcanza un valor crítico ( $u_c$ ), momento en que se genera una fisura real que constituye una discontinuidad en el material. El área encerrada debajo de la curva de ablandamiento es la energía específica de fractura ( $G_F$ ), la cual representa el trabajo externo necesario para generar una superficie fisurada de área unitaria [5].

## 3. DESCRIPCIÓN DEL MODELO NUMÉRICO

### 3.1. Generalidades

Para el estudio de la estabilidad de fisuras se realizó un modelo tridimensional de un módulo tipo de una presa de hormigón mediante la utilización de un código comercial de probada eficiencia para resolver esta clase de problemas, ABAQUS V6.9 [7].

La geometría y las dimensiones de la presa fueron tomadas de las recomendaciones del USACE [8] y pueden observarse en la figura 2.

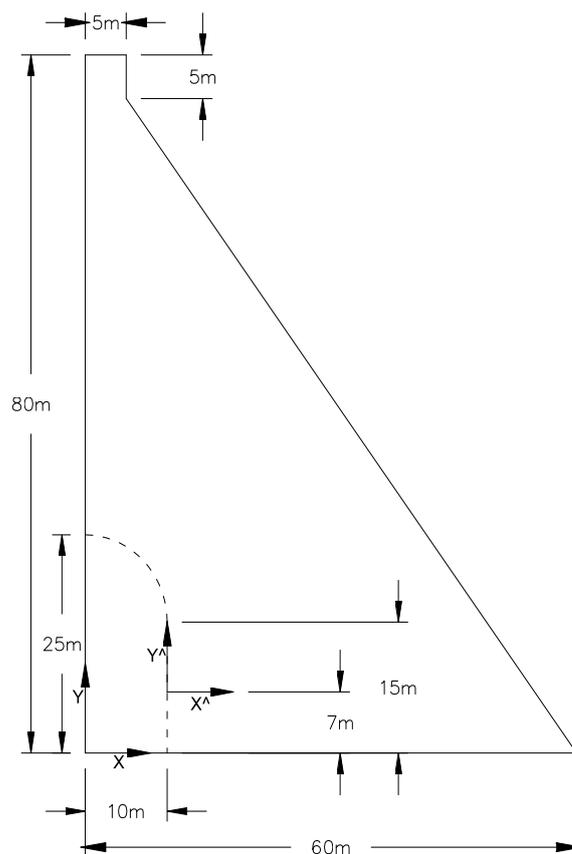


Figura 2. Perfil de la presa y morfología de la fisura

Para poder aplicar el MEF al MFC es necesario emplear dos tipos de elementos: elementos cohesivos (COH3D8 y COH3D6) en la zona cohesiva y elementos lineales de integración completa (C3D8 y C3D6) en la zona no cohesiva. Es importante destacar que si se utiliza un orden de integración inferior al completo para formulaciones basadas en desplazamientos o formulaciones mixtas, en general el análisis no es confiable, por ello a menos que la formulación del elemento haya sido lo suficientemente testada en cuanto a su convergencia y estabilidad no se recomienda en general el uso de elementos de integración reducida [9].

Es importante remarcar que al trabajar con elementos cohesivos debemos determinar cuál es el tamaño mínimo de elemento a emplear, para asegurar un buen funcionamiento de los mismos. Éste se calcula mediante la expresión (1):

$$e=0.08*L_{ch} \quad (1)$$

en la cual  $L_{ch}$  es la longitud característica del material y se determina según se indica en la expresión (2):

$$L_{ch}=EG_F/f_t \quad (2)$$

donde:

E: Módulo de elasticidad del material

$G_F$ : Energía específica de fractura

$f_t$ : Resistencia a tracción

Para el presente trabajo se obtuvo que la longitud mínima de los elementos cohesivos debe ser de 50mm.

Una vez conocido el tamaño mínimo del elemento cohesivo fue necesario determinar cómo introducirlo en el modelo, para ello se presentaron dos alternativas. La primera consistía en emplear dos partes, una para cada tipo de elemento, y vincularlas utilizando tie constraints. La otra posibilidad proponía modelar la zona cohesiva y la no cohesiva en una sola parte.

La primera alternativa presentaba la ventaja de poder utilizar mallados con diferente densidad de elementos para cada una de las partes sin la necesidad de emplear transiciones, lo cual resultaba en un ahorro en la cantidad de elementos y de tiempo de cálculo, en comparación con la segunda alternativa para la cual era necesario emplear transiciones. Sin embargo los resultados obtenidos utilizando dos partes no fueron confiables debido a inestabilidades en la solución, por lo que se decidió emplear la segunda alternativa, es decir, modelado en una sola parte.

Los elementos cohesivos se colocaron en una faja de 2m de ancho ubicada a la izquierda del frente de la fisura, como se observa en la figura 3.

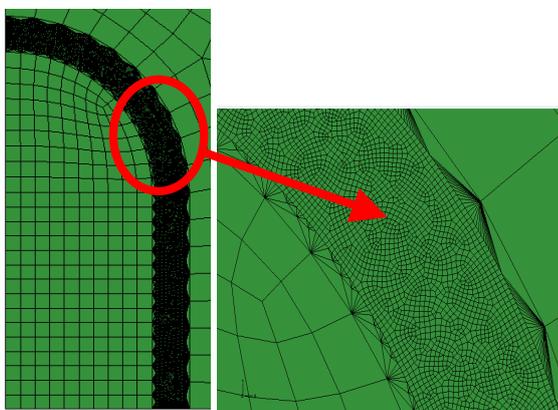


Figura 3. Faja de elementos cohesivos

Se utilizaron 14441 elementos tipo COH3D8 y COH3D6 y 48654 elementos tipo C3D6 y C3D8. En la figura 4 puede observarse el mallado completo de la presa.

En cuanto a las condiciones de contorno, por simplicidad se consideró que la fisura se encontraba contenida en el plano medio del módulo de la presa, por lo que se emplearon condiciones de simetría y se modeló solamente la mitad de la geometría.

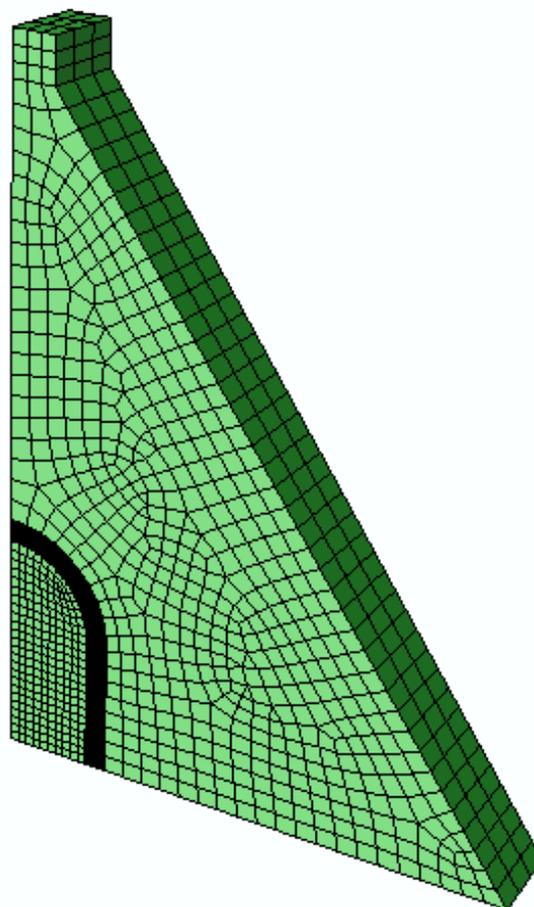


Figura 4. Mallado de la presa

Para representar un comportamiento simétrico en los elementos cohesivos, no es suficiente con introducir condiciones de simetría, debe incluirse también el efecto de la rigidez lateral mediante la utilización de equation constraints, herramienta disponible en ABAQUS V6.9 [10]. La base de la presa se encuentra empotrada.

Un aspecto de gran importancia en un MFC es la definición de la función de ablandamiento. Para este modelo se adoptó una función de tipo lineal, los parámetros de la misma se observan en la tabla 1. En la tabla 2 se presentan las propiedades del hormigón utilizado.

La rigidez K del elemento cohesivo es un parámetro de penalización. Aunque la flexibilidad de dicho elemento puede contribuir a la deformación global de la

estructura, su único propósito es simular el proceso de fisuración. Si la contribución del elemento cohesivo a la deformación global no es lo suficientemente pequeña comparada con la deformación provocada por el material constitutivo, no se asegura una conexión rígida entre las dos caras de la estructura vinculadas con los elementos cohesivos antes de que comience el proceso de fisuración. Sin embargo valores muy grandes de  $K$  pueden causar problemas numéricos, como oscilaciones espurias de las tensiones. Por este motivo debe utilizarse un valor de  $K$  lo suficientemente grande como para proveer una rigidez razonable y lo suficientemente pequeño como para no generar problemas numéricos [7,11]. Para este trabajo se adoptó un valor de  $K$  igual a 10 veces el valor del módulo de elasticidad del material.

Tabla 1. Propiedades mecánicas del elemento cohesivo

Parámetros de los elementos cohesivos	
$K$ , N/mm	270000
$f_t$ , MPa	1.6
$u_c$ , mm	0.075

Tabla 2. Propiedades mecánicas del hormigón

Parámetros del hormigón	
Módulo de Elasticidad, GPa	27,0
Coefficiente de Poisson	0,30

### 3.2. Casos estudiados

Para la morfología de fisura propuesta se consideraron dos estados de carga para presiones de 5, 10 y 25 MPa. El primero consistió en la aplicación de la presión de inyección a lo largo del frente de fisura a una distancia de 1m del mismo. Para el caso de 25MPa se adoptaron dos hipótesis, aplicación de la carga con acumulación de daño y sin acumulación de daño. El segundo estado de carga consideró la aplicación de las presiones de inyección a 7m de altura, medidos respecto de la base de la presa, alejando la carga del frente de fisura a razón de 1m, estando la carga más cercana a 1.2m del frente y la más alejada a 9m. Para los casos de 5 y 10MPa se tuvieron en cuenta las hipótesis con acumulación de daño y sin acumulación de daño, involucrando un total de 55 simulaciones.

En cada punto de inyección se consideró una distribución de la presión en forma radial según una ley logarítmica con valor máximo en el punto de inyección y valor cero a una distancia igual al radio de inyección. Este radio se adoptó igual a la distancia media entre el punto de inyección y los puntos de inyección colindantes [3].

## 4. RESULTADOS

La región marcada en color rojo en la figura 5 muestra, para el caso de un punto de inyección (L) ubicado a 1.2 m del frente de la fisura y a 7 m del plano de fundación, la extensión que alcanza la fisura cohesiva (zona donde el material se encuentra en condición de ablandamiento parcial o total) en función de la presión de inyección aplicada. En este caso cuando la presión aumenta de 5 a 25 MPa la máxima extensión de la fisura pasa de 28 a 86 cm.

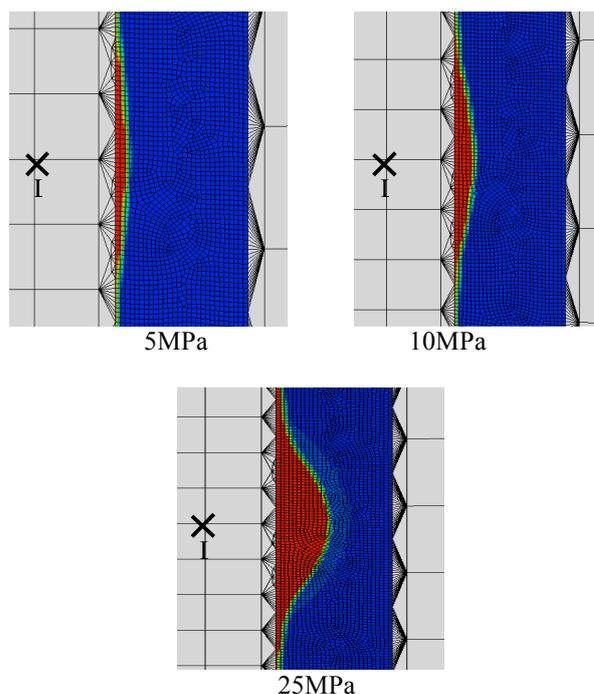


Figura 5. Extensión de la fisura cohesiva (región en rojo) para distintos niveles de presión.

Las imágenes de la figura 6 muestran, para el caso de una presión de inyección de 25 MPa aplicada a una altura de 7m respecto del plano de fundación, como se reduce la extensión de la fisura cohesiva a medida que el punto de aplicación de la carga se aleja perpendicularmente del frente de la fisura.

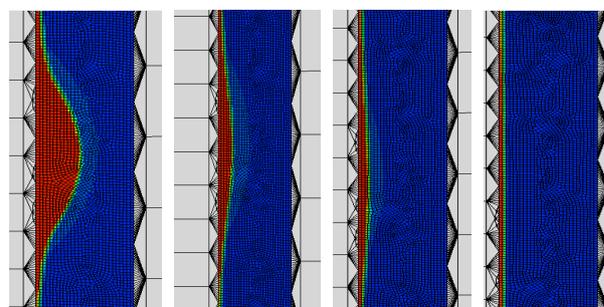


Figura 6. Profundidad de la zona afectada para 25MPa de presión aplicada a 1.2m, 2m, 3m y 9m respectivamente del frente de la fisura.

Las figuras 7 y 8 permiten analizar, para distintas presiones de inyección aplicadas a una altura de 7m respecto del plano de fundación, como la máxima apertura de fisura alcanzada en el frente de la fisura se reduce a medida que el punto de inyección se aleja perpendicularmente de la misma. El parámetro  $U_{max}/U_c$  representa la relación entre la apertura de la fisura en el punto de máxima apertura y el valor de apertura crítica indicado en la tabla 2, mientras que el parámetro  $X/a$  relaciona la distancia  $X$  del punto de aplicación de la carga respecto del frente de fisura con el ancho de fisura  $a$  indicado en la figura 2. Los casos evaluados en la figura 7 responden a la hipótesis sin acumulación de daño y los presentados en la figura 8 a la hipótesis con acumulación de daño.

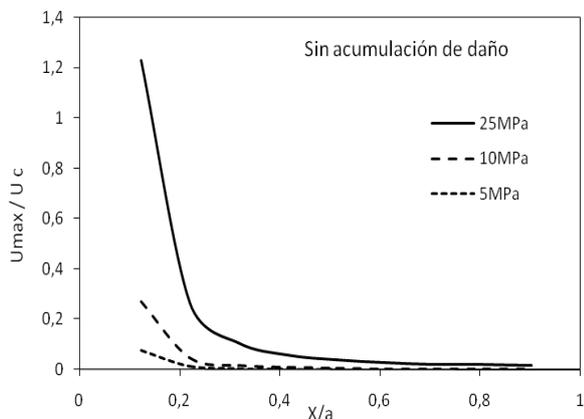


Figura 7. Máxima apertura relativa de fisura en función de la posición relativa del punto de aplicación de la presión. Hipótesis sin acumulación de daño

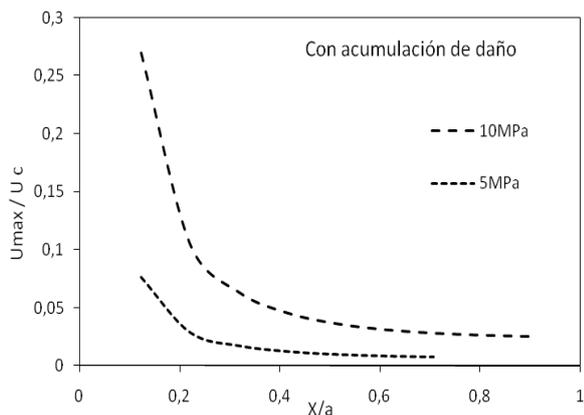


Figura 8. Máxima apertura relativa de fisura en función de la posición relativa del punto de aplicación de la presión. Hipótesis con acumulación de daño.

En la figura 9 se compara para la presión de inyección de 10MPa, la apertura relativa de la fisura respecto de la posición relativa de la carga para las hipótesis con acumulación de daño y sin acumulación de daño.

Las curvas de la figura 10 muestran la variación de la apertura relativa de la fisura dentro de la zona cohesiva,

en puntos ubicados sobre la directriz perpendicular al frente de fisura que pasa por el punto de aplicación de la carga. Las curvas corresponden a distintas presiones de inyección (5, 10 y 25MPa) aplicadas en un punto ubicado a 1.2 m del frente de la fisura y a 7 m del plano de fundación. La distancia  $X^\wedge$  se mide respecto del frente de la fisura tal como se indica en la figura 2.

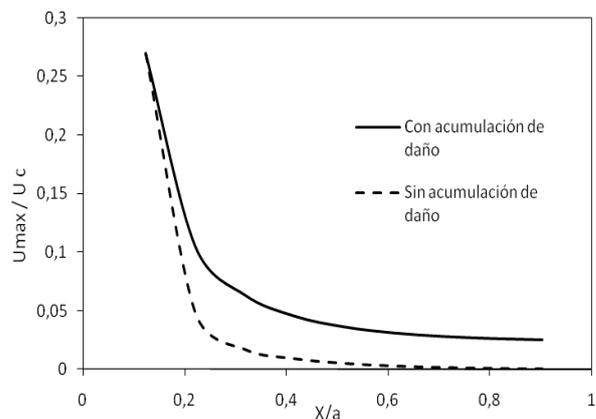


Figura 9. Máxima apertura relativa de fisura en función de la posición relativa del punto de aplicación de una presión de 10 MPa. Hipótesis con y sin acumulación de daño.

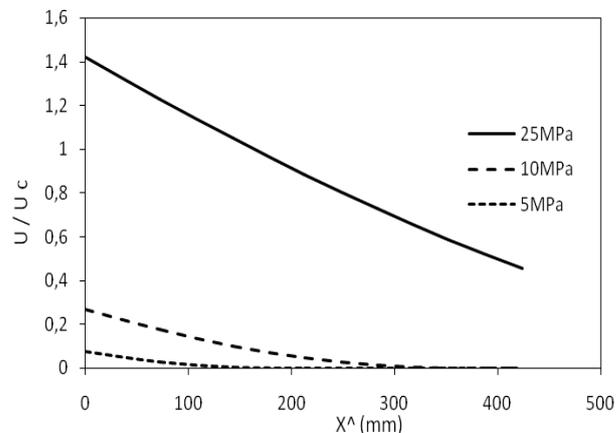


Figura 10. Variación de la apertura relativa de fisura dentro de la zona cohesiva para distintas presiones de inyección aplicadas a 1.2 m del frente de la fisura y a 7 m del plano de fundación.

En las curvas de la figura 11 se representa la variación de la apertura relativa de la fisura a lo largo de puntos ubicados en la coordenada  $Y^\wedge$  sobre el frente de la fisura. La ordenada  $Y^\wedge$  se mide a partir de los 7m de altura respecto de la base de la presa tal como se muestra en la figura 2. Al igual que en el caso anterior, las curvas corresponden a distintas presiones de inyección (5, 10 y 25MPa) aplicadas en un punto ubicado a 1.2 m del frente de la fisura y a 7 m del plano de fundación.

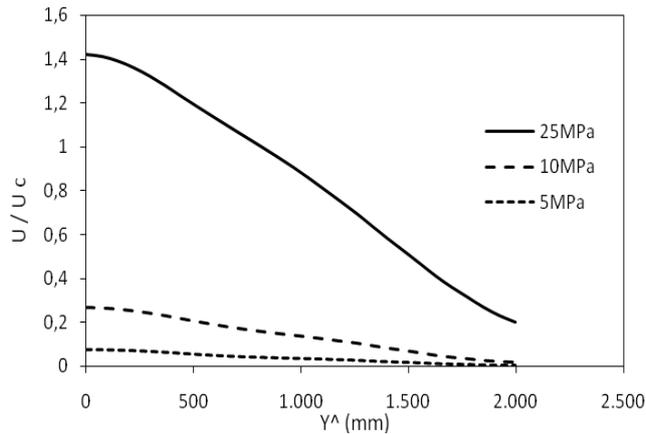


Figura 11. Variación de la apertura relativa de fisura a lo largo del frente de fisura para distintas presiones de inyección aplicadas a 1.2 m del frente de la fisura y a 7 m del plano de fundación.

## 5. CONCLUSIONES

En esta publicación se presentan los resultados preliminares correspondientes a la implementación de un modelo de fisura cohesiva para la simulación numérica tridimensional de la estabilidad de fisuras sometidas a presiones de inyección en presas de hormigón.

Se aplicaron presiones de inyección de 5, 10 y 25 MPa a 1m del frente de la fisura y en horizontal en puntos ubicados entre 1m y 9m del mismo. Se consideró que las presiones se distribuían según una ley logarítmica con un radio de acción igual a la distancia entre puntos de inyección colindantes.

A partir de los resultados obtenidos, válidos para la geometría de presa y de fisura analizada, se pueden establecer las siguientes conclusiones:

- El modelo demostró ser una herramienta útil para poder estimar y predecir el nivel de propagación del daño que se genera en el frente de una fisura preexistente cuando la misma es sometida a presiones de inyección.
- Para puntos de inyección tan cercanos como hasta 1 metro del frente de fisura, los resultados muestran que la fisura se extiende en forma muy localizada alcanzando una propagación máxima que para la mayor presión aplicada (25 MPa) no superó el metro de profundidad.
- Se observó que cuando el punto de inyección se aleja a más de 2 metros del frente de fisura, la misma se mantiene prácticamente estable, mostrando una extensión de fisura cohesiva que es despreciable a efectos prácticos.

## REFERENCIAS

- [1] ACI Committee 224, *Control of Cracking in Concrete Structures (ACI 224R-01)*, American Concrete Institute, Farmington Hills, MI, 2001.
- [2] Concrete dams-control and treatment of cracks, review and case histories, Bulletin N°107, ICOLD, 1997.
- [3] Villa, E.I., Braun, M., Zappitelli, M.P., Vaquero Hernández, A. y Rocco, C.G. *Simulación numérica del proceso de inyección de fisuras en presas de hormigón*. Anales de Mecánica de la Fractura 28, Vol. 2, pp. 625-630, 2011.
- [4] Rocco, C.G., Braun, M., Zappitelli, M.P. y Villa, E.I. *Estabilidad de fisuras en presas de hormigón frente a la acción de presiones internas*. Mecánica Computacional Vol. XXX, pp. 127-139, 2011.
- [5] E. Ignacio Villa y J. Francisco Bissio. *Aplicación de un modelo no lineal al estudio del comportamiento en fractura del hormigón*. Primera Jornadas de Investigación y Transferencia-Facultad de Ingeniería-UNLP, pp. 160-167, 2011.
- [6] J. Planas. *Fractura de hormigón y fisura cohesiva*. Anales de Mecánica de la Fractura 17, Vol.17, pp. 267-274, 2000.
- [7] ABAQUS, *User's Manual Version 6.5*, Hibbit, Karlsson and Sorensen Inc, 2004.
- [8] *Gravity Dam Design*, Engineering and design, EM 1110-2-2200, USACE, 1995.
- [9] Klaus-Jürgen Bathe. *Finite Element Procedures*. Cap 5 pp. 471-477. Prentice Hall, 1996.
- [10] Modeling Fracture and Failure with Abaqus, *Crack Growth in a Helicopter Airframe Component using Cohesive Elements*, Dessault Systèms, 2009.
- [11] A. Turón, C.G. Dávila, P.P. Camanho, J.A. Costa, *An engineering solution for mesh size effects in the simulation of delamination using cohesive zone models*, Engineering Fracture Mechanics 74, pp 1665-1682, 2007.

## ESTUDIO MEDIANTE EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO DEL COMPORTAMIENTO EN FLUENCIA DE LA ALEACION DE MAGNESIO AZ91D

M. Lorenzo<sup>1,\*</sup>, J.M. Alegre<sup>1</sup>, I.I. Cuesta<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Grupo de Integridad Estructural, Universidad de Burgos, Escuela Politécnica Superior. Avenida Cantabria s/n, 09005, Burgos, España.

\*E-mail: mlbanuelos@ubu.es

### RESUMEN

El ensayo miniatura de punzonado (EMP) está siendo utilizado en la actualidad como una alternativa factible para la caracterización de las propiedades mecánicas de materiales en aquellas situaciones donde no se dispone de material suficiente para la realización de ensayos convencionales. Este ensayo consiste básicamente en el punzonado de una probeta con forma de disco de reducidas dimensiones ( $\text{Ø}10 \times 0.5 \text{mm}$ ) estando sus extremos empotrados por una matriz. Los objetivos de este trabajo se centran en: (a) estudiar el estado tensional que se genera en la probeta EMP como base para la posterior aplicación de las cargas de fluencia y el establecimiento de una tensión de comparación con el ensayo uniaxial de creep, y (b) estudiar las formas de las curvas de fluencia del EMP así como su relación con los mecanismos de daño por fluencia. El material de referencia utilizado ha sido la aleación de magnesio AZ91D.

### ABSTRACT

The small punch test (SPT) is currently being studied as an alternative test to obtain the mechanical properties of materials in those cases where there is not enough material for conducting conventional testing. This test basically consists on punching a disk-shaped specimen of small size ( $\text{Ø}10 \times 0.5 \text{mm}$ ) with the ends fixed. The objectives of this work are focused on: (a) study the stress state generated in the specimen SPT as the basis knowledge for the subsequent application of the creep load, and the establishment of a reference stress to be compared with the uniaxial creep test, and (b) analyse the shape of the SPT creep curves and its relationship with the creep damage mechanisms. The reference material used was the AZ91D magnesium alloy.

**PALABRAS CLAVE:** Ensayo miniatura de punzonado, fluencia, AZ91D.

### 1. INTRODUCCIÓN

Uno de los principales objetivos de la presente investigación consiste en analizar la viabilidad del ensayo miniatura de punzonado (EMP) para caracterizar el comportamiento en creep de diferentes aleaciones metálicas. La posibilidad de estimar, mediante el ensayo miniatura de punzonado, los parámetros de los diferentes modelos viscoelásticos y viscoplásticos, permitirá aplicar este ensayo a aquellas situaciones en las que no se disponga de material suficiente para la realización en ensayos convencionales.

Los ensayos de fluencia o creep se realizan generalmente sobre probeta cilíndrica sometida a una carga axial constante mantenida en el tiempo. En otras ocasiones, se recurre también a probetas cilíndricas para realizar ensayos de creep en compresión baja carga axial también constante. Las curvas típicas para materiales metálicos obtenidos con estas probetas presentan tres etapas claramente diferenciadas:

a) Una etapa primaria, o transitoria (I). Aparece en los primeros instantes de la aplicación de la carga y va acompañada de una velocidad de deformación

decreciente. La duración de esta etapa es típicamente corta en relación con la curva total de creep.

b) Una etapa secundaria o de velocidad de deformación constante (II), que ocupa la mayor parte del tiempo de ensayo.

c) Una etapa terciaria (III), donde la velocidad de deformación comienza a aumentar rápidamente hasta alcanzar la rotura de la probeta.

En los ensayos de creep sobre probeta cilíndrica bajo carga mantenida de compresión, la curva presenta una fase primaria y otra secundaria, sin presentarse la etapa terciaria, como se esquematiza en la Figura 1.

Una de las principales características de estos ensayos convencionales es que la probeta se encuentra sometida en todo momento a una carga axial constante y, en consecuencia, la tensión resultante es uniaxial y su valor permanece prácticamente constante durante todo el ensayo (salvo por las variaciones debidas a la posible reducción de área en viscoplasticidad).

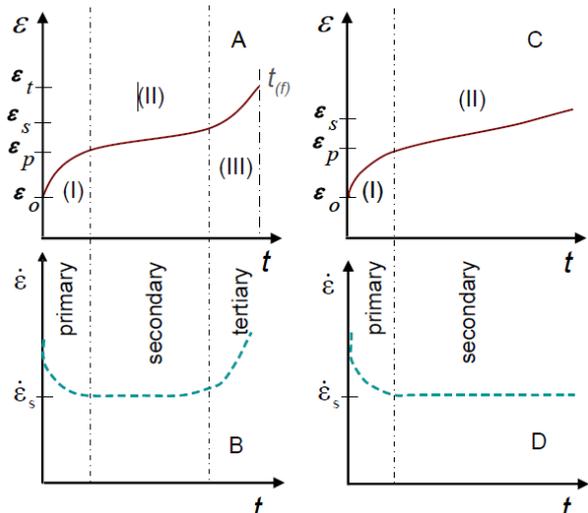


Figura 1. Curvas típicas de creep en materiales metálicos para el ensayo de tracción uniaxial (izda) y el ensayo de compresión uniaxial (dcha).

Por el contrario, en la probeta miniatura de punzonado las condiciones tensionales son bastante más completas que en un ensayo de creep uniaxial. En esta probeta EMP coexisten estados tensionales biaxial de tracción con triaxiales de compresión, todo ello acompañado de elevados gradientes tensionales.

En consecuencia los objetivos iniciales que se abordan en el presente trabajo se centran en los siguientes aspectos: (a) estudiar el estado tensional que se genera en la probeta EMP como base para la posterior aplicación de las cargas de fluencia y el establecimiento de una tensión de comparación con el ensayo uniaxial de creep, y (b) estudiar las formas de las curvas de fluencia del EMP así como su relación con los mecanismos de daño por fluencia.

La aleación de Magnesio AZ91D ha sido el material que ha servido de base para el presente análisis.

**2. MATERIAL UTILIZADO**

El material utilizado para abordar los primeros pasos del objetivo planteado en el apartado 1 ha sido la aleación de magnesio AZ91D. Esta aleación presenta una excelente colabilidad, resistencia a corrosión y propiedades mecánicas, sin embargo presenta una resistencia a creep pobre a temperaturas superiores a 125°C [1], lo cual resulta interesante desde el punto de vista de ejecutar ensayos de tiempos más cortos así como una clara manifestación de los mecanismos de creep. Los elementos de aleación, según ASTM-B93, [2, 3] se muestran en la Tabla 1.

AZ91D	Al%	Be%	Cu%	Fe%	Mn%	Ni%	Si%	Zn%
ASTM	8,5-	0,0005-	Max.	Max.	0,17-0,4	Max.	Max.	0,45-
B93	9,5	0,0015	0,025	0,004		0,001	0,8	0,9

Tabla 1. Composición química de la aleación AZ91D.

En la Figura 2 se observa la microestructura de la aleación de lingote de AZ91D obtenida mediante preparación metalográfica. Se aprecia una fase primaria  $\alpha$  saturada de magnesio y el eutéctico solidificado en borde de grano. Este eutéctico está compuesto por partículas gruesas intermetálicas embebidas en la fase  $\alpha$  y difiere de la fase  $\alpha$  en que contiene diferente concentraciones de soluto. El eutéctico adquiere tres formas diferenciadas: Una primera, con forma laminar, una segunda con forma irregular (fase  $\beta$   $Mg_{17}Al_{12}$ ), ambas formadas en borde interdendrítico y una tercera, menos abundante, en forma de compuesto intermetálico  $Al_8Mn_5$  [4] según análisis de las diferentes fases mediante espectrómetro de energía dispersiva de rayos X (EDX) adjunto al microscopio electrónico de barrido (MEB) utilizado .

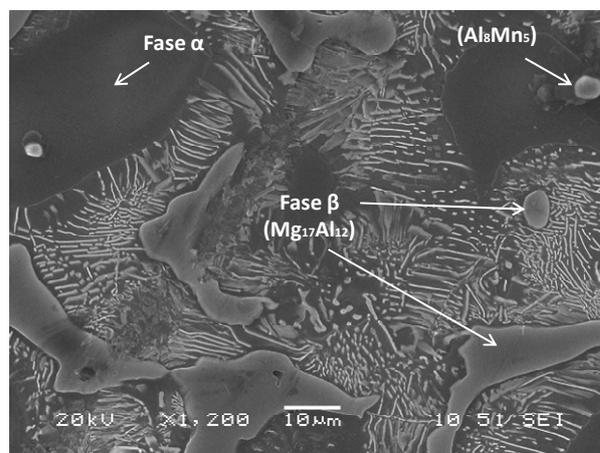


Figura 2. Microestructura de lingote de la aleación AZ91D obtenida mediante MEB.

Se han mecanizado barras de sección (10x10mm) procedentes de lingote de este material y posteriormente se han obtenido, mediante corte metalográfico transversal de estas barras, desbaste y pulido, probetas EMP de 0,5mm de espesor.

**3. EXPERIMENTACIÓN**

En esta primera etapa, se ha realizado una batería de cuatro ensayos convencionales de EMP, a temperatura ambiente, cuyos resultados se muestran en las curvas de la Figura 4. Así mismo, se han efectuado ensayos de tracción de esta aleación a temperatura ambiente y 120°C. Con los valores obtenidos del ensayo de tracción se ha realizado la simulación en ABAQUS del ensayo EMP.

Debido a que los resultados experimentales previos que se presentan en este estudio para la aleación de magnesio AZ91D, se han realizado a temperatura ambiente, lo que se realmente se está analizando es la fluencia del material a temperatura ambiente y sus mecanismos asociados, y no tanto el fenómeno de creep, entendiéndose como tal la fluencia a alta temperatura.

Se han realizado una batería de ensayos de EMP-CREEP a temperatura ambiente con cargas de 53,9N (5,5Kg) y 83,3N (8,5Kg) con una duración de 30min. Además se han realizado ensayos de EMP-CREEP interrumpidos con carga de 83,3N (8,5Kg) a temperatura ambiente y se ha observado mediante MEB la evolución del inicio de fallo en este material.

#### 4. MECANISMOS DE CREEP EN ALEACIONES DE MAGNESIO.

El fenómeno de creep se define como la parte dependiente del tiempo de las deformaciones provenientes de tensiones [5]. En general se relaciona con las altas temperaturas, definidas como relativas respecto al punto de fusión de los materiales  $T_f$ .

En aleaciones de magnesio, los mecanismos de creep son debidos a fenómenos de difusión, dislocaciones y deslizamientos en borde de grano, siendo estos dos últimos los mecanismos más relevantes debido a que el creep por difusión se produce a tensiones más bajas [6] y requiere altas temperaturas.

El mecanismo de creep por deslizamiento en borde de grano es debido a una baja resistencia de las fases de borde de grano, a la temperatura y a una red perturbada en la zona de borde de grano. También puede ser debido a los complejos procesos de solución/precipitación y respuestas de dislocación. Durante el deslizamiento en borde de grano, los granos deslizan unos sobre otros sin sufrir una deformación notable, siendo este mecanismo de creep el más típico para aleaciones de magnesio con contenido de aluminio y con baja resistencia a creep como la aleación AZ91D [6].

Las dislocaciones conducen al material a deformación plástica causando deformación de toda la muestra. Las dislocaciones por creep se basan en este efecto, dejando un endurecimiento por deformación en borde de grano, a temperaturas bajas debido a que los precipitados, los bordes de grano y otras dislocaciones hacen de barrera. Sin embargo, a altas temperaturas las dislocaciones "cross-slip" son capaces de saltar estas barreras, utilizando el calor como energía de activación para trepar por las dislocaciones estando cerca de los procesos de difusión. Por esta razón, la velocidad de creep no sólo depende de la temperatura y de la tensión sino también de las propiedades específicas del material, especialmente del módulo de Young (lo cual parece ser la razón principal por la cual las aleaciones de aluminio presentan mayor resistencia a creep que las de magnesio), el coeficiente de difusión y la energía de fallo por apilamiento "stacking fault energy" [6].

El magnesio puro presenta un único mecanismo de deformación a temperaturas bajas (movimientos de dislocación de planos basales (0001) en dos direcciones lineales independientes <11-20>. La capacidad para someterse a deformación plástica en materiales

policristalinos viene dada por el criterio de Von-Mises, donde para llevar a cabo alguna deformación sin rotura en borde de grano se necesita activar cinco sistemas de deslizamiento independientes en cada cristal [6].

El magnesio, a falta de tres sistemas de deslizamiento, es muy duro para deformarse a temperatura ambiente, siendo el maclado otro sistema de deformación plástica mediante deslizamiento muy importante en este material. A temperatura ambiente, el maclado ocurre en planos piramidales {10-12}. De hecho, sólo es posible que ocurra el maclado cuando se aplican tensiones de compresión perpendiculares o paralelas a estos planos. En la deformación plástica y a temperaturas elevadas, el maclado es un proceso de desgaste térmico que tiene poca influencia pero sin embargo su contribución hacia el creep primario no debe ser descuidada [6].

El mecanismo de rotura de este material es frágil, intergranular e interdendrítico y se denomina cavitación (unión de cavidades). Se produce la cavitación de zonas de contacto entre granos y agrietamiento, sobre todo cuando el material se somete a altas temperaturas, debido a que la unión entre granos es más débil que dentro del propio grano, existe deformación por fluencia en forma de deslizamiento en los bordes de grano y la nucleación y crecimiento de huecos se concentran en las zonas de contacto entre grano.

En las aleaciones de Mg-Al, el mecanismo de cavitación por creep ocurre principalmente en los bordes de grano dendrítico (interdendrítico) donde residen las partículas del eutéctico. El crecimiento y la coalescencia de esas cavidades conduce a la fractura final de las probetas de creep [4]. La resistencia de a creep de las aleaciones Mg-Al, depende del fortalecimiento de la solución sólida de Al, de la precipitación de la fase  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) dentro de los granos y en el borde de grano en forma de eutéctico. El eutéctico  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) en borde de grano contribuye a la resistencia a creep obstaculizando la eliminación de dislocaciones (recuperando) en dislocaciones de creep o inhibiendo la migración y/o deslizamiento en difusión por creep [4].

Según estudios realizados de los mecanismos de creep en las aleaciones de magnesio dependen de las fases y compuestos intermetálicos presentes en cada aleación así como la evolución de estos cuando están sometidos a tensión y temperatura durante tiempo. El tamaño de grano de la aleación también influye en la respuesta a creep del material. Un tamaño de grano fino, al tener más superficie de borde de grano que un tamaño de grano grueso, está sujeto a más difusión y en consecuencia más creep altas temperaturas [5].

La aparición de precipitados en la aleación de magnesio AZ91 después de someterse a creep es debido a un proceso de precipitación dinámico producido por la aparición de dislocaciones de creep. Las dislocaciones

actúan como zonas heterogéneas para la nucleación de precipitados [7].

Por otro lado, al contrario de que ocurre en el estado III de creep convencional (creep terciario) que da lugar a la pérdida de sección para daño externo como el estrechamiento “necking” o para daño interno en forma de cavitación, el creep terciario está asociado a la degradación microestructural [8]. Esta degradación de la microestructura se puede dar de dos formas: una es el engrosamiento y/o disolución de partículas de precipitados; la otra es el endurecimiento por deformación debido a un incremento en la densidad o en la velocidad de movimiento de dislocaciones [9].

### 5. ESTADO TENSIONAL EN LA PROBETA EMP

Para poder establecer una correlación entre los ensayos de creep uniaxiales y los ensayos EMP-CREEP es necesario tener un perfecto conocimiento del estado tensional que se genera en la probeta EMP para diferentes niveles de carga.

En general, podemos decir que el estado tensional que se genera en la probeta miniatura de punzonado es un estado tensional complejo, de carácter biaxial o triaxial, y que presenta una serie de diferencias significativas con respecto al ensayo de creep uniaxial. En la Figura 2 se presenta una simulación numérica de la probeta EMP, donde se ha simulado una geometría cilíndrica de 6 mm de diámetro y 0.5 mm de espesor.

En la Figura 4 se presenta la curva simulada junto con los ensayos experimentales de 4 probetas EMP de la aleación AZ91D. La simulación es válida en las primeras etapas de deformación (hasta la zona C), donde empiezan a aparecer divergencias, dado que en la simulación no se ha considerado ningún modelo de daño que reproduzca las roturas que comienzan a tener lugar en esta zona y que hacer caer la curva P- $\delta$ .

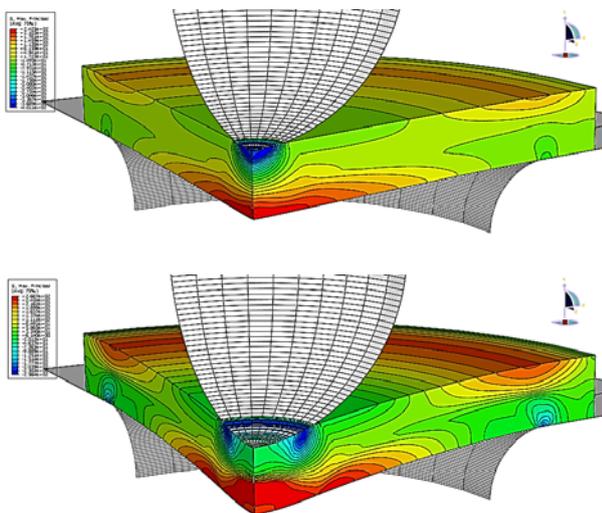


Figura 3. Estado tensional de la probeta EMP en dos estados de carga diferentes.

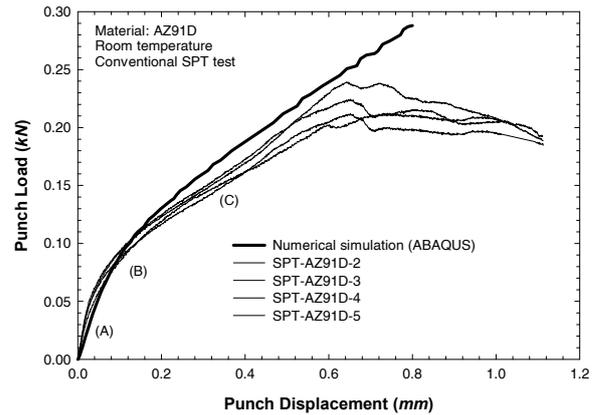


Figura 4. Curvas EMP y simulación numérica del material AZ91D.

Una de las primeras características del estado tensional de la probeta EMP es que el estado tensional en la zona del punzón es un estado triaxial de compresión, mientras que en la superficie inferior de la probeta (cara opuesta del punzón) el estado tensional es biaxial de tracción. Es precisamente en esa zona de la cara opuesta del punzón donde se alcanzan los mayores estados tensionales durante el proceso de carga de la probeta, tal y como aparece reflejado en la Figura 3. El punto correspondiente al máximo estado tensional de tracción se va desplazando a lo largo del ensayo, alejándose de la zona central.

A medida que aumenta la carga en la probeta, las tensiones en la cara opuesta del punzón aumentan hasta alcanzar el valor del límite elástico del material en la zona de la curva donde comienza el cambio de pendiente (B).

En consecuencia, si se pretende conseguir un estado tensional cercano al límite elástico se debe trabajar en esta zona (A). Una vez sobrepasada la zona (B) la cara inferior de la probeta ya se encuentra plastificada.

Otra de las notables diferencias del ensayo EMP, con respecto al ensayo de tracción uniaxial, es que el estado tensional que tiene lugar en la probeta presenta altos gradientes tensionales, desde el centro de la probeta hacia los extremos, lo que en un ensayo de creep supondría diferentes velocidades de deformación en cada punto de la probeta.

Y finalmente, otra de las grandes diferencias del EMP con respecto a un ensayo de creep uniaxial es que durante el ensayo EMP-CREEP (carga constante) se pueden producir redistribuciones tensionales nada despreciables. Las zonas más tensionadas sufrirán deformaciones por fluencia, a la vez que se relajan perdiendo tensión. Por equilibrio tensional si las tensiones en una zona se relajan deberán aumentar en las zonas circundantes, lo que se traduce en un estado tensional variable que tiende a uniformizarse a lo largo del ensayo.

Por su parte, en la Figura 5 se presenta la evolución de la tensión principal máxima frente al desplazamiento de la probeta en el punto situado en la zona central y en la cara opuesta al punzón (nos referiremos a este punto como punto central, PC).

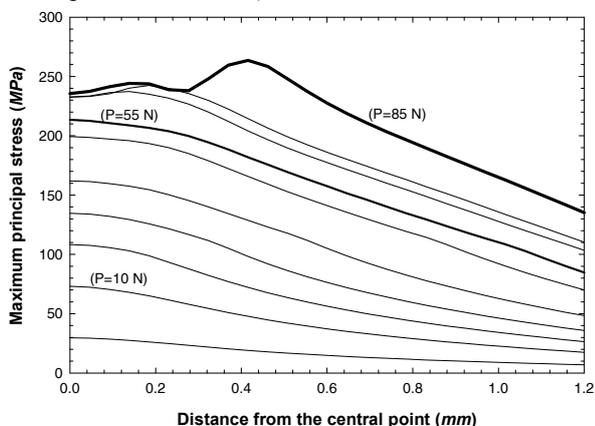


Figura 5. Evolución de la tensión principal máxima en desde el punto central y en dirección radial.

### 6. ENSAYOS DE FLUENCIA A TEMPERATURA AMBIENTE SOBRE PROBETAS EMP

En la Figura 6 se presenta, a modo de ejemplo, la curva desplazamiento del punzón frente al tiempo, de dos ensayos a diferente nivel de carga mantenida (5.5 kg y 8.5 kg respectivamente). Dichas curvas se han superpuesto para facilitar su comparación.

En estos ensayos EMP-CREEP, realizados a temperatura ambiente, se han obtenido curvas con la forma típica de los ensayos de fluencia (deformación frente al tiempo). Se aprecia una parte primaria y una parte secundaria o estabilizada, caracterizada por una velocidad de deformación constante. Tal y como muestra la figura 6, se observa una clara influencia de la carga aplicada en la forma de la curva, tanto en la fase primaria (diferente radio de curvatura) como en la parte secundaria (mayor pendiente a mayor carga).

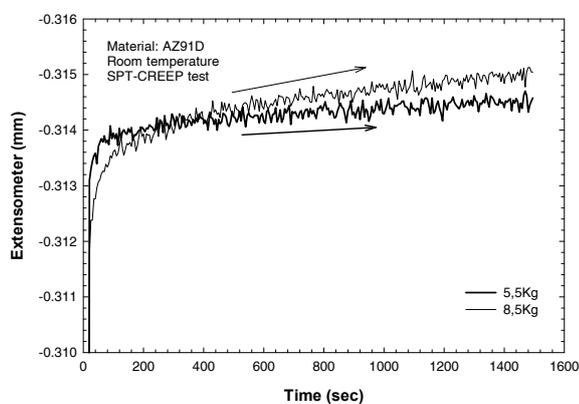


Figura 6. Ensayos CREEP-EMP a temperatura ambiente con 5,5Kg y 8,8Kg.

En consecuencia, se puede observar la sensibilidad del ensayo EMP-CREEP frente al nivel de la carga aplicada, y la posibilidad de, mediante una metodología adecuada, poder extraer de esta curva los parámetros de creep de los materiales ensayados.

También se han identificado pequeños saltos existentes en las curvas EMP-CREEP con mecanismos de rotura locales que van desarrollándose en el material a lo largo del tiempo. En ese sentido, y para analizar dichos mecanismos de rotura en este material durante el ensayo EMP-CREEP, se han realizado una serie de ensayos interrumpidos para una misma probeta, siguiendo la evolución del daño que aparece con el tiempo, para una misma carga (8,5Kg) y a temperatura ambiente.

En la Figura 7 se presenta una de las probetas analizadas, donde se ha detenido el ensayo a  $t_1=0.5h$ ,  $t_2=2.5h$  y  $t_3= 74.5h$  respectivamente. Se puede observar la aparición de microgrietas en la zona central de la muestra (en la cara opuesta donde incide el punzón) y su crecimiento con el tiempo. Asimismo se ha detectado la aparición de nuevas microgrietas a lo largo del ensayo. Se ha observado que algunas de las grietas que aparecen en  $t_2$  permanecen estabilizadas mientras otras originadas en  $t_1$  han crecido considerablemente como se aprecia en los detalles de la Figura 8.

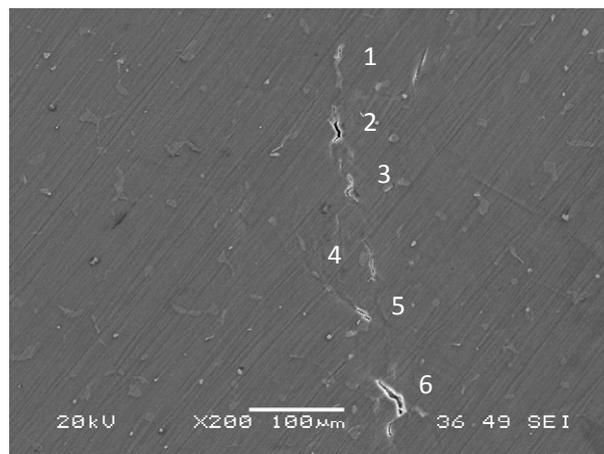


Figura 7. Microgrietas en fase  $\beta$  de la aleación AZ91D para  $t_1$ .

El mecanismo de rotura que se aprecia en este material a temperatura ambiente, presenta un aspecto frágil y además tiene lugar en la fase  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) con forma irregular presente en borde de grano interdendrítico.

Además desde  $t_1$ , se observa el aspecto de las dislocaciones de este material. Estos mecanismos de rotura frágil son debidos en parte a la temperatura a la que se han realizado los ensayos, siendo esta un factor importante que potenciará mecanismos más dúctiles como las dislocaciones en este material.

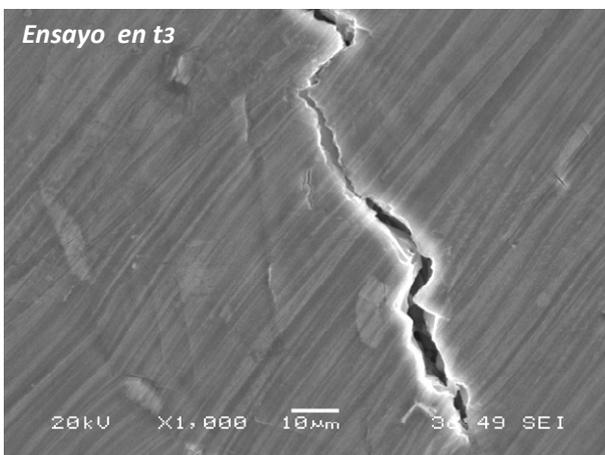
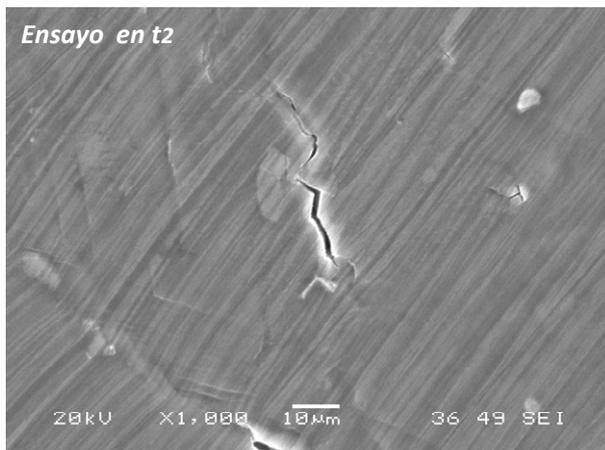
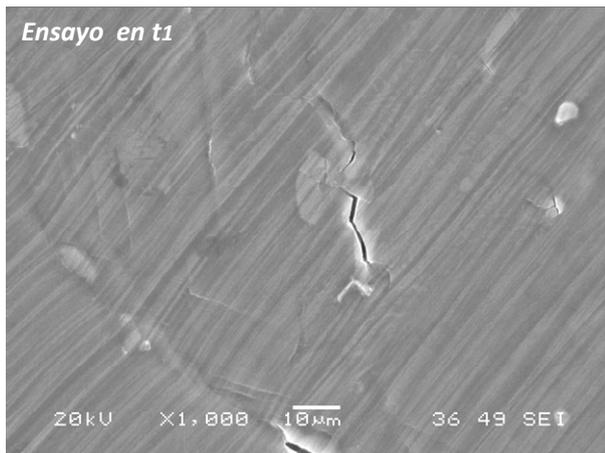


Figura 8. Evolución de la microgrieta 4 de la figura 7 durante el ensayo interrumpido para  $t_1$ ,  $t_2$  y  $t_3$  respectivamente y dislocaciones.

## 7. CONCLUSIONES

Del estudio presentado en el presente artículo pueden extraerse una serie de conclusiones que se resumen a continuación.

En primer lugar, existen considerables diferencias entre la distribución de tensiones en un ensayo de creep convencional y un ensayo de creep con probeta EMP.

Sin embargo, de los ensayos EMP-CREEP realizados para AZ91D, se ha observado que la forma de las curvas carga desplazamiento presenta las tendencias típicas del fenómeno de creep lo cual permitirá determinar los parámetros de creep del material analizado a partir de este ensayo EMP.

En cuanto al material analizado, se ha observado mediante ensayos interrumpidos que la rotura a temperatura ambiente se produce en la fase  $\beta$ , en el borde de grano interdendrítico, y presenta un aspecto frágil y a cargas cercanas a las del valor del límite elástico del material para esa temperatura.

Para desencadenar mecanismos más dúctiles y poder determinar en probetas EMP el inicio de rotura a creep, es necesario realizar ensayos a temperaturas más elevadas, que el material presenta mayor alargamiento a rotura en los ensayos de tracción realizados a 120°C.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del proyecto MCI Ref: MAT2011-28796-C03-02.

## REFERENCIAS

- [1] M. Gupta, N.M.L. Sharon, (2011) *Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites*, WILEY ed., John Wiley & Sons, New Jersey&Canada.
- [2] M.M. Avedesian, H. Baker, A.S.M.I.H. Committee, (1999) *Magnesium and magnesium alloys*, ASM International, USA.
- [3] A.S.M.I.H. Committee, (2008) *ASM Metals Handbook V15: Casting*, ASTM International ed., USA.
- [4] S.M. Zhu, B.L. Mordike, J.F. Nie, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 37 (2006) 1221-1229.
- [5] C.W. Richards, (1961) *Engineering materials science*, Wadsworth Pub. Co.
- [6] K.U. Kainer, (2003) *Magnesium alloys and technology*, WILEY-VCH ed., DGM, Federal Republic of Germany,
- [7] T. Sato, B.L. Mordike, J.F. Nie, M.V. Kral, (2005) in *Magnesium Technology 2005*, N.R. Neelameggham, H.I. Kaplan, And B.R. Powell, eds., TMS, Warrendale, P.A, pp.435-40.
- [8] M.F. Ashby, B.F. Dyson (1984). in *Advances in Fracture Research*, S.R. Pergamon Press, New Delhi, Ind, pp. 3-30.
- [9] P. Zhang, B. Watzinger, W. Blum, (1999). *Phy. Stat. Sol., (A) Applied Research*, 175. 481-489.

## UTILIZACIÓN DEL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO EN LA CARACTERIZACIÓN A FRACTURA DE FILMS DE NANOCOMPUESTOS DE PLA

C. Rodríguez<sup>1\*</sup>, M. LL. Maspoch<sup>2</sup>

<sup>1</sup> IUTA, Universidad de Oviedo. Edificio Departamental Oeste nº 7, 33203, Gijón, España.  
\* e-mail: cristina@uniovi.es

<sup>2</sup> Centre Català del Plastic, Universidad Politècnica de Catalunya.  
C/Colom 114, 08222 Terrassa, España

### RESUMEN

El análisis del comportamiento a fractura de films de polímeros se basa en la obtención del trabajo esencial de fractura, para lo que se requiere el mecanizado, ensayo y evaluación de numerosas probetas entalladas. Teniendo en cuenta que todas estas labores requieren un elevado coste asociado (mecanizado de probetas, utilización de equipos de ensayos complejos, tiempo de análisis de resultados), la utilización de técnicas de ensayo alternativas que impliquen el ahorro tanto de material como de tiempo es una opción cada vez más utilizada. El ensayo miniatura de punzonado (EMP) es uno de los ensayos que en los últimos años ha sufrido un gran desarrollo como alternativa a los ensayos convencionales en el caso de los aceros y otras aleaciones metálicas.

En este trabajo se analiza la aplicabilidad del ensayo EMP en la caracterización a fractura de films de Poli (ácido láctico), PLA, que ha sido reforzado con nano compuestos de arcilla en diferentes porcentajes. La aplicabilidad del método se evalúa comparando los resultados obtenidos utilizando el EMP con los correspondientes a ensayos convencionales. Asimismo, la rapidez del EMP y el poco material requerido para los ensayos han hecho posible el análisis detallado del modo en el que afectan los tratamientos de rejuvenecimiento que habitualmente se aplican a estos materiales así como la pérdida de sus beneficios a lo largo del tiempo.

**PALABRAS CLAVE (máximo 3):** Poli (ácido láctico), trabajo esencial de fractura, Ensayo Miniatura de Punzonado.

### 1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos miniatura de punzonado o ensayos SPT (Small Punch Test) llevan utilizándose con éxito en la caracterización mecánica de diversas aleaciones mecánicas desde hace varias décadas [1-2]. La ventaja de este ensayo consiste en que utiliza probetas de muy pequeño tamaño (lado o diámetro inferior a 10 mm) y espesor (menos de 0.5mm). Estas probetas, cuyo contorno se encuentra empotrado, se someten a la acción de un punzón de cabeza semiesférica que la deforma hasta su rotura, tal como se esquematiza en la figura 1.

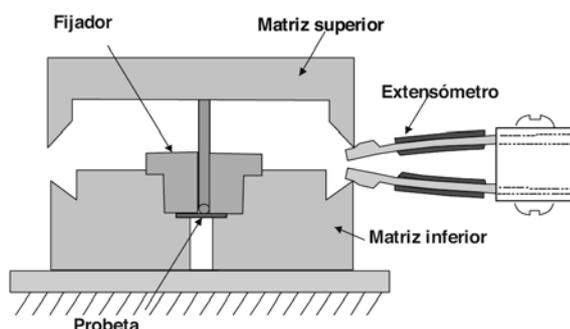


Figura 1. Configuración del ensayo small punch

Durante el ensayo se obtiene el registro carga-desplazamiento del punzón sobre la que se obtienen una serie de parámetros característicos directamente relacionados con las propiedades mecánicas convencionales de los materiales [3]. La Figura 2 muestra el registro carga-desplazamiento típico de un acero estructural y las zonas donde se obtienen los diferentes valores de carga, desplazamiento o energía que, una vez convenientemente tratados y eliminado el efecto del espesor  $t$  de la probeta, se saben relacionados con parámetros tan importantes como el límite elástico (ec. 1), la resistencia a la tracción (2), el alargamiento (3) o la tenacidad del acero (4).

$\sigma_y = \alpha \frac{P_y}{t^2}$ (1)	$\sigma_u = \beta \frac{P_{max}}{t^2}$ (2)	$A(\%) = \gamma \frac{d_{max}}{t}$ (3)	$J_{IC} = \theta \frac{W_{max}}{t^2}$ (4)
--	---	---	--

donde  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  y  $\theta$  son coeficientes característicos del tipo de material [4].

Aunque mucho más tarde y de forma más tímida, el ensayo SPT también ha sido aplicado en la caracterización de ciertos tipos de materiales

poliméricos [5,6]. No obstante, el comportamiento de este tipo de materiales puede ser tan variado, que la mayor parte de los trabajos realizados se quedan en el simple análisis de las curvas obtenidas en el ensayo, sin entrar en la definición precisa de las posibles relaciones entre las propiedades mecánicas convencionales y las que se obtendrían a través del ensayo SPT.

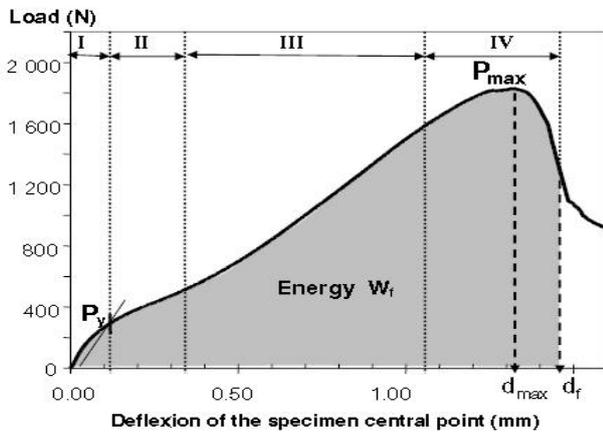


Figura 2. Curva SPT característica de un acero

Parece pues interesante dar un paso más y analizar si es posible establecer algún tipo de relación entre los parámetros obtenidos en el ensayo SPT y los normalmente utilizados en la definición mecánica de los polímeros. Estas relaciones serían especialmente útiles cuando el material es escaso y, sobre todo, en aquellos casos en los que la caracterización convencional es especialmente larga y costosa. Este sería el caso de los materiales poliméricos fabricados en forma de film, cuya caracterización a fractura, a través del trabajo esencial de fractura, requiere el mecanizado, ensayo y evaluación de numerosas probetas entalladas.

Uno de los polímeros cuya aplicación en la industria del embalaje requiere su fabricación en forma de film y que ha tomado protagonismo en el momento actual por ser una alternativa a los derivados de combustibles fósiles, es el Polí(Ácido Láctico) (PLA). Este polímero se sintetiza a partir del ácido L-láctico (proveniente de la fermentación del almidón) y se caracteriza por ser un material semicristalino, con una  $T_g$  de alrededor de  $60^\circ\text{C}$  y una temperatura de fusión ( $T_m$ ) cercana a  $155^\circ\text{C}$  [7]. El grado de cristalinidad que puede alcanzarse viene determinado por la proporción de enantiómero D-láctico, así como la masa molecular que esté presente. Proporciones de tan sólo un 4 % mol (típica de los grados comerciales) del enantiómero D reduce su velocidad de cristalización a niveles tales que, en condiciones de procesamiento habituales, el producto es prácticamente amorfo [7]. No obstante, y debido a ciertos factores intrínsecos al material [8], éste exhibe un envejecimiento físico acelerado que ocasiona una disminución importante de tenacidad [9]. Es bien conocido que este fenómeno puede ser revertido aplicando un tratamiento térmico a temperaturas próximas a su  $T_g$  seguido de un enfriamiento brusco [10].

El objetivo de este trabajo es evaluar la aplicabilidad del ensayo miniatura de punzonado en la caracterización

mecánica de films de PLA con diferentes porcentajes de carga. Para ello se evaluará en primer lugar el tipo de curva característica, para posteriormente analizar los valores de carga, desplazamiento y energía que puedan estar relacionados con las características mecánicas convencionales así como las posibles relaciones entre los parámetros obtenidos a través de uno u otro ensayo. Por último, y en caso de demostrarse su aplicabilidad, se utilizará este tipo de ensayo para analizar el efecto de un proceso de rejuvenecimiento y su evolución a lo largo del tiempo.

## 2. MATERIALES UTILIZADOS: CARACTERIZACIÓN CONVENCIONAL

En este trabajo se han utilizado tres tipos de films obtenidos a partir de un grado comercial de PLA (NatureWorks, 2002D con 96 % de isómero L-láctico) y pero con diferentes cantidades de carga (en este caso una montmorillonita organomodificada, Southern Clay Products, Cloisite 30B con un 30 % de modificador orgánico). Los films, de unos 0.4 mm de espesor nominal, se obtuvieron con dos procesos diferentes. Mediante un proceso de extrusión mono-husillo se prepararon láminas de PLA virgen (PLA). Las láminas de PLA reforzadas con nanoarcillas se obtuvieron con el proceso de extrusión doble husillo, llevando a cabo tres etapas de procesamiento: (i) preparación de un masterbatch concentrado de nanoarcilla, (ii) homogeneización del masterbatch y (iii) dilución y calandrado de las láminas. Con este procedimiento se obtuvieron láminas con concentraciones finales de nanoarcilla de un  $0.5\pm 0.1$  (PLA0.5) y un  $2.4\pm 0.1$  % (PLA2.5) en masa respectivamente. Adicionalmente, se prepararon láminas de PLA virgen con PLA reprocesado en idénticas condiciones y proporciones que las láminas de PLA reforzadas con nanoarcilla, para tener en cuenta posibles efectos de la degradación por el procesamiento.

Estas láminas también fueron sometidas a un tratamiento térmico que consistió en un calentamiento a  $60^\circ\text{C}$  durante 20 minutos (recocido), seguido de enfriamiento rápido por inmersión en un baño de hielo y agua durante 5 minutos (temple), al que se referirá en adelante como tratamiento de "rejuvenecimiento". Para diferenciar los materiales con tratamiento de rejuvenecimiento de sus respectivos materiales de partida, se adiciona la letra T a la nomenclatura descrita anteriormente.

La caracterización mecánica a tracción de los films se realizó siguiendo la norma ASTM D-638 en una máquina de ensayos universal (Galdabini, Sun 2500) equipada con una célula de carga de 5kN y un videoextensómetro Mintron OS-65D. Las probetas, con geometría estándar (tipo IV) y obtenidas en dirección longitudinal (MD), se ensayaron a una velocidad de separación de mordazas de 10 mm/min y a una temperatura de  $22\pm 1^\circ\text{C}$ , obteniéndose las correspondientes curvas de tensión-deformación. A partir de dichas curvas se determinaron

la tensión y deformación en cedencia ( $\sigma_y$ ,  $\epsilon_y$ ) y la deformación a rotura ( $\epsilon_b$ ). La tabla 1 muestra los valores medios de al menos 5 ensayos válidos tanto de los materiales en estado envejecido como tras el tratamiento térmico de rejuvenecimiento. Como puede observarse, la carga de nanoarcilla apenas afecta a ninguna de las propiedades mecánicas a tracción. Por su parte, el tratamiento térmico provoca una ligera merma de la resistencia pero con un aumento muy notable de la ductilidad.

Tabla 1. Características mecánicas a tracción

	$\sigma_y$ (MPa)	$\epsilon_y$ (%)	$\epsilon_b$ (%)	$w_e$ (kJ/m <sup>2</sup> )	$\beta w_{pl}$ (kJ/m <sup>2</sup> )
PLA	74±1	2.5±0.1	22±3	29±3	1.3±0.2
PLA_T	61±1	--	455±25	36±3	5.9±0.2
PLA0.5	74±1	2.5±0.1	14±3	37±5	2.64
PLA0.5_T	65±1	--	386±16	39±2	5.6±0.1
PLA2.5	74±1	2.2±0.1	22±1	43±2	4.16
PLA2.5_T	68±1	--	308±28	47±3	6±0.2

Para la caracterización a la fractura se aplicó la Mecánica de la Fractura Post-Cedencia (PYFM) mediante el método del trabajo esencial de fractura (EWF) en probetas de doble entalla agudizada a tracción (DDENT). Los fundamentos teóricos y procedimiento de ensayo están descritos tanto en el protocolo de la ESIS [11] como en trabajos previos [12] por lo que no se detallan aquí. No obstante, es importante señalar que para determinar los parámetros de fractura se representan los valores del trabajo específico de fractura ( $w_f$ ) en función de la longitud de ligamento de las probetas ( $l$ ), para obtener por regresión lineal el trabajo esencial específico de fractura ( $w_e$ ) y el término plástico ( $\beta w_{pl}$ ) según la ecuación:

$$w_f = w_e + \beta w_{pl} \tag{5}$$

Para una correcta aplicación de la metodología del EWF es necesario que el rango de longitudes de ligamento de las probetas garantice la ausencia de efecto borde, un estado de tensión plana y la completa cedencia de la zona de proceso antes de la propagación de la grieta. Por otro lado, en las curvas  $F-d$  obtenidas para las probetas con diferentes longitudes de ligamento se debe observar una similitud geométrica [11].

Las probetas se troquelaron en la zona situada entre el extremo y el centro de las láminas (Figura 3a). Las dimensiones de las probetas DDENT (Figura 3b) fueron de 100x50x0.40 mm, con 5 longitudes de ligamento que oscilaron entre 5 y 25 mm a un intervalo de 5 mm. Para cada longitud de ligamento se realizaron tres réplicas. Los ensayos se realizaron empleando una velocidad de separación de mordaza de 1 mm/min y una temperatura de 22±1 °C. La deformación se obtuvo utilizando un videoextensómetro, según el procedimiento descrito en

trabajos previos [8]. Los resultados obtenidos se recogen en la tabla 1. Como puede observarse, la carga de nanoarcilla sí parece influir en tenacidad de los PLA, aumentándola ligeramente. En este mismo sentido parece influir el tratamiento térmico aunque el incremento de tenacidad que produce es más notorio en el material sin carga.

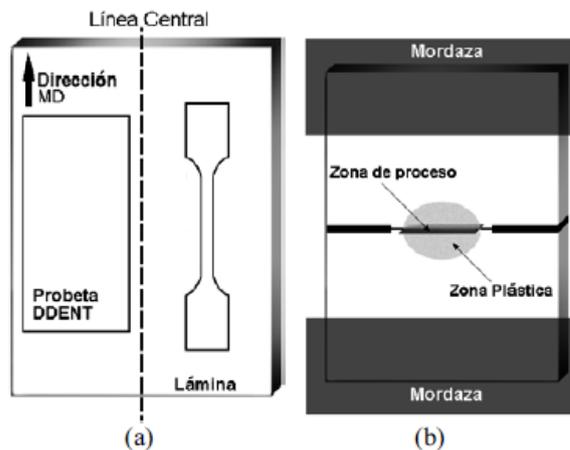


Figura 3. Zona de extracción de las probetas de tracción y fractura en dirección MD

### 3. ENSAYOS MINIATURA DE PUNZONADO

Los ensayos miniatura de punzonado se realizaron sobre probetas de sección cuadrada de 10mm de lado y espesor igual al de la lámina de partida, que fueron extraídas directamente de las láminas mediante la utilización de una cizalla. Los ensayos se realizaron en una máquina MTS de 5kN de capacidad de carga a una velocidad de ensayo de 0.2 mm/min. Para cada material, el número de probetas ensayadas fue siempre superior a 10.

La figura 4 muestra, de forma conjunta, tres registros gráficos carga-desplazamiento correspondientes a los 3 tipos de PLA analizados.

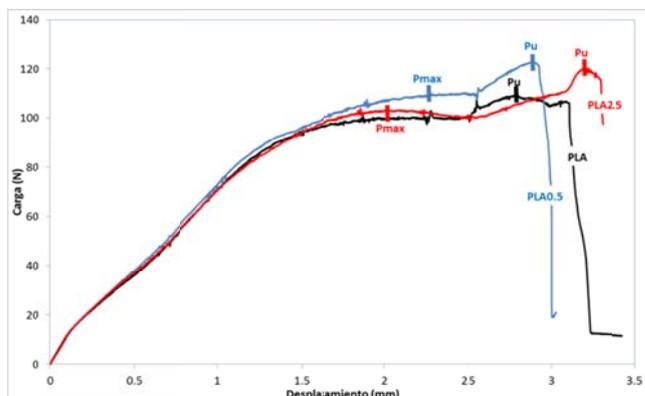


Figura 4. Curvas SPT características de los materiales

Como puede verse la curva característica de este tipo de materiales difiere sensiblemente, al menos en la zona final de la correspondiente a los aceros. En este caso, tras superarse la zona de carga máxima ( $P_{max}$ ) y producirse una cierta caída de la carga, los materiales muestran un proceso de endurecimiento que finaliza en la rotura final de la probeta.

Si comparamos este tipo de curva con las características del ensayo de tracción para este tipo de materiales [8], parece lógico establecer un cierto paralelismo entre la zona en la que se alcanza la primera carga máxima del ensayo SPT (punto  $P_{max}$  en figura 4) y el punto correspondiente a la cedencia del ensayo de tracción, por esta razón los valores de carga y desplazamiento correspondientes a ese punto ( $P_{max}$  y  $d_{max}$ ) podrían estar relacionados con la tensión y la deformación a cedencia ( $\sigma_y$ ,  $\epsilon_y$ ) respectivamente. Del mismo modo, el punto en el que vuelve a alcanzarse un máximo de carga, previo a la rotura final, sería el que estuviese relacionado con la deformación a rotura ( $\epsilon_b$ ) y la tenacidad a fractura ( $w_e$ ) de estos materiales. No obstante, también calcularemos el valor de  $P_y$ , correspondiente al límite de la zona inicial lineal y que en el caso de los aceros está relacionado con el límite elástico de los mismos.

La tabla 2 recoge los valores medios y la desviación standard de los parámetros  $P_y/t^2$ ,  $P_{max}/t^2$ ,  $d_{max}/t$ , y  $W_u/t^2$  de los tres tipos de polímeros analizados.

Tabla 2. Parámetros característicos SPT

	$P_y/t^2$ (MPa)	$P_{max}/t^2$ (MPa)	$d_{max}/t$	$W_u/t^2$ (N/mm)
PLA	123±14	617±40	5.2±0.9	1056±220
PLA0.5	115±10	621±19	5.5±0.5	1357±200
PLA2.5	107±30	626±29	6.0±0.4	1502±103

Como puede observarse, y al igual que pasaba con las características mecánicas a tracción no existen diferencias significativas entre ninguno de los parámetros característicos tras el ensayo SPT de los tres materiales. Únicamente parece haber diferencia en el valor de  $W_u/t^2$  del material sin carga y del cargado con un 2.5 de nanoarcilla. En el caso de los aceros, este parámetro está relacionado con la tenacidad a la fractura (4), que curiosamente también era significativamente diferente en los ensayos de fractura convencionales (ver tabla 1).

A partir de estos resultados se han calculado el valor de los coeficientes,  $\alpha$ ,  $\gamma$  y  $\theta$ , que relacionan las propiedades SPT con el límite de cedencia ( $\sigma_y$ ), la deformación a cedencia ( $\epsilon_y$ ), y la tenacidad a fractura ( $w_e$ ), respectivamente. La tabla 3 recoge los resultados obtenidos. Los dos valores del coeficiente  $\alpha$  recogidos en dicha tabla corresponderían al uso de  $P_y$  ( $\alpha_{t/10}$ ) o de  $P_{max}$  ( $\alpha_{Pmax}$ ) en la relación con el límite de cedencia (1).

La tabla refleja cómo en este caso, el coeficiente que liga el límite de cedencia con el parámetro SPT en el punto de carga máxima,  $\alpha_{Pmax}$ , así como el que relaciona el trabajo esencial de fractura con el área encerrada bajo la curva en el instante del fallo,  $\theta$ , no parecen depender del tipo del polímero que se esté analizando. De confirmarse este comportamiento en el caso de más polímeros de este tipo, estos coeficientes nos permitirían obtener tanto el límite de cedencia como la tenacidad a la fractura del material en un mismo ensayo, que además requiere una cantidad de muestra muy reducida. No ocurre lo mismo con los otros dos coeficientes, que indudablemente no parecen relacionar los parámetros analizados.

Tabla 3. Coeficientes SPT obtenidos experimentalmente

	$\alpha_{t/10}$	$\alpha_{Pmax}$	$\gamma$	$\theta$
PLA	0.54 ±0.06	0.11 ±0.01	2.7 ±0.5	0.028 ±0.005
PLA0.5	0.64 ±0.05	0.12 ±0.004	2.5 ±0.2	0.028 ±0.004
PLA2.5	0.82 ±0.56	0.12 ±0.006	3.7 ±0.3	0.029 ±0.002

Parece conveniente señalar, además, la sorprendente sensibilidad de este ensayo a la presencia de pequeños defectos presentes en las probetas previamente al inicio del ensayo. Estos defectos, que ya están presentes a simple vista en las muestras originales, se hacen más numerosos conforme el material es manipulado para someterlo a procesos de corte, etc. La figura 5 recoge el diferente comportamiento exhibido por varias probetas del mismo material pero con diferente grado de daño por manipulación. Como puede observarse, la presencia de daño hace caer drásticamente las propiedades resistentes del material así como su tenacidad. Además, mientras que la rotura de la probeta “sana” se produce en la zona de máxima deformación (figura 6a), el fallo de la otra probeta se produce en la zona del defecto (figura6b).

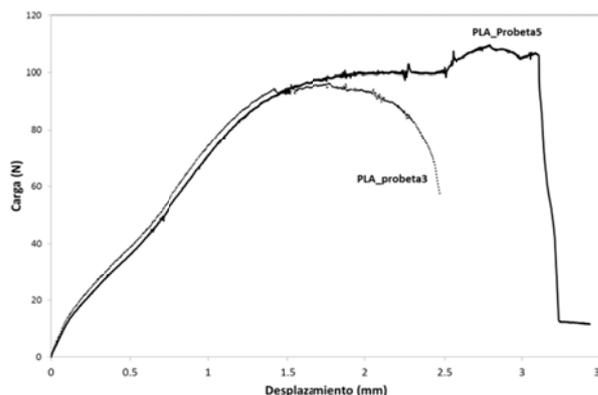


Figura 5. Efecto de la presencia de un defecto (PLA\_probeta3) en la curva SPT del material sin carga

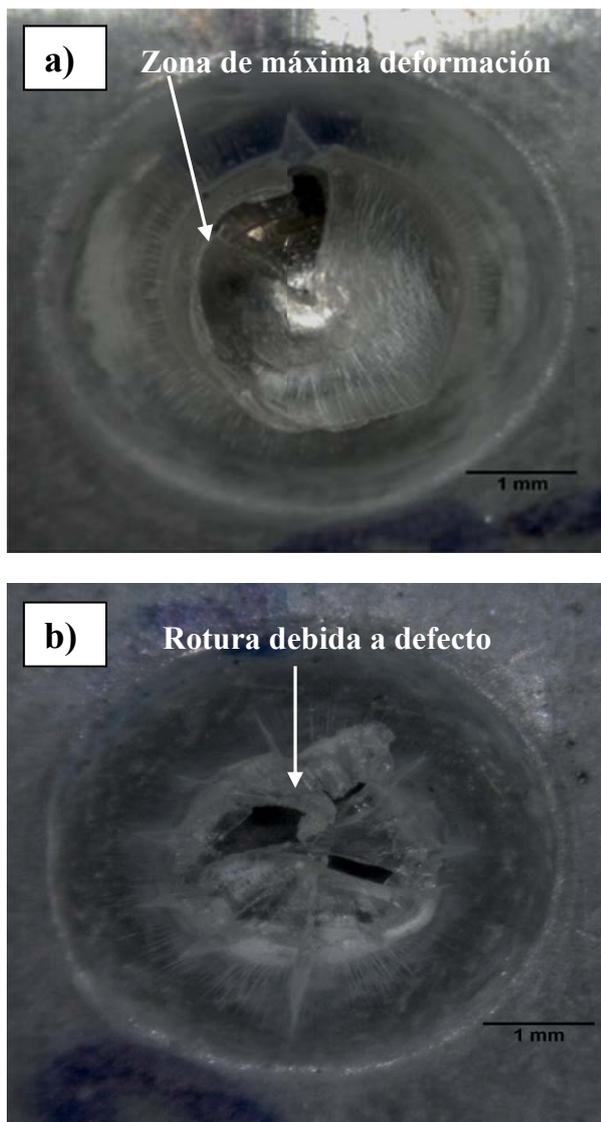


Figura 6. Aspecto de las roturas de las probetas: a) sin defecto previo (PLA\_probeta 5), b) con un pequeño defecto inicial (PLA\_probeta 3)

#### 4. EFECTO DE LA VELOCIDAD DE ENSAYO

Analizada la aplicabilidad del ensayo miniatura de punzonado en la caracterización mecánica de los PLA estudiados, merece la pena evaluar el efecto de la velocidad de ensayo. El objetivo final sería poder aumentarla y de este modo reducir el tiempo de ensayo (unos 20-30 minutos con la velocidad standard de 0.3 mm/min). Con ello reduciríamos costes y además los ensayos serían menos sensibles a posibles variaciones del comportamiento del material durante el transcurso del ensayo (variaciones que podrían exhibir los PLA tras un proceso de rejuvenecimiento [14]).

El resultado es que el ensayo SPT se muestra muy sensible al efecto de la velocidad de deformación. Así, realizados ensayos a distintas velocidades de desplazamiento del punzón (0.2, 1 y 2 mm/min), en

todos los casos se aprecia una notable pérdida de tenacidad de los materiales conforme aumenta la velocidad de ensayo, mientras que el valor de la resistencia apenas varía. La figura 7 recoge las curvas SPT correspondientes al material sin carga (PLA) ensayado a las distintas velocidades.

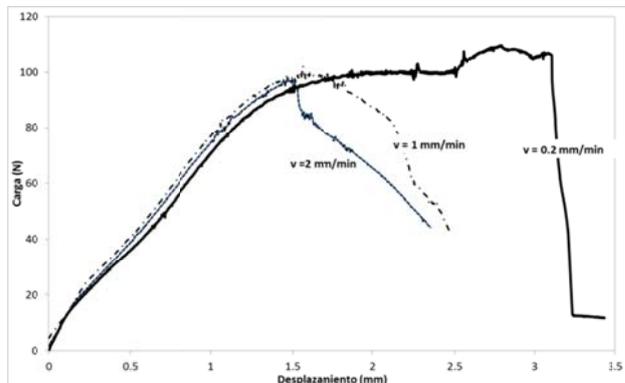


Figura 7. Curvas SPT del material PLA obtenidas a distintas velocidades de ensayo

#### 5. EFECTO DEL TRATAMIENTO DE REJUVENECIMIENTO

El efecto inmediato del proceso de rejuvenecimiento ya había sido evaluado mediante ensayos mecánicos convencionales de tracción y fractura y sus resultados se resumían en la tabla 1. Este efecto también ha sido evaluado utilizando el ensayo SPT con el material sin carga tratado (PLA\_T). Además se analizó el efecto del tiempo transcurrido tras el tratamiento térmico, ensayando probetas que habían sido tratadas a distintos intervalos de tiempo desde el tratamiento. Las probetas tratadas tenían la misma geometría que las no tratadas y fueron ensayadas en las mismas condiciones que aquellas, pero a distintos intervalos de tiempo desde que habían sufrido el proceso de rejuvenecimiento. Así se realizaron ensayos sobre el material inmediatamente tratado (PLA\_T0) y una vez transcurridas 1 (PLA\_T1), 12 (PLA\_T12), y 24 (PLA\_T24) horas. La figura 8 recoge, a modo de ejemplo las curvas carga-desplazamiento correspondientes a esta batería de ensayos en el caso del material sin carga (PLA).

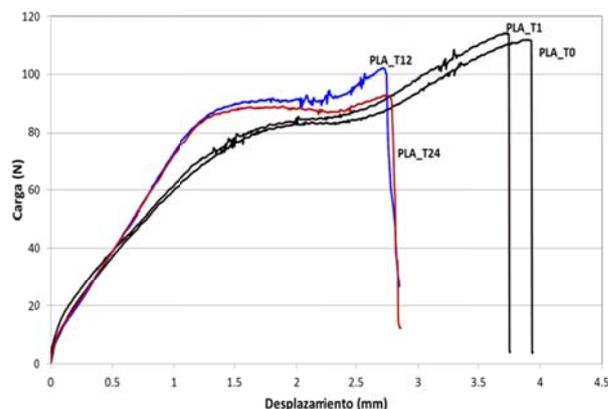


Figura 8. Curvas SPT del material PLA ensayadas transcurridos distintos intervalos de tiempo desde el tratamiento de rejuvenecimiento

Como se refleja en la figura 8, el efecto del tiempo transcurrido tras el tratamiento térmico de rejuvenecimiento es claramente observable a través del empleo del ensayo SPT. Conforme pasa el tiempo (ver tabla 4) el material sufre un incremento de la resistencia (tomada en carga máxima) y de la rigidez, con la consecuente merma de ductilidad y tenacidad. De este modo y transcurridas unas 12 horas desde el tratamiento, el material exhibe un comportamiento semejante al del material sin tratar (tabla 1).

Tabla 4. Parámetros SPT del material PLA transcurridos diferentes tiempos desde el tratamiento

	$P_{max}/t^2$ (MPa)	$d_{max}/t$	$d_u/t$	$Wu/t^2$ (N/mm)
PLA_T0	550	5.4	9.95	1862
PLA_T1	563	5.2	9.46	1902
PLA_T12	611	5.1	6.92	1279
PLA_T24	587	4.8	7.01	1260

Conviene señalar, que aunque se realizaron ensayos a intervalos de tiempo comprendidos entre las 2 y las 12 horas, los resultados obtenidos muestran una gran dispersión y por esa razón no se han recogido en este trabajo. La explicación a esta variabilidad de resultados, podría fundamentarse en el hecho de que únicamente se ha realizado un ensayo en cada intervalo de tiempo, por lo que el hecho de que la probeta utilizada tuviese algún pequeño defecto inicial, enmascararía el efecto del tratamiento térmico. Por esta razón es obvio que un análisis completo del efecto del tratamiento térmico y su atenuación a lo largo del tiempo mediante el ensayo SPT necesita la realización de un mayor número de ensayos.

## 6. CONCLUSIONES

Tras la aplicación del ensayo SPT en la caracterización mecánica de polímeros PLA, suministrados en forma de film y con distintos porcentajes de carga, cabe destacar las siguientes conclusiones:

- 1- El ensayo SPT se perfila como una herramienta eficaz en la caracterización mecánica de este tipo de materiales, permitiendo, en un solo ensayo y con una muy pequeña cantidad de muestra, obtener valores aproximados tanto del límite de cedencia como de la tenacidad a la fractura de los polímeros.
- 2- Se han establecido relaciones fiables entre parámetros del ensayo SPT y propiedades mecánicas convencionales como el límite de cedencia y el trabajo esencial de fractura de los distintos nanocompuestos de PLA.
- 3- El ensayo se muestra muy sensible a la presencia de pequeños defectos previos en la probeta, lo que permitiría su utilización en el control de calidad de estos materiales.
- 4- Este ensayo también es muy sensible a la velocidad de desplazamiento, por lo que únicamente serían

comparables los resultados de ensayos realizados a la misma velocidad.

5- La sencillez, tanto del ensayo SPT como de las probetas utilizadas, permiten una rápida caracterización de los materiales, lo que incita a su empleo en el análisis de comportamientos transitorios, como el envejecimiento acelerado que sufren este tipo de polímeros.

6- A través del ensayo SPT ha sido posible evaluar la continua y progresiva rigidización que sufren estos materiales conforme transcurre el tiempo tras el tratamiento de rejuvenecimiento, siendo posible afirmar que a partir de unas 12 horas la transición dúctil-frágil ha concluido.

## 7. AGRADECIMIENTOS

Las autoras desean agradecer al Ministerio de Economía y competitividad la financiación recibida a través de los proyectos MAT2010-19721-C02-01 y MAT2011-28796-C03-03

## REFERENCIAS

- [1] M.P. Manahan, A.S. Argon, O.K. Harling.. J Nucl Mater 1981; 104: 1545-50.
- [2] X. Mao, H. Takahashi.. J Nucl Mater 1987; 150: 42-52.
- [3] E. Fleury, J.S. Ha. Int J Pres Ves Pip 1998; 75: 699-706.
- [4] C. Rodríguez, T.E. García, F.J. Belzunce, I. Peñuelas. Anales de Mecánica de la Fractura 2012; 579-584.
- [5] V.L. Giddings, S.M. Kurtz, C.W. Jewett, J.R. Foulds, A.A. Edidin. Biomaterials 22 (2001) 1875-1881.
- [6] T.D.J. Jaekel, D.W. MacDonald, S.M. Kurtz. J Mech Behav Biomed 2011; 4-7: 1275-82.
- [7] Auras, R. Macromol Biosci 2004. 4(9): p. 835
- [8] J. Gámez-Pérez, J. Velasquez, E. Franco-Urquiza, P. Pages, F. Carrasco, O.O. Santana, M.L. Maspoch. Express Pol. Let. 5, 82-91, (2011)
- [9] Ray, S.S. Prog Polym Sci 2003. 28(11): p. 1539
- [10] Carrasco, F., P. Pagès, J. Gámez-Pérez, O.O. Santana, and M.L. Maspoch. Polym Degrad Stab. 2010. 95(2): p. 116.
- [11] Clutton, E. Adhesives and Composites. 2001: p. 177.
- [12] K. Guan, L. Hua, Q. Wang, X. Zou, M. Song. Nucl Eng Des 2011; 241: 1407-13.
- [13] Martínez, A.B., J. Gamez-Perez, M. Sanchez-Soto, J.I. Velasco, O.O. Santana, and M.L. Maspoch. Eng Fail Anal. 2009. 16(8): p. 2604..
- [14] Julio Cesar Velázquez Infante. Tesis Doctoral. UPC. 2012

## STABLE FRACTURE TESTING FOR TOUGHNESS CHARACTERIZATION OF $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ NANOCOMPOSITES

A. García-Prieto<sup>1</sup>, T. Rodríguez-Suarez<sup>2</sup>, R. I. Todd<sup>2</sup> and C. Baudín<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC.  
CSIC-Campus de Cantoblanco, Kelsen 5, 28049 Madrid, España.  
E-mail: cbaudin@icv.csic.es

<sup>2</sup>Department of Materials, University of Oxford.  
Parks Road, Oxford OX1 3PH, United Kingdom.  
E-mail: richard.todd@materials.ox.ac.uk

### ABSTRACT

In this work stable fracture tests performed using the Crack Mouth Opening Displacement as control parameter are proposed for accurate and reliable determination of fracture toughness ( $K_{IC}$ ) of nanocomposites.  $K_{IC}$  values have been calculated from the maximum loads,  $K_{ICP}$ , and from the total fracture energy determined in stable tests,  $K_{IC}$ . Results for the nanocomposites are compared with those for a reference fully dense alumina material with grain size ( $d_{50} = 3.5 \mu\text{m}$ ) similar to that of the nanocomposite matrix. Possible toughening mechanisms are discussed

Fully dense alumina-matrix nanocomposites with 5 and 10 vol.% SiC have been prepared using hot press at 1650°C for 30 min under a pressure of 25 MPa in argon. Controlled fracture tests have been performed using Single Edge “V” Notched Beams (SEVNB, 4x6x50 mm<sup>3</sup>, relative notch depth 0.5) in three points bending (span = 40 mm).

**PALABRAS CLAVE:**  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites, Fracture toughness, Fracture energy.

### 1. INTRODUCTION

Micro and nano ceramic composites with improved mechanical behavior are being developed. In the microcomposites, micro-size second phases such as particulate, platelet, whisker and fiber are dispersed at the grain boundaries of the matrix. The nanocomposites can be grouped into three types; intragranular and intergranular nanocomposites and nano/nano composites [1].

Originally a number of combinations of ceramic nanocomposites,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ , mullite/SiC,  $\text{B}_4\text{C}/\text{SiC}$ ,  $\text{B}_4\text{C}/\text{TiB}_2$ , SiC/amorphous SiC,  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ , were reported by Niihara's group [1]. Room temperature and strength values two to five times higher than those of monolithic materials were claimed. Moreover, superior high temperature hardness, creep and fatigue resistance at high temperatures as well as resistance to thermal shock were also reported [1].

Since the seminal work by Niihara [1], the development of ceramic nanocomposites has generated considerable research activity due to the potential appealing mechanical, physical and tribological properties [2-14]. A major challenge in this research field is the understanding of the basic properties of the materials focusing new developments. In this sense, several studies investigating the relationships between

microstructure and strength at room and elevated temperatures, wear resistance, creep resistance and toughness have been conducted by various authors [3,12,15-25]. There is no agreement about the nanocomposite effect on the mechanical behavior. However, for alumina-based nanocomposites, it is generally agreed that the fracture mode changes from predominantly intergranular for fine-grained alumina ( $< 5 \mu\text{m}$ ) to predominantly transgranular in the nanocomposites even for very small amounts of second phase [12,24,25].

Alumina/SiC nanocomposites have been the most studied [4,5,8,15-26]. They are produced by the incorporation of nanosized SiC particles in an alumina matrix with typical grain size  $\sim 1-5 \mu\text{m}$ . The most remarkable and reproducible benefits offered by the  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites are in their tribological properties where great improvements compared with pure alumina occur: in the resistance to severe wear and surface finish following grinding and polishing [24,25]. Zhao et al. [15] demonstrated that alumina/SiC nanocomposites are easier to polish to a good surface finish than pure alumina of similar grain size because of nanocomposites suffering much less surface fracture and grain pullout. The wear rate of the nanocomposites under wet erosion and sliding wear can be reduced by a factor of 3-5 compared with pure alumina of the same grain size (the transition from mild to severe wear

which is commonly observed in alumina after a critical time in sliding wear is also suppressed in the nanocomposites) [24,25].

In order to develop new materials and search for new applications of the existent ones, it would be needed to understand the relationships between the basic mechanical properties and the behavior of the nanocomposites in use.

One of the most studied properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites has been the flexural strength [4,5,15,16,18,22,26]. Data published by several authors report a strengthening effect that, in general, cannot be explained by a toughness increase [4,15,16,18,26]. However, it is not universally agreed that there is any strengthening effect on the incorporation of small SiC particles into alumina, indeed recent work by Borsa et al. [5] found no significant increase in strength in a range of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites when compared with an equivalent fine grain alumina.

There is little consensus on the mechanism for the increased strength observed in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ . The toughness increase [15,18,22,26], the reduction of the density and size of the critical defects present in the material [4,16,26,] and the transition from intergranular to transgranular fracture [5,25,26,] have been identified which either in isolation or in conjunction may lead to this behaviour.

There are two main problems for the analysis of the nanocomposite effect on strength. On the one hand, the flexural strength is highly dependent of the grain size and the mechanical behavior of the nanocomposites is compared to that of alumina of similar grain size as that of the composite matrix only in few works [4,5,15,26]. On the other hand, only one work takes into account the statistical character of strength by determining the Weibul distribution of values [16]. Data from this latter work are not conclusive due to the differences between the grain sizes of the single phase alumina and the matrices of the composites tested.

Main drawback in understanding the mechanical behaviour of nanocomposites is the lack of accurate and reliable toughness values. Reported values have been determined by indentation. Even though indentation toughness values could be useful for comparative purposes when insufficient volume of material is available, they are not valuable for the basic understanding of material behavior. The equations used at present are based on expressions for the stresses which have no experimental verification, are based on unrealistic assumptions and contain unknown factors which are supplied by calibration [8,15,16,18,22,25,26].

This work reports fracture toughness ( $K_{IC}$ ) values of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites obtained in stable fracture tests performed using the Crack Mouth Opening

Displacement as control parameter.  $K_{IC}$  values have been calculated from the maximum load,  $K_{ICP}$ , and from the total fracture energy determined in stable tests,  $K_{IC\gamma}$ . The former is proposed to characterise the initiation of fracture while the latter describes the average fracture process.

## 2. EXPERIMENTAL

### 2.1. Material and specimen preparation

$\alpha$ -alumina Taimicron TM-DAR (Krahn Chemie GmbH, Germany, 150 nm) and UF45  $\alpha$ -SiC powder (H.C. Starck, UK, 90 nm) were used to prepare  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites containing 5 and 10 vol.% SiC.

The SiC powder was dispersed in distilled water prior to ball milling with the desired amount of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . An addition of 0.25 wt.% (relative to the dry powder) of MgO (AnalaR, UK) was used to prevent abnormal grain growth. The volume ratio of water to powder was 2:1 by volume, and 2.1 wt.% (relative to the dry powder) of Dispex A40 (Allied Colloids, UK) was used as a dispersant.

Ball milling was carried out for 24 hours in a polyethylene bottle. Then, more distilled water was added so that the volume ratio of water to powder was 4:1 to satisfy the requirement of freeze-drying and the resulting mixture was milled for another 2 hours.

The slurry was subsequently freeze-dried for 24 hours and the dried powder passed through a 106  $\mu\text{m}$  sieve to ensure that there were no agglomerates. Finally, the powder was calcined at 400 °C for 2 hours, using a heating/cooling rate of 10 °C/min, to remove all dispersant and plastic from the milling bottle.

Disc specimens (55 mm diameter and 7 mm thickness) were fabricated by hot pressing in a graphite die for 30 min at 25 MPa in an argon atmosphere at 1650 °C.

The sintered densities were determined by Archimedes' method in distilled water (European Standard EN 1389:2003) and relative densities were calculated from these values and those of theoretical densities calculated taking values of  $3.99 \cdot 10^3 \text{ Kg m}^{-3}$  (ASTM: 42-1468) for alumina and  $3.21 \cdot 10^3 \text{ Kg m}^{-3}$  (ASTM: 49-1428) for silicon carbide. Reported density values are the average of eight measurements and errors are the standard deviations.

The sintered discs were diamond machined into bars of  $4 \times 6 \times 50 \text{ mm}^3$  for dynamic Young's modulus and fracture toughness determinations.

The resonance frequency of the bars in flexure (European Standard EN 843-2:2004) was used to estimate the dynamic Young's modulus (Grindosonic, J.W. Lemmens, Belgium). Reported Young's modulus

values are the average of eight measurements and errors are the standard deviations.

Bars of 25x2.5x2 mm<sup>3</sup> were diamond machined from the sintered discs for bend strength tests (European Standard EN 843-1:1995). The flexural strengths were measured in the four-point bending configuration, using a crosshead rate of 0.005 mm s<sup>-1</sup> and inner and outer spans of 10 and 20 mm, respectively. The tests were performed on a universal testing machine (Dension-Mayes, UK). For the flexural strength measurements, as cut-beams were polished on the four long faces using 25, 15, 9, 6, 3 and 1 μm diamond slurries. Reported flexural strength values are the average of ten measurements and errors are the standard deviations.

The SEVNB (Single Edge V-notch Beam) method was used to estimate the fracture toughness. The notch was initially cut with a 300 μm wide diamond wheel. Using this pre-notch as a guide, the remaining part of the notch was done with a 200 μm wide razor blade sprinkled with 1 μm diamond paste. Tip radii of less than 10 μm were obtained. The relative notch depth, a/W (a = notch depth, W = specimen width), was 0.5. The Figure 1 (a) and (b) show characteristic final notch tips for the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/5 and 10 vol.% SiC nanocomposites, respectively. And the figure 1 (c) shows characteristic final notch tips for a pure alumina with a similar grain size [27].

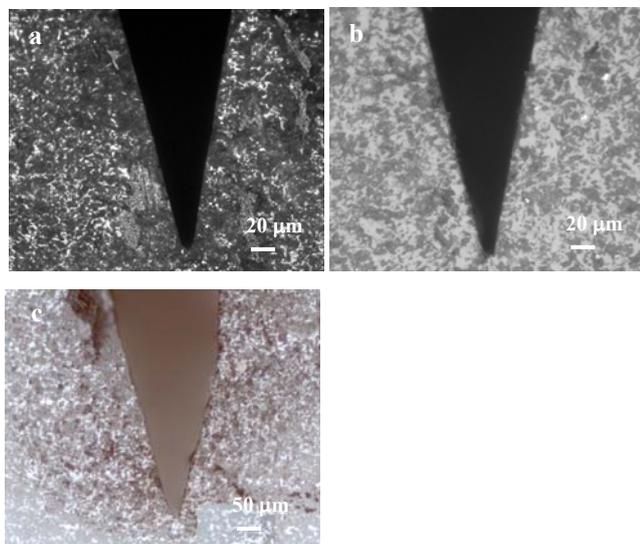


Figure 1: Optical micrographs of a lateral surface of SEVNB specimens showing the final notch tips ( $\alpha = 0.5$ ).

- (a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/5vol.% SiC nanocomposites
- (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/10vol.% SiC nanocomposites
- (c) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1450 °C fine grained [27]

### 2.2. Test conditions

The development and complete description of the experimental setup used for the fracture toughness

determination is described elsewhere [27]. It combines an electromechanical machine (Microtest, Spain) with a high-precision optical micrometer (Keyence, Japan). The compliance of the test rig, C, (machine, load cell and support arrangement) is 1.5.10<sup>-7</sup> m/N up to 150 N and the resolution for the whole system for CMOD recording and control (micrometer + testing device) is 0.02 μm.

Fracture tests were performed using CMOD control at rate of 1.8 μm min<sup>-1</sup>. This velocity was chosen in order to use a rate of the deformation of the specimen similar to that previously used to test alumina of similar grain size (0.005 mm.min<sup>-1</sup>).

Three specimens were tested in same experimental conditions. Reported fracture toughness values are the average of the measurements and errors are the standard deviations.

### 3. RESULTS

The properties of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC nanocomposites sintered in this work are summarized in table 1. Both nanocomposites attained more than 99% of theoretical density. A slightly increase in the average flexural strength for the nanocomposites was found.

For the nanocomposites, Young’s modulus values are in the range of those calculated from values for dense alumina (400 GPa) and SiC (450 GPa) and the compositions by using the Voigt limit .

Table 1: Microstructural and mechanical parameters for the alumina/SiC nanocomposites tested in this work, A-5 and 10 vol.% SiC and pure alumina A1450 of similar grain size.  $\rho$  = % theoretical density,  $E$  = dynamic Young’s modulus,  $\sigma_f$  = four point bending strength. s.d.= standard deviation.

Material	$\rho$ (s.d.) (%T.D.)	$E$ (s.d.) (GPa)	$\sigma_f$ (s.d.) (MPa)
A1450	98.1 (0.3)	387 (3)	456 (29)
A-5vol.% SiC	99.0 (0.3)	395 (4)	532 (64)
A-10vol.% SiC	98.8 (0.3)	390 (3)	523 (52)

In the CMOD controlled tests, monotonous load decreases with increasing times as correspond to controlled fracture were always obtained (Figure 2).

The load-displacement curves corresponding to the tests of figure 2 are plotted in figure 3. A decrease of displacement was needed to reach stable fracture after the maximum load which could only be attained by using CMOD control.

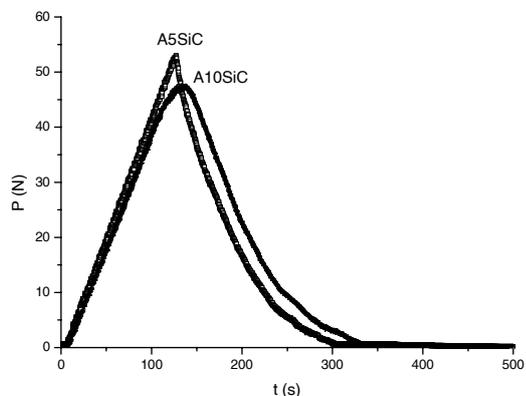


Figure 2. Characteristic load (P) - time (t) curves recorded during the fracture tests for Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/5vol.%SiC (A5SiC) and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/10vol.%SiC (A10SiC). Stable fracture was attained.

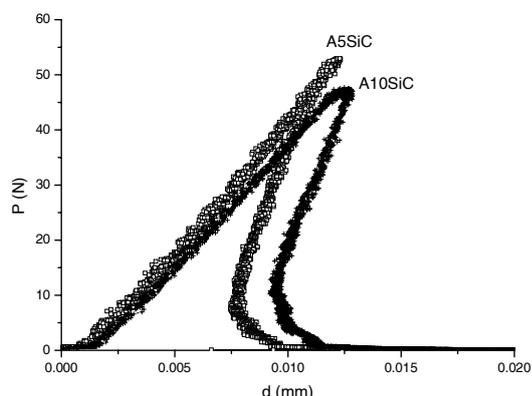


Figure 3. Characteristic load (P) – displacement (d) curves corresponding to tests of figure 2 for Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/5vol.%SiC (A5SiC) and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/10vol.%SiC (A10SiC). Decreasing of the displacement (snap-back) was needed to reach stable fracture.

As it is shown in the load-CMOD curves of figure 4, similar results were obtained in this work for different specimens tested using the same conditions which gave relatively low standard deviations for the fracture toughness parameters.

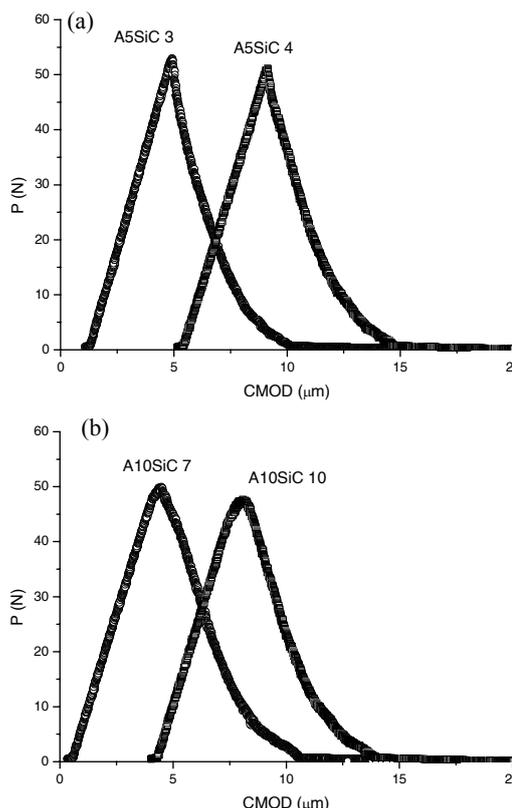


Figure 4: Load-crack mouth opening displacement (CMOD) plots recorded during the fracture tests for two different specimens of alumina - 5 vol.% SiC (a) and 10 vol.% SiC (b)- showing the repeatability of the tests.

The critical stress intensity factor in mode I,  $K_{ICp}$ , for the maximum load attained during the test ( $P_{max}$ ), was calculated as :

$$K_{ICp} = \frac{3P_{max}L}{2BW^{3/2}} K_{\beta}(\alpha)$$

where L is the span (40 mm), B and W are the geometrical parameters defined before and  $K_{\beta}(\alpha)$  is a general shape function which is valid for any value of the relative notch depth ( $0 \leq \alpha \leq 1$ ) and span-to-depth ratios ( $\beta = L/W$ ) larger than 2.5 ( $2.5 \leq \beta \leq 16$ ) [28]. The parameter,  $K_{ICp}$ , characterises the initiation of fracture.

To evaluate the fracture process,  $K_{IC\gamma}$ , was calculated according to:

$$K_{IC\gamma} = \left[ \frac{2E\gamma}{1-\nu^2} \right]^{1/2}$$

where E and  $\nu$  are the Young's modulus and the Poisson ratio of the material and  $\gamma$  is the fracture energy. The fracture energy was calculated as the integral of the

load-displacement plot divided by twice the area of the unnotched cross-section of the specimens, which evaluates the newly formed fracture surfaces.

In table 2 the critical stress intensity factor values calculated from the maximum point of load,  $K_{ICP}$ , and from the fracture energy,  $K_{IC\gamma}$ , are shown.

For the reference alumina, the values of  $K_{IC\gamma}$ , which evaluate the fracture process coincident with those corresponding to the initiation of fracture,  $K_{ICP}$ . On the contrary,  $K_{ICP}$  for the nanocomposites are significantly higher than  $K_{IC\gamma}$ . This latter behavior has been found for fine grain mullite tested using a CMOD rate (1  $\mu\text{m}/\text{min}$ ) that led to subcritical crack growth and for mullite specimens with blunt notches ( $\rho \approx 60\mu\text{m}$ ) [29].

Table 2. Toughness of the studied materials. P and  $\gamma$  subscripts stand for values calculated from the maximum point load and fracture energy, respectively.

	$K_{ICP}$ (s.d.) ( $\text{MPam}^{1/2}$ )	$K_{IC\gamma}$ (s.d.) ( $\text{MPam}^{1/2}$ )
<i>Al450</i>	2.5 (0.2)	2.39 (0.04)
<i>A-5vol.% SiC</i>	3.0 (0.1)	1.86 (0.01)
<i>A-10vol.% SiC</i>	2.75 (0.05)	2.25 (0.05)

The fact that  $K_{ICP}$  and  $K_{IC\gamma}$  values for alumina are coincident demonstrates that the notches used in this work are not blunt for this material and that alumina does not experience subcritical crack growth for the COMD rate used. In fact, no subcritical crack growth has been reported for high purity alumina materials.

Due to similarities between the grain sizes of the reference alumina and the composites, notches of similar tip radius ( $\rho < 10\mu\text{m}$ ) will not behave as blunt for the nanocomposites. In reference to subcritical crack growth, it is not expected to be dominant in the nanocomposites because of alumina being the major constituent. Therefore, toughness values reported in table 2 can be considered as accurate and reliable for the  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites studied.

Taking into account the above described facts, differences between  $K_{ICP}$  and  $K_{IC\gamma}$  values for the nanocomposites could be associated to a crack blunting toughening mechanisms occurring before the initiation of fracture, as proposed elsewhere [22].

#### 4. CONCLUSIONS

Accurate and reliable toughness of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites have been determined in stable fracture tests.

The values of the critical stress intensity factor in mode I calculated from the maximum point load are higher

than those calculated from the fracture energy, revealing a crack blunting toughening mechanism.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

Project MAT2010-17753 and Microtest S.A. (Spain). García-Prieto acknowledges the financial support of the JAE-CSIC fellowship program JAE-PRE-2010-00274.

#### REFERENCES

[1] Niihara, K., *New Design Concept of Structural Ceramics-Ceramic Nanocomposites*. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, pp. 974-982, 1991.

[2] Pezzotti, G., Sakai, M. *Effect of a silicon carbide "nano-dispersion" on the mechanical properties of silicon nitride*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp.3039-41, 1994.

[3] Sternitzke, M., *Review: structural ceramic nanocomposites*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 1061-10822 , 1997.

[4] Davidge, R.W., Brook, R.J., Cambier, F., Poorteman, M., Leriche, A., O'Sullivan, D., Hampshire, S., Kennedy, T. *Fabrication, properties, and modelling of engineering ceramics reinforced with nanoparticles of silicon carbide*. *British Ceramic Transactions*, pp. 121-127, 1997.

[5] Borsa, C.E., Jones N.M.R., Brook, R.J., Todd, R.I., *Influence of processing on the microstructure and flexural strength of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 865-872 , 1997.

[6] Yoshimura, M., Ohji, T., Niihara, K. *Oxidation-induced toughening and strengthening of  $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  nanocomposites*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp.797-99, 1997.

[7] Herrmann, M., Schubert, C., Rendtel, A., Hübner, H. *Silicon nitride/silicon carbide nanocomposite materials: I, Fabrication and mechanical properties at room temperature*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp.1095-108, 1998.

[8] Sternitzke, M., Derby, B., Brook, R.J. *Alumina/silicon carbide nanocomposites by hybrid polymer/powder processing: microstructures and mechanical properties*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp.41-48, 1998.

[9] Rendtel, A., Hübner, H., Herrmann, M., Schubert, C. *Silicon nitride/silicon carbide nanocomposite materials: II, Hot strength, creep and oxidation resistance*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp.1109-20, 1998.

[10] Park, H., Kim, H-E., Niihara, K. *Microstructure and high-temperature strength of  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$*

nanocomposite. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 907-914, 1998.

[11] Zawrah, M.F., Aly, M.H. *In situ formation of  $Al_2O_3$ -SiC-mullite from Al-matrix composites*. *Ceramics International*, pp. 21-28, 2006.

[12] Burgos-Montes, O., Moreno, R., Baudín, C. *Effect of mullite additions on the fracture mode of alumina*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 857-63, 2010.

[13] Mukhopadhyay, A., Todd R. I. *Microstructure and mechanical properties of  $Al_2O_3$  matrix nanocomposites produced by solid state precipitation*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 1359-1372, 2010.

[14] Reveron, H., Zaafrani, O., Fantozzi, G. *Microstructure development, hardness, toughness and creep behaviour of pressureless sintered alumina/SiC micro-nanocomposites obtained by slip-casting*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 1351-1357, 2010.

[15] Zhao, J., Stearns, L.C., Harmer, M.P., Chan, H.M., Miller, G.A. *Mechanical behavior of alumina-silicon carbide "nanocomposites"*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp. 505-10, 1993.

[16] Carroll, L., Sternitzke, M., Derby, B., *Silicon carbide particle size effects in alumina-based nanocomposites*. *Acta Materialia*, pp. 4543-52, 1996.

[17] Davidge, R.W., Twigg, P.C., Riley, F.L. *Effects of silicon carbide nano-phase on the wet erosive wear of polycrystalline alumina*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 799-802, 1996.

[18] Zhang, D., Yang, H., Yu, R., Weng, W. *Mechanical properties of alumina composites containing various sizes and fractions of fine SiC particles*. *Journal of Materials Science Letters*, pp. 877-879, 1997.

[19] Thompson, A.M., Chan, H.M., Harmer, M.P. *Tensile creep of alumina-silicon carbide "nanocomposites"*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp. 2221-28, 1997.

[20] Sternitzke, M., Dupas, E., Twigg, P., Derby, B. *Surface mechanical properties of alumina matrix nanocomposites*. *Acta Materialia*, pp. 3963-3973, 1997.

[21] Jiao, S., Jenkins, M.L., Davidge, R.W. *Interfacial fracture energy- mechanical behaviour relationship in  $Al_2O_3$ /SiC and  $Al_2O_3$ /TiN nanocomposites*. *Acta Materialia*, pp. 149-156, 1997.

[22] Anya, C.C. *Microstructural nature of strengthening and toughening in  $Al_2O_3$ -SiC(p)*

*nanocomposites*. *Journal of Materials Science*, pp. 557-67, 1999.

[23] Sun, X., Li, J-G., Xiu, Z. Duan, K., Zhi Hu, X. *Intragranular particle residual stress strengthening of  $Al_2O_3$ -SiC nanocomposites*. *Journal of the American Ceramic Society*, pp. 1536-1543, 2005.

[24] Ortiz-Merino, J.L., Todd, R.I., *Relationship between wear rate, surface pullout and microstructure during abrasive wear of alumina and alumina/SiC nanocomposites*. *Acta Materialia*, pp. 3345-57, 2005.

[25] Limpichaipanit, A., Todd, R.I., *The relationship between microstructure, fracture and abrasive wear in  $Al_2O_3$ /SiC nanocomposites and microcomposites*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 2841-2848, 2009.

[26] Derby, B., *Ceramic Nanocomposites*. *Current Opinion in Solid State*, pp. 490-495 1998.

[27] García-Prieto, A., Baudín, C. *Crack Mouth Opening Displacement Controlled Fracture Tests of Brittle Ceramics*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 3297-3302, 2010.

[28] Guinea GV, Pastor JY, Planas J, Elices M. *Stress intensity factor, compliance and CMOD for a general three-point-bend beam*. *International Journal of Fracture Analysis*, pp. 103-16, 1998.

[29] García-Prieto, A., Baudín, C. *Influence of experimental variables on fracture toughness determine don SEVNB in three points bending. Mullite a case study*. *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 4241-48, 2012.



## ÍNDICE TEMÁTICO



>>>> 1, 2, 3 ...

7075-T6 ..... 548

>>>> A

Aceros CrMoV ..... 560

Acero inoxidable dúplex trefilado..... 554

Agotamiento plástico bajo flexo-tracción ..... 554

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC Nanocomposites..... 590

Arco ..... 566

AZ91D ..... 578

>>>> B

Biomateriales..... 530

>>>> C

Calor de hidratación ..... 536

Cerámicas ..... 530

Comportamiento en fractura..... 536

Constricción..... 560

Contacto esférico..... 548

Curvas J-R..... 560

>>>> D

Deformación ..... 566

>>>> E

Ensayo miniatura de punzonado ..... 578, 584

Estimación de vida ..... 542

>>>> F

Fatiga por fretting ..... 548

Fisura..... 566

Fluencia ..... 578

Fracture energy ..... 590

Fracture toughness..... 590

>>>> G

Grietas pequeñas ..... 548

>>>> H

Hormigón a edades tempranas ..... 536

>>>> I

Implantes dentales ..... 542

>>>> M

Mampostería..... 566

Modelo de Fisura Cohesiva..... 572

>>>> P

Poli (ácido láctico) ..... 584

Presas de hormigón ..... 572

Presiones de inyección..... 572

>>>> R

Resistencia ..... 530

>>>> T

Tensión ..... 566

Titanio..... 542

Trabajo esencial de fractura ..... 584

>>>> V

Vida a fatiga..... 548



## ÍNDICE DE AUTORES



>>>> A

Aguirre, F. ....	548
Albareda, A. ....	566
Alegre, J.M. ....	578
Anglada, M. ....	530
Ayllón, J.M. ....	542

>>>> B

Baudín, C. ....	590
Belzunce, F.J. ....	560

>>>> C

Calderón, L. ....	566
Cifuentes, H. ....	536
Cuesta, I.I. ....	578

>>>> D

De Abreu, M. ....	554
Domínguez, J. ....	548

>>>> F

Fernández Sáez, J. ....	572
Flamant, Q. ....	530

>>>> G

García-Prieto, A. ....	590
García, T.E. ....	560

>>>> I

Iordachescu, M. ....	554
----------------------	-----

>>>> L

Londiche, B. ....	530
Lorenzo, M. ....	578

>>>> M

Maristany, J. ....	566
Marro, F.G. ....	530
Maspoch, M.LL. ....	584
Medina, F. ....	536

>>>> N

Navarro, C. ....	542
------------------	-----

>>>> R

Rocco, C.G. ....	572
Rodríguez, C. ....	560, 584
Rodríguez-Suarez, T. ....	590

>>>> T

Todd, R.I. ....	590
-----------------	-----

>>>> V

Valiente, A. ....	554
Vallellano, C. ....	548
Vázquez, J. ....	542
Villa, E.I. ....	572

>>>> Z

Zappitelli, M.P. ....	572
-----------------------	-----

