

Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL
1st VIRTUAL IBERIAN CONFERENCE ON STRUCTURAL INTEGRITY

Número 37

25, 26 y 27 de marzo de 2020

Anales de Mecánica de la Fractura

Texto de las comunicaciones presentadas en el

**1st Virtual Iberian Conference on
Structural Integrity**

25, 26 y 27 de marzo de 2020

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

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

I.S.S.N.: 0213-3725
Fecha publicación: diciembre 2020

EDITORIAL

El volumen 37 de los Anales de Mecánica de la Fractura incluye las comunicaciones presentadas en la 1st Virtual Iberian Conference on Structural Integrity. Esta primera edición virtual sustituye a la 5th Iberian Conference on Structural Integrity que, en principio, se iba a celebrar en Coimbra el 25, 26 y 27 de marzo del 2020, y que tuvo que ser suspendido debido a la situación mundial de la pandemia generada por el COVID-19. En esta ocasión, la organización del congreso, promovido por la Sociedad Portuguesa de Integridad Estructural y el Grupo Español de Fractura – Sociedad Española de Integridad Estructural, ha recaído en la Universidad de Coimbra y en el Politécnico de Coimbra.

Los congresos ibéricos o hispano-portugueses se han celebrado en cuatro ocasiones: Braga (1987), Mérida (1993), Luso (1996) y Porto (2010). Y han sido un foro de encuentro de investigadores y profesionales interesados en la integridad de materiales y estructuras, contituyendo el marco ideal para mostrar avances e intercambiar ideas entre los investigadores de España y Portugal.

Deseamos agradecer el trabajo y el esfuerzo de todos los autores que han hecho posible la edición de este volumen asociado a la primera conferencia virtual con un total de 57 trabajos.

También expresamos nuestro agradecimiento a los miembros del Comité Científico, quienes han participado activamente en la organización de la conferencia.

En diciembre de 2020

El Comité Organizador

EDITORIAL

Volume 37 of the Annals of Fracture Mechanics includes the communications presented at the Iberian Virtual Congress on Structural Integrity. This first virtual edition has been launched since the 5th Iberian Conference on Structural Integrity which, in principle, would be held in Coimbra on March 25, 26 and 27, 2020 had to be postponed to 2021 due to the global situation of the pandemic generated by COVID-19. On this occasion, the organization of the congress promoted by the Portuguese Society of Structural Integrity and the Spanish Group of Fracture - Spanish Society of Structural Integrity has fallen to the University of Coimbra and the Polytechnic of Coimbra.

Iberian or Spanish-Portuguese congresses have been held on four occasions: Braga (1987), Mérida (1993), Luso (1996) and Porto (2010). And they have been a meeting forum for researchers and professionals interested in the integrity of materials and structures, being the opportunity to show progress and exchange ideas between researchers from Spain and Portugal.

We wish to thank the work and effort of all the authors who have made possible the edition of this volume associated with the first virtual conference with a total of 57 papers.

We also wish to thank the members of the Scientific Committee, who have actively participated in the organization.

December 2020

The Organizing Committee

Junta Directiva de la Sociedad Española de Integridad Estructural – Grupo Español de Fractura (SEIE-GEF)

Presidente:	Francisco Gálvez Díaz-Rubio (Universidad Politécnica de Madrid)
Vicepresidente 1º:	Jesús Manuel Alegre Calderón (Universidad de Burgos)
Vicepresidente 2º:	Eugenio Giner Maravilla (Universidad de Valencia)
Vicepresidente 3º:	Cristina Rodríguez González (Universidad de Oviedo)
Vicepresidente 4º:	Carlos Navarro Pintado (Universidad de Sevilla)
Vicepresidente 5º:	Orlando Santana Pérez (Universidad Politécnica de Cataluña)
Secretaria:	Alicia Salazar López (Universidad Rey Juan Carlos)
Tesorero:	Luis Távora Mendoza (Universidad de Sevilla)

Organizadores del 1st Virtual Iberian Conference on Structural Integrity

Presidentes del Comité Organizador

Luís Filipe Borrego

José Martins Ferreira

Comité Organizador

José Domingos Costa

Pedro Moreira

Virgínia Infante

Fernando Ventura Antunes

Ricardo Branco

Comité Científico

Abílio de Jesus

(Universidade do Porto)

Alfredo da Silva Ribeiro

(Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro)

Andrés Valiente Cancho

(Universidad Politécnica de Madrid)

António Mário Henriques Pereira

(Escola Superior de Tecnologia e Gestão de Leiria)

Alfonso Fernández Canteli

(Universidad de Oviedo)

Alicia Salazar López

(Universidad Rey Juan Carlos)

António Augusto Fernandes

(Universidade do Porto)

Antonio Martín Meizoso

(Universidad de Navarra, CEIT)

Armando Ramalho (Politécnico de Castelo Branco)	Belen Moreno (Universidad de Málaga)
Carlos Capela (Escola Superior de Tecnologia e Gestão de Leiria)	Carlos Navarro Pintado (Universidad de Sevilla)
Carmen Baudín (Instituto de Cerámica y vidrio, CSIC)	Cristina Rodríguez González (Universidad de Oviedo)
Emilio García Pañeda (Imperial College London)	Eugenio Giner Maravilla (Universidad Politécnica de Valencia)
Fernando Ventura Antunes (Universidade de Coimbra)	Filipe Samuel Silva (Universidade do Minho)
Francisco Gálvez Díaz-Rubio (Universidad Politécnica de Madrid)	Gonzalo Ruíz López (Universidad de Castilla - La Mancha)
Idoia Urrutibeascoa (Universidad de Mondragón)	Jaime Domínguez Abascal (Universidad de Sevilla)
Jaime Planas Roselló (Universidad Politécnica de Madrid)	Javier Belzunce (Universidad de Oviedo)
Jesús Manuel Alegre Calderón (Universidad de Burgos)	Jesús Toribio Quevedo (Universidad de Salamanca)
José Alberto Álvarez Laso (Universidad de Cantabria)	José António Correia (Universidade do Porto)
José Cardoso Xavier (Universidade Nova de Lisboa)	José Domingos Costa (Universidade de Coimbra)
José Fernández Sáez (Universidad Carlos III de Madrid)	José Martins Ferreira (Universidade de Coimbra)
Luís F. G. Reis (Instituto Superior Técnico)	Luís Filipe Borrego (Instituto Superior de Engenharia de Coimbra)
Luís Roseiro (Instituto Superior de Engenharia de Coimbra)	Luis Távora Mendoza (Universidad de Sevilla)
M ^a Lluisa MasPOCH (Universidad Politécnica de Cataluña)	Manuel Fonte (Escola Superior Náutica)
Manuel Moreira de Freitas (Instituto Superior Técnico)	Orlando Santana Pérez (Universidad Politécnica de Cataluña)
Paulo Nobre dos Reis (Universidade da Beira Interior)	Paulo Tavares de Castro (Universidade do Porto)
Paulo Tavares (INEGI)	Pedro Bravo Díez (Universidad de Burgos)
Pedro Moreira (INEGI)	Ricardo Batista (Instituto Politécnico de Setúbal)

Ricardo Branco
(Universidade de Coimbra)
Rui F. Martins
(Universidade Nova de Lisboa)
Virgínia Infante (Instituto Superior Técnico)

Ricardo Cláudio
(Instituto Politécnico de Setúbal)
Sergio Cicero González
(Universidad de Cantabria)

Patrocinadores



ÍNDICE

01 - FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE **15**

EFFECT OF SHOT PEENING BEAD DIAMETER ON THE FATIGUE LIFE IMPROVEMENT OF A17475-T7351 COMPONENTS.

N. Ferreira, J. de Jesus, J.D. Costa, J.A.M. Ferreira, C. Capela..... 16

INFLUENCIA DEL ACABADO GEOMÉTRICO EN LA RESISTENCIA A FATIGA DE UNIONES SOLDADAS TUBO-CHAPA PARA ESTRUCTURAS DE ACERO.

A. Valiente, M. Iordachescu..... 20

NUMERICAL PREDICTION OF FATIGUE CRACK GROWTH BASED ON CUMULATIVE PLASTIC STRAIN.

M.F. Borges, D. Neto, F.V. Antunes..... 25

ESTUDIO DEL ACERO ST52-3N A FATIGA BIAxIAL CON SOBRECARGAS

A.S. Cruces, M. Mokhtarishirazabad, B. Moreno, D. Camas, J. Zapatero, P. Lopez-Crespo..... 31

02 - TÉCNICAS EXPERIMENTALES **37**

MACHINE LEARNING APPLICATION TO MECHANICAL AND FRACTURE MATERIAL CHARACTERIZATION.

F.J. Gómez, M.A. Martín-Rengel, J. Ruíz-Hervías..... 38

PLASTIC CTOD AS FATIGUE CRACK GROWTH CHARACTERISING PARAMETER USING DIC.

J.M. Vasco-Olmo, F.A. Díaz, A. Camacho-Reyes, F.V. Antunes, M.N. James..... 44

EFFECTIVE STRESS INTENSITY FACTOR EVALUATION USING DIGITAL IMAGE CORRELATION AND THERMOELASTIC STRESS ANALYSIS.

F.A. Díaz, J.M. Vasco-Olmo, E. López-Alba, L. Felipe-Sesé, A.J. Molina-Viedma, A. Camacho-Reyes..... 51

USO DE VIDEO-CORRELACIÓN DE IMÁGENES PARA LA DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA DE PROBETAS SE(T) BAJO CONDICIONES DE HIDRÓGENO INTERNO.

G. Álvarez, A. Zafra, C. Rodríguez, J. Belzunce 57

SLIP TOLERANCE IN THE STANDARD OF BOLTED JOINTS AND PRECISION OF ITS EXPERIMENTAL MEASURING.

K. Pan, J.J. Ortega, X.X. Zhang, G. Ruíz..... 63

03 - MÉTODOS Y MODELOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS**68**

<i>NUMERICAL ANALYSIS OF THE DAMAGE EVOLUTION ON ILTS SPECIMENS.</i>	
J. Guzmán, L. Távora, E. Graciani.....	69
<i>ESTIMATING FATIGUE LIMITS OF NOTCHED COMPONENTS OF ARBITRARY SHAPE AND SIZE BY FEM COMBINED WITH A SHORT CRACK GROWTH MODEL.</i>	
J.A. Balbín, V. Chaves, A. Navarro.....	75
<i>PARAMETRIC STUDY OF FATIGUE CRACK GROWTH.</i>	
Luís D. C. Ramalho, Paulo M. S. T. de Castro.....	81
<i>RETROEXTRAPOLACIÓN DE CURVAS DE CRECIMIENTO DE GRIETA MEDIANTE MODELOS FENOMENOLÓGICOS BASADOS EN FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE LA FAMILIA GENERALIZADA DE VALORES EXTREMOS.</i>	
S. Blasón, A. Fernández-Canteli, C. Rodríguez, E. Castillo.....	86
<i>EQUILIBRIUM VALIDITY FOR HYDROGEN TRAPPING CHARACTERIZATION IN METALS USING THERMAL DESORPTION ANALYSIS.</i>	
A. Díaz, I.I. Cuesta, J.M. Alegre.....	92
<i>FINITE ELEMENT SIMULATION AND EXPERIMENTAL MEASUREMENT OF RESIDUAL STRESSES IN COLD-FORMED STEEL MEMBERS.</i>	
A. Díaz, I.I. Cuesta, J.M. Alegre, V. Gomes, A.M.P de Jesus, J.M. Manso.....	98
<i>CRACK GROWTH IN SIMULATED RESIDUAL STRESS FIELDS ON TUNGSTEN INERT GAS DRESSED WELDED JOINTS – A 2D APPROACH.</i>	
A.L. Ramalho, F. Antunes, J.A.M. Ferreira.....	104
<i>NEUBER’S RULE: A NUMERICAL ANALYSIS.</i>	
Lucas F. R. C. da Silva, Paulo M. S. T. de Castro.....	110
<i>AN OCTREE-BASED ADAPTIVE MESH REFINEMENT FOR ADDITIVE MANUFACTURING.</i>	
B.M. Marques, D.M. Neto, M.C. Oliveira.....	115
<i>SOLUCIONES DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES PARA FISURAS ELÍPTICAS EN PLACAS BAJO CARGA DE TRACCIÓN.</i>	
B. González, O. Mulas, J.C. Matos, J. Toribio.....	122
<i>CAMINOS DE FISURACIÓN POR FATIGA EN BARRAS CILÍNDRICAS FISURADAS CIRCUNFERENCIALMENTE BAJO CARGA DE TRACCIÓN.</i>	
J.C. Matos, B. González, J. Toribio.....	128
<i>MODELIZACIÓN NUMÉRICA DE MICRO-DEFECTOS GENERADOS POR INCLUSIONES EN PROBETAS PRISMATICAS ENTALLADAS SOMETIDAS A SOLICITACIONES DE</i>	

FLEXIÓN POR CUATRO PUNTOS.

R. Rodríguez, J. Ayaso, J. Toribio..... 134

04 - FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS 140

DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN EFECTIVO EN MATERIALES CERÁMICOS CARACTERIZADOS MEDIANTE ENSAYOS SPT: ANÁLISIS NUMÉRICO Y EXPERIMENTAL.

C. Rodríguez, C. Quintana, J. Belzunce, C. Baudín..... 141

COMPRESSIVE BEHAVIOUR OF ADVANCED CERAMICS FABRICATED THROUGH 3D PRINTING.

L. Garijo, J. Canales, G. Ruíz, J.R. Marín, J.J. Ortega, J.C. Pérez..... 147

ASSESSMENT OF THE SIZE EFFECT ON FRACTURE OF POLYOLEFIN FIBRE REINFORCED CONCRETE.

A. Picazo, M.G. Alberti, J.C. Gálvez, A. Enfedaque..... 152

05 - FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS 158

MEJORA DE LA INTERACCIÓN MATRIZ-FIBRA EN UN MATERIAL TERMOPLÁSTICO REFORZADO CON FIBRA DE CARBONO.

S. Toro, A. Ridruejo, C. González..... 159

PREDICCIÓN DE FALLO DE COMPONENTES POLIMÉRICOS ENTALLADOS USANDO UN MODELO PROBABILÍSTICO.

M. Muñoz-Calvente, L. Venta-Viñuela, A. Álvarez-Vázquez, F. Pelayo, M.J. Lamela, A. Fernández-Canteli..... 165

A STUDY OF THE INTERFACIAL FRACTURE ON FABRIC INSERT INJECTION OVERMOLDING THERMOPLASTIC POLYMERS.

T. Febra, J.D. Costa, J.A.M. Ferreira, C. Capela..... 171

MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE BEHAVIOUR OF BIOLAMINATED COMPOSITES.

V. Renteria, R. Perez-Mora, M. Torres, E. A. Franco-Urquiza..... 176

IMPACT BEHAVIOUR OF PLA/PCL BIOBLEND.

N. León, T. Abt, M. Hórtos, S. Espino, O. O. Santana, M.LI. Maspoch..... 182

PLA/BIOPA BIOBLEND FOR FDM: MECHANICAL AND FRACTURE BEHAVIOUR.

J. Cailloux, V. García-Masabet, D. Loaeza, F. Carrasco, M.LI. Maspoch, O. Santana Pérez... 188

06 - FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES **195**

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y MODELO CONSTITUTIVO DEL HUESO TRABECULAR PORCINO

C. Quintana, C. Rodríguez, C. Betegón, G. Álvarez, A. Maestro..... 196

07 - FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS **202**

EFFECTOS DEL HIDRÓGENO EN LA TENACIDAD A LA FRACTURA Y EL COMPORTAMIENTO A FATIGA DE LA ZONA AFECTADA TÉRMICAMENTE DE UN ACERO 42CrMo4 TEMPLADO Y REVENIDO.

A. Zafra, G. Álvarez, J. Belzunce, C. Rodríguez..... 203

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE RECUBRIMIENTOS W/Cu PARA SU APLICACIÓN EN LOS FUTUROS REACTORES DE FUSIÓN.

S. Tarancón, E. Tejado, M. Richou, J.Y. Pastor..... 209

DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE FRAGRILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE UNA SOLDADURA CrMoV UTILIZANDO EL SMALL PUNCH TEST.

G. Álvarez, C. Rodríguez, J. Belzunce..... 215

INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS DE PROYECCIÓN POR PLASMA ATMOSFÉRICO (APS) EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE RECUBRIMIENTOS DE Ni-Al SOBRE SUSTRATO DE ALEACIÓN DE ALUMINIO.

M. Lorenzo-Bañuelos, A. Díaz, D. Rodríguez, I.I. Cuesta, A. Fernández, J.M. Alegre..... 221

GENERACIÓN DE TENSIONES DE CORTADURA MEDIANTE TORSIÓN.

D. Pérez Gallego, J. Ruíz Hervías, D.A. Cendón Franco..... 228

ANALYSIS OF SPECIFIC ENERGY ABSORPTION IN MULTI-LAYERED ORIGAMI PLATES.

J. Aranda-Ruiz..... 233

ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE TRAMPAS MICROESTRUCTURALES EN LA FATIGA ASISTIDA POR HIDRÓGENO.

R. Fernández-Sousa, C. Betegón, A. Zafra, E. Martínez-Pañeda 240

NUMERICAL STUDY ON THE PLASTIC STRAIN GENERATED DURING THE SLM PROCESS.

D.M. Neto, C.M. Andrade, M.C. Oliveira, J.L. Alves, L.F. Menezes..... 246

IDENTIFICACIÓN DE UNA NUEVA UNIDAD MICROESTRUCTURAL NO CONVENCIONAL EN ACEROS PERLÍTICOS FUERTEMENTE TREFILADOS: LA PSEUDOCOLONIA PERLÍTICA.

J. Toribio.....	252
<i>FRACTURA ANISÓTROPA EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO: DE LA NECESIDAD DE TRIAXIALIDAD Y ORIENTACIÓN MICROESTRUCTURAL</i>	
J. Ayaso, J. Toribio.....	259
<i>ANISOTROPÍA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ALAMBRES LISOS DE ACERO PERLÍTICO FUERTEMENTE TREFILADO</i>	
M. Hredil, J. Ayaso, J. Toribio.....	265
<i>ANÁLISIS Y CLASIFICACIÓN DE INCLUSIONES PRESENTES EN ACERO PERLÍTICO</i>	
R. Rodríguez, J. Ayaso, J. Toribio.....	271
08 - FRACTURA DE MATERIALES FUNCIONALES Y DE FABRICACIÓN ADITIVA	277
<hr/>	
<i>MICROSTRUCTURAL AND MICROMECHANICAL CHARACTERIZATION OF Ti-6Al-4V SAMPLES PRODUCED BY LASER CLADDING.</i>	
J.J. Roa, J. Leunda, A. Mateo.....	278
<i>FRACTURE TOUGHNESS OF ADDITIVE MANUFACTURED 18Ni300 STEEL HYBRID PARTS.</i>	
L. Santos, J. de Jesus, L.P. Borrego, J.A.M. Ferreira, J.D. Costa, C. Capela.....	286
<i>EVOLUTION OF FATIGUE CRACKS EMANATING FROM INTERNAL VOIDS IN Ti6Al4V SLM PIECES.</i>	
S. Aguado-Montero, C. Navarro, J. Vázquez, J. Domínguez.....	291
<i>PROPAGACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA DE LA POLIAMIDA 12: FABRICACIÓN ADITIVA FRENTE A MOLDEO POR INYECCIÓN.</i>	
A. Salazar, A.J. Cano, M. Martínez, J. Rodríguez.....	297
<i>ANÁLISIS DEL FALLO DE LA POLIAMIDA 12 PROCESADA POR FABRICACIÓN ADITIVA: MODELIZACIÓN SEGÚN LA MECÁNICA DE LA FRACTURA.</i>	
A.J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez.....	303
<i>ARTE Y MECÁNICA DE FRACTURA.</i>	
J. Toribio.....	309
09 - SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	314
<hr/>	
<i>EFFECT OF THE HEAT INPUT ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF THIN LASER BUTT WELDS IN AN HSLA STEEL.</i>	
P.G. Riofrío, C. Capela, J.A.M. Ferreira.....	315

<i>RUPTURE OF THE GIRTH GEAR / KILN SHELL CONNECTION AT AN EXPANDED CLAY FACTORY.</i>	
Bernardo F. de Mendonça; Paulo M. S. T. de Castro.....	321
<i>DIAGRAMAS DE ROTURA EN POLIAMIDA 12.</i>	
M. Martínez, A. Salazar, J. Gómez, J. Rodríguez.....	326
<i>FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA: EQUILIBRIO Y DIFUSIÓN EN PRESENCIA DE TRAMPAS.</i>	
J. Sánchez, G. Álvarez, A. Ridruejo, P. de Andrés, J. Torres, N. Rebolledo.....	332
<i>FRACTURE TOUGHNESS OF LASER WELDED INJECTION MOULDS COMPONENTS.</i>	
M. Alves, C. Capela, J.A.M. Ferreira, J.D. Costa, J. de Jesus.....	338
10 - APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	343
<hr/>	
<i>FALLO DE CORDONES DE PRETENSADO TRAS 30 AÑOS DE SERVICIO EN TIRANTES DE RETENIDA DE UN PUENTE ATIRANTADO.</i>	
M. Iordachescu, A. Valiente, M. de Abreu, A. Aznar.....	344
<i>FINITE ELEMENT MODELS FOR STRUCTURAL DESIGN OF POWER TRANSFORMERS.</i>	
L.M.C. Seixas, S.M.O. Tavares, P.M.S.T. de Castro.....	350
<i>HACIA UN NUEVO CONCEPTO DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL.</i>	
J. Toribio.....	355

01 - FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE

**EFFECT OF SHOT PEENING BEAD DIAMETER ON THE FATIGUE LIFE IMPROVEMENT OF AL7475-
T7351 COMPONENTES – 5th IBERIAN CONFERENCE ON STRUCTURAL INTEGRITY**

N Ferreira^{1*}, J. de Jesus¹, J.D.Costa¹, J.A.M. Ferreira¹, C. Capela^{1,2}

¹ CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, 3004-516 Coimbra, Portugal

² School of Technology and Management, Polytechnic Institute of Leiria, P2411-901 Leiria, Portugal

*Corresponding author: talitasmferreira@gmail.com

ABSTRACT

Shot peening (SP) is a conventional technique to introduce surface compressive residual stresses, and is widely used in mechanical surface treatment in the automotive and aerospace industries to improve the fatigue life of metallic components. While the shot peening benefit for steel components is well established, peening of aluminium alloys can be detrimental to fatigue performance if the bead size and surface roughness are not adequate. Therefore, the current work aims to analyze the effect of bead size on the fatigue behaviour of the AA7475-T7351 round specimens and notched samples.

A systematic study of the roughness and surface hardening was performed in order to verify its effect on the fatigue life. Uniaxial fatigue tests were performed out under tensile-tensile. The fatigue test results were plotted in terms of the stress amplitude versus the number of cycles to failure. For notched specimen, larger bead diameters induce also lower roughness and better surface appearance, exhibiting higher fatigue performance in the high-cycle region. For un-notched round specimens, the combination of surface roughness and the residual stresses resulting from shot peening and the uniform stress distribution in tensile loading leads to a predominant internal crack initiation. All treated specimens present an improvement of fatigue life in comparison with the untreated specimens, particularly when the crack initiates internally.

KEYWORDS: Fatigue life improvement, Shot-peening, Al7475-T7351;

INTRODUCTION

Aluminium alloys are widely used in the aerospace and aeronautical industries due to their high strength-to-weight ratio. The AA7475-T7351 alloy is a new aerospace material with improved mechanical properties compared to others, such as 7050 and 7075 alloys, A. Heinz et al. (2000), C. Y. Kim et al. (2013). Shot peening is a widely used mechanical surface treatment to improve the fatigue life of metallic components, in which the material's surface is bead bombarded by a nozzle. The main process parameters are: the beads size and material, Almen intensity, exposure time, coverage, air pressure, impact angle and nozzle characteristics, H. Kumar et al. (2013). A positive effect of shot peening was observed for steels, S. Bagherifard et al. (2012), due to the introduction of compression residual stresses in the subsurface layers of the material.

Following the same tendency, the improvement in an aluminium alloy's fatigue life may be attributed to the compressive residual stresses in the surface region, which often overcompensates the worsening of the surface's morphology, Benedetti et al. (2004). However, the roughness of the peened surface is generally worse, which

may cancel or reduce the beneficial effect of the compressive residual stress field. In order to reduce the surface roughness and enlarge compressive residual stress field, new technologies have been developed, such as laser peening, Y.K. Gao (2011) and ultrasonic peening, Ramos et al. (2016).

In addition, shot peening in aluminium alloys causes the work hardening, which enhances resistance to crack initiation. Benedetti et al. (2015) studied the effect of shot peening treatments on the fatigue strength of aluminium alloy AA7075-T651, concluding that small beads promote a more effective improvement of the fatigue resistance, as they cause a lower surface roughness and induce the maximum compressive residual stress in the region closer to the surface.

The main purpose of this paper is to evaluate the effect of shot peening iron bead diameter on fatigue design curves of smooth and notched specimens in the aluminium alloy AA7475-T7351.

MATERIALS AND TESTING

Test specimens were manufactured using the AA7475-T7351 aluminium alloy. This material was

supplied by ALCOA Company. The main mechanical properties are yield stress of 414 MPa, tensile strength of 490 MPa and a maximum elongation of 9%, according to supplier.

Three batches of unnotched samples were prepared for each specimen's geometry: an untreated reference batch was grounded with 1000 grit SiC paper and additionally polished; in the other two batches, the specimens' surface was submitted to shot peening treatments. Table 1 indicates the diameters used in the different batches. Bead sizes are in accordance with the standard specifications and recommendations on ASM 2430 for the shot peening of aluminium alloys.

Table 1. Bead size for the different shot peening batches.

Code	Bead material	Mean bead size (μm)	Standard deviation size (μm)
Polished	-	-	-
SB110	Iron	348	21
SB170	Iron	670	75

Shot peening was carried out in OGMA - Indústria Aeronáutica de Portugal S.A., using a SURFATEC machine and with a type A Almen strip. The coverage of the shot peening was 100% for an Almen intensity of 0.20 A (mm), according to the ASM 2430 standard.

Fatigue tests were carried out in load control mode, at air and room temperature in an Instron servo-hydraulic machine, applying a sinusoidal load wave, using a frequency of 10–20 Hz, depending upon the stress level. Unnotched specimens and round dog bone specimens with 6 mm diameter in the center region, as shown in Fig. 1a), were tested under tensile loadings with the stress axis parallel to the microstructure's longitudinal direction, and stress ratio of $R = 0$. Notched 8 mm thickness specimens, with geometry as shown in Fig. 1b), were tested with $R=-1$.

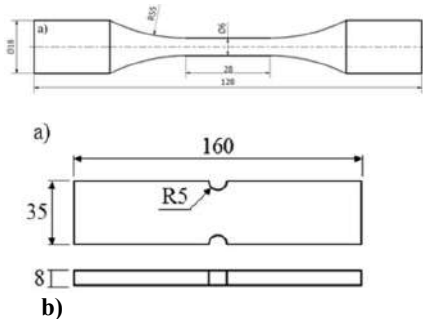
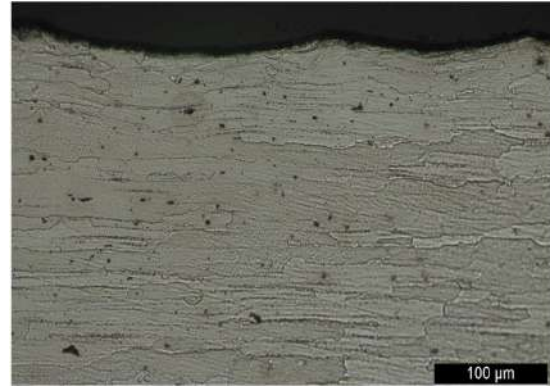
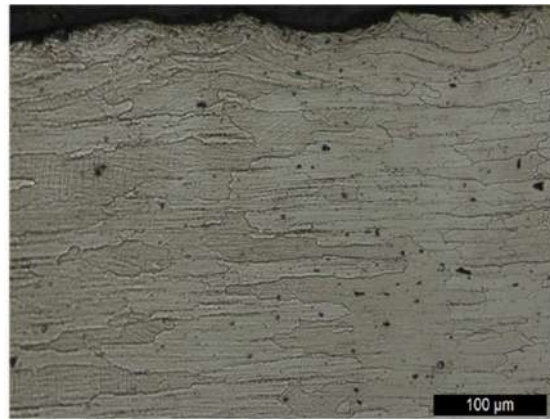


Figure 1. Specimen geometry: a) Unnotched specimens; b) notched specimens.



a)



b)

Figure 2. Microstructures: a) Peened with SB170; b) Peened with SB110.

The microstructure of unnotched specimens was observed cutting through a plane containing longitudinal axle, polishing until the surface became mirror-like. Afterwards, said surfaces were etched with Keller reagent (2.5% HNO₃; 1.5% HCl; 1% HF; 95% H₂O) and observed with an optical microscope Leica DM 4000 M LED. The region near the surface was observed by optical microscopy in order to study the shot peening's effect on the microstructure. Figure 2 a) and b) shows exemplary photos.

Figures 2 a) and b) highlight the surface area where the shot peening occurred in steel beads, SB170 and SB110, respectively. The analysis of Figures 2ba) and 2 b) besides showing the elongated grains in the rolling direction, typical of extruded rods, reveals a damaged area with about 100 μm depth and seems to indicate that SB110 have lower roughness than the SB170 series.

RESULTS AND DISCUSSION

The roughness evaluation was carried out according to the DIN EN ISO 4288 standard using the rugosimeter Mitutoyo, Surf test SJ-500. Vickers nanohardness

measurements were performed in cross section specimens using a Berkovich three-sided diamond pyramid indenter with a half angle of 65.35°. The maximum load applied was 30 mN. The roughness parameters evaluated for each superficial treatment are summarized in Table 2: roughness average Ra, maximum peak-to-valley height Ry, the average maximum peak to valley of five consecutive sampling lengths within the measuring length Rz, the average spacing of adjacent peaks in the surface profile Dp. These results show that even the higher roughness caused by SB170 beads presents a smoother surface profile with fewer localized notches when compared to SB110 beads.

Table 2. Roughness parameters for the treated and untreated series.

C	Roughness	Average	Standard Deviation
SB110	Ra [μm]	3.21	0.350
	Ry [μm]	25.69	3.642
	Rz [μm]	18.92	2.390
	Dp [μm]	162.67	5.104
SB170	Ra [μm]	3.78	0.277
	Ry [μm]	30.78	3.512
	Rz [μm]	22.64	2.342
	Dp [μm]	367.62	7.761
Non treated	Ra [μm]	0.06	0.011
	Ry [μm]	0.49	0.131
	Rz [μm]	0.41	0.080

The residual stress analysis was performed by X-ray diffraction using a Proto iXRD equipment in the longitudinal direction of the samples. For the analyzed material, and considering the radiation used, the average penetration depth of the X-Rays was about 11 μm . The results are summarized in Fig. 3. Shot peening treatments increased the surface residual compressive stresses to values in the range of 180-270 MPa. However, it was not possible to establish a direct connection between the residual stress' values and the diameter of the beads or the impact energy. Residual stresses tend to zero for about 150 μm depth.

The results of the fatigue tests are shown in Figures 4 a) to b) in terms of the stress against the number of cycles to failure, comparing the S-N curves for the two shot peened series with polished specimens.

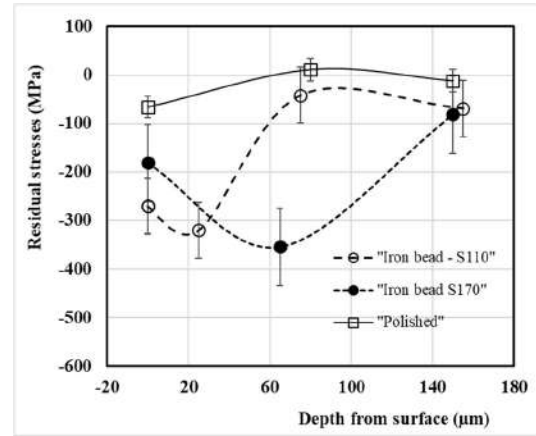


Figure 3. In depth residual stresses for the different beads.

As is well known, fatigue crack initiation is a localized process, causing a significant dispersion of results by the combined effect of the residual stresses, hardness and roughness. In the case of tensile fatigue tests in unnotched specimens, all shot peening treatments lead to an important increase of fatigue life in the range of stresses used in the tests, 275-380 MPa, when benefit surface hardness and residual stresses promote that the crack initiation occurs internally.

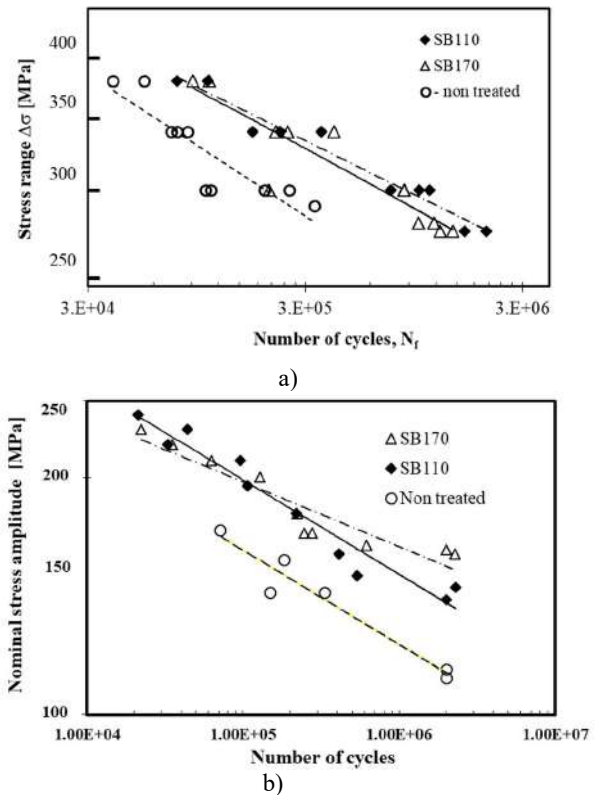


Figure 4. S – N curves: (a) Unnotched specimens; (b) Notched specimens.

For notched specimens, residual compressive stresses have the opposite effect than notch stress concentration, and in result significant fatigue life improvement was obtained for both bead diameters. Fatigue life improvement is not significantly affected by the bead diameters.

CONCLUSIONS

A systematic study was carried out regarding the roughness, surface hardening and residual stress to evaluate the effect of shot peening iron bead diameter on fatigue design curves of smooth round specimens, and rectangular notched section specimens of an AA7475-T7351 aluminum alloy tested under tensile-tensile. The main conclusions drawn were the following:

- No significant hardening near surface caused by shot peening was observed;
- All treated specimens present an improvement of fatigue life in comparison with the untreated specimens, both for smooth round and notched specimens;
- Fatigue life improvement is particularly significant in the case of unnotched specimens, when surface hardness roughness together with residual stresses promotes internal fatigue crack initiation.
- The effect of bead diameters on the improvement of fatigue life, for both values here studied, was relatively insignificant.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research is sponsored by FEDER funds through the program COMPETE – Programa Operacional Factores de Competitividade – and by national funds through FCT – Fundação para a Ciência e a Tecnologia –, under the project UID/EMS/00285/2020. The authors would like also to acknowledge OGMA-Indústria Aeronáutica de Portugal, in Alverca, for the collaboration in the supplying of samples used in this project.

REFERENCES

- [1] Bagherifard, S., Guagliano., M. 2012, Fatigue behavior of a low alloy steel with nanostructured surface obtained by severe shot peening, *Eng. Fract. Mech.* 81, 56-68.
- [2] Benedetti M, Bortolamedi T, Fontanari V, Frendo F. 2004, Bending fatigue behavior of differently shot peened Al 6082 T5 alloy, *Int J Fatigue* 26, 889-97.
- [3] Benedetti M, V. Fontanari, M. Bandini, E. Savio. 2015, High- and very high-cycle plain fatigue resistance of shot peened high-strength aluminum

alloys: The role of surface morphology, *International Journal of Fatigue* 70, 451-462.

- [4] Gao, Y.K. 2011, Improvement of fatigue property in 7050-T7451 aluminum alloy by laser peening and shot peening, *Materials Science and Engineering A* 528, 3823-3828.
- [5] Heinz, A., Haszler, A., Keidel, C., Moldenhauer, S., Benedictus, R. and Miller, W. 2000, Recent development in aluminium alloys for aerospace applications, *Mater. Sci. Eng. A.* 280 (1), 102-107.
- [6] Kim, C. Y., Choi, J. M. and Song, J. H. 2013, Fatigue crack growth and closure behavior under random loadings in 7475-T7351 aluminum alloy, *Int. J. Fatigue* 47, 196-204.
- [7] Kumar., H., Singh, S. and Kumar, P. 2013, Modified Shot Peening Processes - A Review, *Int. J. Eng. Sci. Emerg. Technol.* 5 (1), 12-19.
- [8] Ramos R, Ferreira N, Ferreira JAM, Capela C. A.C. Batista AC. 2016, Improvement in fatigue life of Al 7475-T7351 alloy specimens by applying ultrasonic and microshot peening, *International Journal of Fatigue* 92, 87-95.

INFLUENCIA DEL ACABADO GEOMÉTRICO EN LA RESISTENCIA A FATIGA DE UNIONES SOLDADAS TUBO-CHAPA PARA ESTRUCTURAS DE ACERO

A. Valiente*, M. Iordachescu*

* Dto de Ciencia de Materiales, Escuela de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid

RESUMEN

El origen de este trabajo es la fisuración al poco tiempo de servicio de las péndolas de un puente arco de acero emplazado en un lugar de viento frecuente y poco tráfico. Las péndolas eran perfiles estructurales tubulares que unían el arco con las vigas en cajón soporte del tablero mediante un empalme soldado tubo-chapa incluido en el Eurocódigo 3 como detalle estructural tipificado con resistencia a fatiga normalizada (categoría de detalle). El trabajo presenta la determinación del descenso sufrido por el límite de fatiga del detalle por contener dos desviaciones respecto de la tipificación que afectan al acabado y al sellado del extremo de la ranura del tubo para la inserción de la chapa. Para predecir el límite de fatiga se han aplicado las teorías de Mecánica de Fractura con las características del acero estructural asumidas por el Eurocódigo 3. Los resultados obtenidos indican que las desviaciones reducen fuertemente el límite de fatiga de la unión soldada y pueden transformar acciones de fatiga inocuas para la vida útil del detalle en determinantes y extremadamente desfavorables.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, Unión soldada tubo-chapa, Categoría de detalle

ABSTRACT

The origin of this work the cracking failure of the hangers in a steel arch bridge shortly after entering in service in a of low traffic and frequent winds. The hangers consisted of tubular structural shapes and connected the main box girders to the arch by means of a welded joint typified by Eurocode 3 as tube-plate joint, with standardized fatigue resistance (detail category). The work presents the determination of the decrease experienced by the fatigue limit of the detail for containing two departures from the typified design concerning the finish and the sealing of the end of the slit to insert and weld the plate into the tubular shape. The new fatigue limit was predicted from a Fracture Mechanics approach on the basis of the fatigue characteristics assumed by Eurocode 3 for structural steel. The obtained results indicate that the departures from typification strongly drop the fatigue limit of the welded joint and might transform fatigue actions that are innocuous for the lifetime of the detail in determinant and extremely unfavourable.

KEYWORDS: Fatigue, Tube-Plate welded joint, Detail category

1. INTRODUCCIÓN

El método del Eurocódigo 3 [1] y de la Instrucción EAE [2] para prevenir el fallo por fatiga en las estructuras de acero se basa en las curvas de Wöhler y en la regla de Palmgren-Miner, si bien la teoría de la fatiga de la Mecánica de Fractura conduce a los mismos resultados asumiendo algunas simplificaciones [3]. El Eurocódigo 3 tipifica los detalles estructurales y los clasifica en 96 categorías, a cada una de las cuales atribuye una curva de Wöhler como resistencia de diseño a fatiga. Las curvas de Wöhler del Eurocódigo 3 forman dos familias dependientes de un parámetro, una con 14 curvas para los detalles sometidos a esfuerzo normal, y otra con 2 para los sometidos a esfuerzo cortante. En ambos casos, el parámetro que identifica las curvas y se utiliza para asignarlas a los detalles tipificados es la carrera de tensiones que produce el fallo por

fatiga a los 2 millones de ciclos. El Eurocódigo 3 denomina *categoría de detalle* al valor numérico de esta carrera de tensiones cuando se expresa en MPa. Para los detalles sometidos a esfuerzo normal el límite de fatiga es 0,737 veces la categoría de detalle. Los mínimos valores absolutos que el Eurocódigo 3 asigna a ambas magnitudes para la totalidad de detalles que contempla son 36 y 26 MPa, respectivamente.

La tipificación del Eurocódigo 3 para asignar la categoría de detalle tiene muy en cuenta la configuración geométrica del detalle, especialmente el riesgo de que favorezca la iniciación de procesos de fisuración por fatiga. El efecto del tamaño del detalle en la resistencia a la fatiga es tenido en cuenta reduciendo la categoría de detalle en función de dicho tamaño cuando supera el límite a partir del cual se produce el efecto. La categoría de detalle es igual para

todos los aceros estructurales del Eurocódigo 3, ya que las pequeñas diferencias de comportamiento en fatiga que se observa entre ellos quedan ampliamente absorbidas por el margen de conservadurismo de las curvas de Wöhler del Eurocódigo 3, cuya fuente son las recomendaciones del Instituto Internacional de la Soldadura (IIW) para el diseño de uniones soldadas y componentes frente al fallo por fatiga [4, 5].

Este trabajo presenta la re-evaluación de la categoría de detalle de un empalme-soldado tubo-chapa ejecutado sin el acabado geométrico tipificado. El procedimiento empleado para ello se basa en utilizar las teorías predictivas de Mecánica de Fractura de acuerdo con las bases expuestas en [3] para un tamaño de fisura inicial y para una expresión del factor de intensidad de tensiones [6] respectivamente acordes con las desviaciones respecto a la configuración geométrica nominal, incluidos los efectos inducidos sobre la calidad de la soldadura, y con el funcionamiento de la unión soldada como elemento transmisor de carga.

2. CONFIGURACIÓN DEL EMPALME SOLDADO TUBO-CHAPA

La figura 1 muestra la configuración tipo del empalme soldado chapa-tubo objeto de análisis [1, 2]. Este detalle constructivo permite anclar al resto de la estructura el extremo de un perfil hueco que trabaja esencialmente a tracción, pero cuyas cargas de fatiga relevantes pueden deberse a acciones de flexión generadas del viento si la estructura se halla expuesta a la intemperie.

La chapa es el elemento intermedio en la cadena de transmisión de carga y se inserta en una doble ranura practicada en el perfil según dos generatrices opuestas. La unión entre ambos se materializa mediante cordones de soldadura que unen las superficies respectivas a lo largo de los cuatro bordes exteriores de la doble ranura.

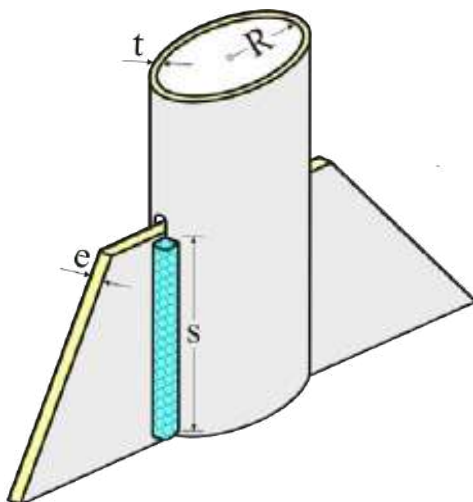


Fig. 1. Empalme soldado en prolongación chapa-tubo para estructuras metálicas.

Los cordones deben calcularse como una soldadura continua en ángulo con transmisión de esfuerzo rasante, cuya categoría de detalle es de 80 MPa. El extremo de la ranura debe estar rematado por un taladro circular y aún así es el eslabón más débil en la resistencia a fatiga de la unión soldada. La categoría de detalle y el límite de fatiga asignados al detalle por el Eurocódigo 3 [1] son 63 y 46 MPa, respectivamente-

Las desviaciones tenidas en cuenta para la re-evaluación de la categoría de detalle son el acabado de la ranura en ángulo recto y el cierre del espacio entre los límites frontales de ésta y de la placa con un relleno soldado. La figura 2 muestra un caso real de estas desviaciones. La imagen que se observa en la parte superior de la figura es el extremo de la ranura, recortado del perfil tubular y visto desde su interior. El frente y los bordes de la ranura son rectos hasta donde permite la técnica de oxicorte empleada para crearla. El contorno que forman junto con el frente de la placa, situado fuera de la imagen, delimita un espacio que en lugar de estar libre se halla ocupado por un relleno de acero soldado a dicho contorno. La parte inferior de la figura muestra una sección transversal del conjunto en la que se distingue la pared del perfil tubular a ambos lados de la ranura, el relleno de acero ocupando el centro de la misma, y las soldaduras de unión, ejecutadas desde el exterior del perfil en prolongación de los cordones del detalle tipificado, aunque no simultáneamente.

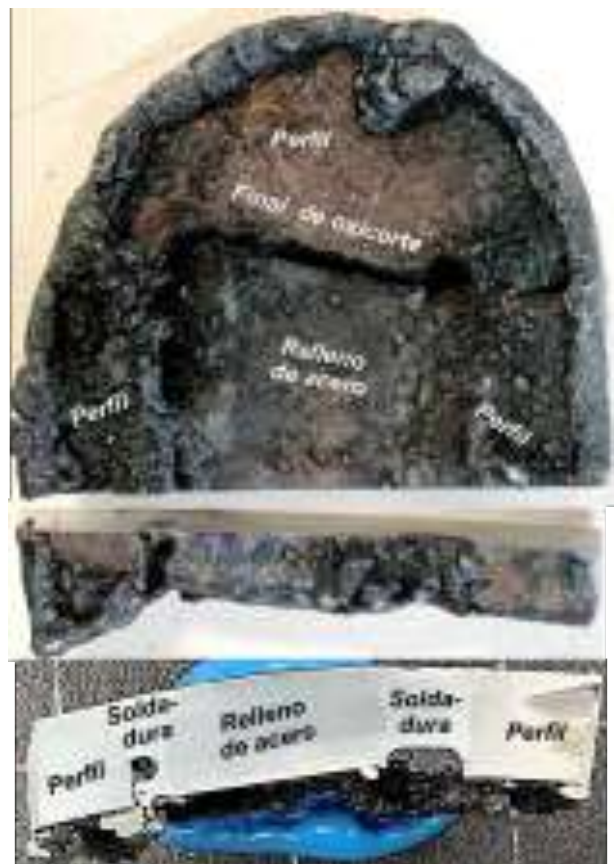


Fig. 2. Desviaciones de la configuración tipificada del empalme soldado chapa-tubo para estructuras metálicas.

Estas desviaciones favorecen, e incluso producen directamente, la iniciación de fisuras por fatiga, reduciendo la resistencia a fatiga del detalle e incrementando el riesgo de fallo. El acabado de la ranura en ángulo recto para sustituir un acuerdo circular transforma un concentrador de tensiones moderado (tanto más cuanto mayor sea el radio de acuerdo) en un concentrador de tensiones muy severo. Además, la unión del relleno a los bordes de la ranura mediante soldadura, bajo condiciones de ejecución muy difíciles hace altamente probable que las zonas térmicamente afectadas contiguas al perfil tubular actúen como iniciadores de procesos de fisuración por fatiga con periodos de iniciación muy cortos. Esto justifica que el tamaño de fisura inicial postulado para predecir el límite de fatiga de la unión soldada tubo-placa bajo esfuerzos de flexión sea la anchura de la ranura. El efecto fundamental del acabado de la ranura en ángulo recto y de la presencia de una zona térmicamente afectada no controlable en la arista sería la transformación de la discontinuidad que la ranura causa en el perfil en una fisura de longitud igual a su anchura.

3. LÍMITE DE FATIGA DEL EMPALME SOLDADO TUBO-CHAPA CON DESVIACIONES MECÁNICAS Y GEOMÉTRICAS

La configuración geométrica, de carga y de fisura a considerar es la indicada en la figura 3. A efectos comparativos, se ha representado una segunda configuración que difiere de la primera en el modo de transmisión del momento flector M a las dos caras de la sección fisurada del perfil tubular. En lugar de transmitirse asimétricamente, como acción remota a una cara y como acción de los cordones de soldadura a la otra, se transmite a las dos caras como acción remota para asegurar la simetría.

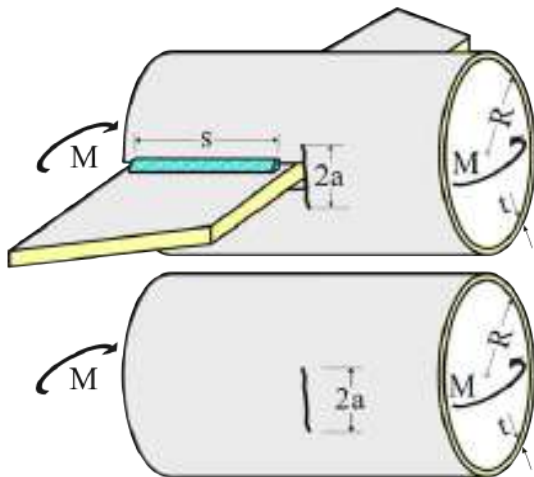


Fig. 3. Configuraciones de carga y de fisura consideradas para predecir el límite de fatiga de la unión soldada chapa-tubo.

El factor de intensidad de tensiones K_I de ambas configuraciones puede formularse en los siguientes términos:

$$K_I = \frac{M}{\pi R^2 t} \sqrt{\pi a} H \quad (1)$$

donde H es un factor adimensional dependiente de las variables adimensionales que determinan la configuración. Para la configuración simétrica, el factor H figura en los manuales más conocidos, en particular en el de Tada, Paris e Irwin [6], y en el caso de los perfiles tubulares, por ser tubos de pared delgada, viene dado por:

$$H = 1 + 6,8 \left(\frac{a}{\pi R} \right)^{1,5} - 13,6 \left(\frac{a}{\pi R} \right)^{2,5} + 20,0 \left(\frac{a}{\pi R} \right)^{3,5} \quad (2)$$

El caso de la configuración asimétrica ha sido previamente resuelto [7] mediante la aplicación del principio de superposición a partir de la solución simétrica anterior y de la correspondiente a dos fuerzas simétricas respecto al plano de la sección fisurada y contenidas en la generatriz del tubo que pasa por el centro de la fisura. Este último caso permite incorporar el efecto de los cordones de soldadura mediante condiciones de equilibrio de fuerzas y compatibilidad de deformaciones con el tubo. La semilongitud a de la fisura, la longitud s de los cordones, su rigidez conjunta r por unidad de longitud frente a la deformación angular, el radio R , el espesor t y el módulo de elasticidad E del perfil tubular determinan analíticamente H en función de tres variables adimensionales, mediante integrales de funciones elementales [7]:

$$H = H \left(\frac{R}{s}, s \sqrt{\frac{r}{E \pi R t}}, \frac{a}{R} \right) \quad (3)$$

La geometría de diseño de los cordones de soldadura más típica es la de la figura 4:

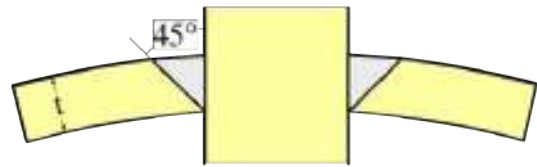


Fig. 4. Geometría de diseño típica para los cordones de la unión soldada chapa-perfil tubular.

cuya rigidez r se puede aproximar adoptando la garganta t y la anchura media $t/2$ como valores representativos de la sección longitudinal unitaria del cordón a efectos resistentes y de deformabilidad, respectivamente. Por consiguiente, si se adopta el módulo de elasticidad E del acero del perfil para los cordones, junto con un valor de 0,3 para el coeficiente de Poisson:

$$r = 2 \frac{E}{2(1+\nu)} \frac{t}{0,5t} = 1,538E \quad (4)$$

$$s \sqrt{\frac{r}{E \pi R t}} = 0,705 \frac{s}{\sqrt{R t}} \quad (5)$$

$$H = H \left(\frac{R}{s}, \frac{s}{\sqrt{R t}}, \frac{a}{R} \right) \quad (6)$$

La figura 5 muestra los valores del factor H de la Eq (6) obtenidos aplicando el método propuesto en [7] para espesores del perfil y longitudes de cordón respectivamente comprendidos entre 0,05 y 0,1, y entre 2,5 y 3,5 veces el

radio del perfil. Estas longitudes de cordón aseguran una capacidad resistente a tracción del empalme soldado entre un 10 y un 50 % superior a la del perfil tubular. Los valores de H son prácticamente independientes de la longitud relativa de cordón en el intervalo considerado. En la misma figura se ha representado el factor H de la Eq. (2), correspondiente a la transmisión simétrica del momento flector a la sección fisurada del perfil. Como puede verse la asimetría duplica el factor de intensidad de tensiones.

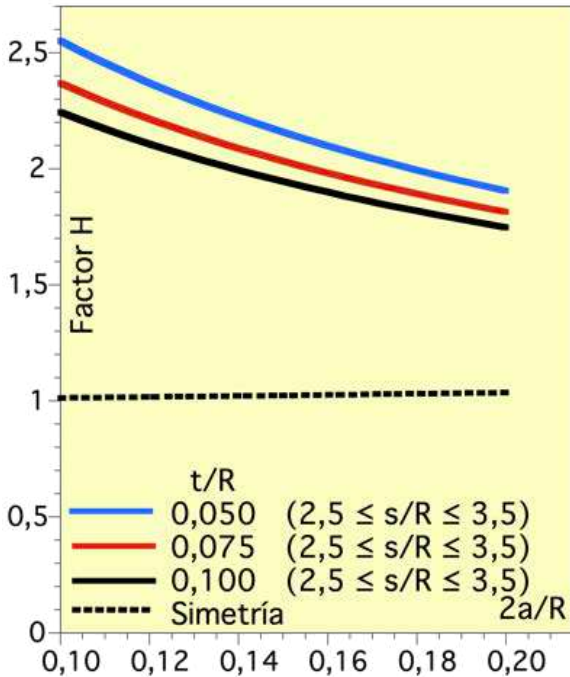


Fig. 5. Factor de forma H del factor de intensidad de tensiones de la unión soldada chapa-perfil tubular.

La condición para que una fisura se propague por fatiga en un componente estructural de acero es que la variación del factor de intensidad tensiones debido a la fisura y a la variación de carga supere un valor umbral ΔK_{th} . El método del Eurocódigo 3 para prevenir el fallo por fatiga [1] se basa en adoptar el mismo valor umbral de $4 \text{ MPam}^{1/2}$ para todos los aceros estructurales tipificados en dicho código.

La variación ΔM del momento flector en un ciclo de carga ejercido sobre la unión soldada induce las variaciones respectivas $\Delta M/(\pi R^2)$ e ΔK_I de la tensión nominal y del factor de intensidad de tensiones, de modo que la fisura se propaga por fatiga si ΔK_I supera el valor umbral del acero ΔK_{th} .

La variación $\Delta M/(\pi R^2)$ para la cual ΔK_I e ΔK_{th} se igualan es el límite de fatiga $\Delta \sigma_D$ a flexión del tubo para su estado de fisuración inmediatamente anterior al proceso de fatiga, esto es la fisura de longitud $2a_0$ igual a la anchura de la ranura que crea la zona térmicamente afectada de las paredes de las paredes de la ranura al unir las mediante un relleno soldado; por tanto:

$$\Delta K_{th} = \Delta \sigma_D \sqrt{\pi a_0} H \left(\frac{R}{s}, \frac{s}{\sqrt{Rt}}, \frac{a_0}{R} \right)$$

$$\Rightarrow \Delta \sigma_D = \frac{\Delta K_{th}}{\sqrt{\pi a_0} H \left(\frac{R}{s}, \frac{s}{\sqrt{Rt}}, \frac{a_0}{R} \right)} \quad (7)$$

En la figura 6 se ha representado gráficamente la ecuación [7] a partir de los resultados de la figura 5 y del valor indicado del umbral de fisuración. Para los intervalos de valores analizados, el límite de fatiga crece con la relación espesor/radio del perfil, depende levemente del valor de la anchura de la ranura relativo al radio del perfil, y es inversamente proporcional a dicho radio.

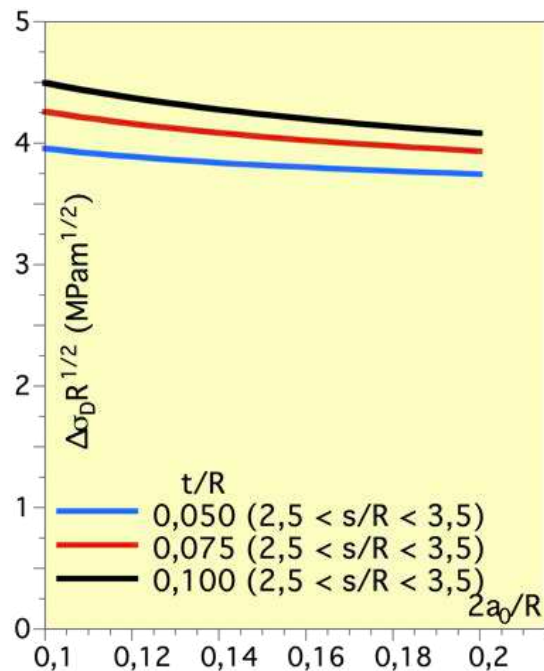


Fig. 6. Influencia de las variables de diseño en el límite de fatiga de la unión soldada chapa-perfil tubular.

La figura 7 muestra el límite de fatiga en función del radio y del espesor del perfil sustituyendo las curvas de la figura 6 por sus asíntotas horizontales. Se han incluido en el gráfico los límites de fatiga de 46 y de 36 MPa que el Eurocódigo 3 [1] asigna al empalme soldado tubo-chapa bajo carga de tracción y a los detalles constructivos de menor resistencia a la fatiga.

Los valores que resultan del límite de fatiga son extremadamente bajos, muy inferiores a los que el Eurocódigo 3 asigna a cualquier detalle estructural. Oscilaciones de tensión tan bajas pueden ser producidas y repetidas con gran frecuencia por la acción del viento si la ubicación de la estructura donde se integra el detalle constructivo comporta condiciones climatológicas adversas. De acuerdo con los resultados obtenidos el riesgo de fisuración por fatiga es muy elevado.

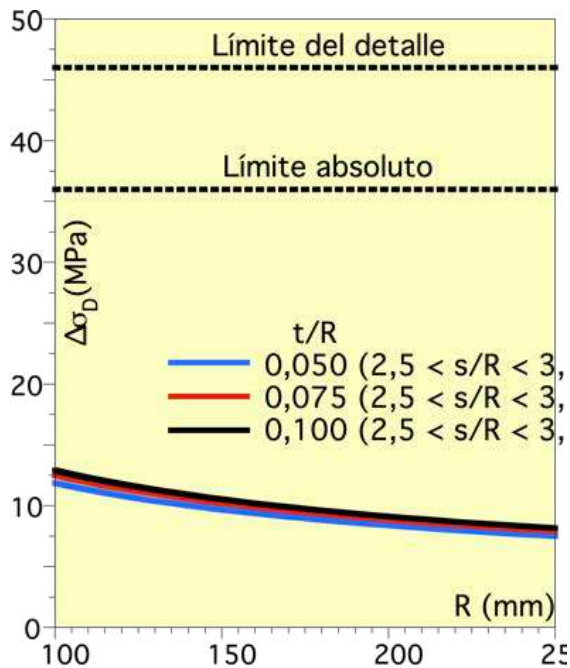


Fig. 7. Límite de fatiga de la unión soldada chapa-perfil tubular.

4. CONCLUSIONES

La resistencia a fatiga tipificada para los detalles estructurales empleados en estructuras de acero requiere que el acabado del detalle satisfaga las condiciones especificadas, ya que el acabado es crítico en que el estado inicial de daño del detalle no sobrepase el estado de fisuración inicial postulado en la normativa para asignar al detalle la resistencia tipificada.

En este trabajo se ha estudiado el caso de los empalmes en prolongación tubo-chapa soldados para determinar el efecto cuantitativo que producen en el límite de fatiga las desviaciones referentes a la geometría y al sellado del extremo de la ranura, en el caso extremo, pero no inusual, de extremo no redondeado y sellado mediante implantes soldados. El límite de fatiga se ha determinado aplicando las teorías de la Mecánica de Fractura sobre fisuración por fatiga, en los términos que el Eurocódigo 3 admite para el acero estructural.

Los resultados indican que la combinación de las dos desviaciones reduce drásticamente el límite de fatiga de la unión tubo-chapa, por debajo del umbral mínimo del Eurocódigo 3. Esto puede convertir en determinantes acciones de fatiga de baja carrera de tensiones y gran número de ciclos, como la del viento, que de no contribuir a acortar la vida útil del detalle pueden pasar a reducirla hasta valores inaceptables.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo es fruto de un convenio de transferencia de tecnología entre la Universidad Politécnica de Madrid y CESMA Ingenieros. Los autores agradecen vivamente a

CESMA la confianza depositada y la valiosa ayuda proporcionada por los ingenieros D. Peter Tanner y D. Juan Luis Bellod. La financiación del equipo investigador recibida del Ministerio de Educación de España a través de la ayuda RTI2018-097211-B-I00 es igualmente agradecida

REFERENCIAS

- [1] UNE-EN1993 1-9: Fatiga, Comité Europeo de Normalización-AENOR, Madrid, 2005.
- [2] EAE 2011, Instrucción de Acero Estructural, Ministerio de Fomento, Madrid, 2011.
- [3] A. Valiente, Fracture and fatigue failure in the Spanish codes for design of steel structures, *Engineering Failure Analysis*, **16(8)** (2009) 2658-2667.
- [4] A. F. Hobbacher, Recommendations for Fatigue Design of Welded Joints and Components, IIW Collection, Springer, 2016.
- [5] A. F. Hobbacher, The new IIW recommendations for fatigue assessment of welded joints and components – A comprehensive code recently updated, *International Journal of Fatigue* 31 (2009) 50–58.
- [6] H. Tada, P. C. Paris y G. R. Irwin *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, ASME Press, 2000.
- [7] A. Valiente y M. Elices, *Stress intensity factor evaluation of constructional details for tubular structures*, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 23 (1995) 155-163

NUMERICAL PREDICTION OF FATIGUE CRACK GROWTH BASED ON CUMULATIVE PLASTIC STRAIN

MF Borges^{1*}, D Neto¹, FV Antunes¹

¹ Univ Coimbra, Centre for Mechanical Engineering, Materials and Processes (CEMMPRE), Department of Mechanical Engineering, Rua Luís Reis Santos, 3030-788 Coimbra, Portugal

* Persona de contacto: micaelfriasborges@outlook.pt

RESUMEN

La propagación de grietas por fatiga generalmente se estudia usando curvas $da/dN-\Delta K$ obtenidas experimentalmente. Sin embargo, la simulación numérica del crecimiento de la grieta por fatiga es muy interesante para desarrollar estudios paramétricos y comprender los mecanismos fundamentales detrás del fenómeno. El objetivo aquí es desarrollar una estrategia para la simulación numérica del crecimiento de grietas por fatiga basada en la deformación plástica acumulada en la punta de la grieta, $\Sigma\Delta\epsilon^p$. Por lo tanto, se supone que la deformación plástica de la punta de la grieta es la fuerza impulsora de la grieta para FCG. El nodo de punta de grieta se libera cuando $\Sigma\Delta\epsilon^p$ alcanza un valor crítico, que se calibra utilizando un único valor experimental de da/dN . El valor crítico de $\Sigma\Delta\epsilon^p$ es un parámetro de material, que puede usarse para predecir el efecto de la carga, el material y los parámetros geométricos.

Crecimiento de grietas por fatiga; Método de elementos finitos; deformación plástica acumulativa; deformación plástica de la punta de la grieta

ABSTRACT

Fatigue crack growth (FCG) is usually studied using $da/dN-\Delta K$ curves obtained experimentally. However, the numerical prediction of FCG is very interesting to develop parametric studies and to understand the fundamental mechanisms behind the phenomenon. The objective here is the development of a strategy for the numerical simulation of FCG based on the cumulative plastic strain at the crack tip, $\Sigma\Delta\epsilon^p$. It is therefore assumed that crack tip plastic deformation is the crack driving force for FCG. The crack tip node is released when $\Sigma\Delta\epsilon^p$ reaches a critical value, which is calibrated using a single experimental value of da/dN . A critical value $\Sigma\Delta\epsilon^p=110\%$ was obtained for a crack length of 26.5 mm and a stress ratio, $R=0.1$. The subsequent numerical prediction gave a Paris law coefficient of 2.4, which was found to be independent of stress ratio. The absence of R effect was explained by the lack of crack closure phenomenon under plane strain conditions, which was confirmed by the analysis of CTOD. The difference relatively to experimental results indicates that crack tip plastic deformation probably is not the only mechanism responsible for FCG. Under plane stress conditions, the Paris coefficient does not change, but there is a decrease of FCG rate associated with crack closure.

KEYWORDS: Fatigue crack growth; Finite Element Method; cumulative plastic strain; crack tip plastic deformation

INTRODUCTION

Fatigue is the main failure mechanism in components submitted to cyclic loads. Design against fatigue based on damage tolerance approach assumes the presence of intrinsic defects, such as cracks. In fact, technological processes like casting, machining, welding and additive manufacturing may produce defects in the components. Accurate assessments of fatigue crack growth (FCG) rates are needed to define the time between inspections.

FCG crack growth is usually studied assuming that ΔK is the driving force. This elastic parameter quantifies the

strength of crack tip fields, including the effects of remote loading, crack length and geometry. There are many K solutions available in literature, namely for CT and MT specimen geometries [1], which is very convenient for the researchers devoted to experimental work. However, the use of $da/dN-\Delta K$ relations revealed several problems, namely the inability to explain the effect of stress ratio and variable amplitude loading. Besides, the validity of these relations is limited to small-scale yielding, whose boundaries are not easy to define. Even more problematic is that the empirical character of $da/dN-\Delta K$ relations obscured the

understanding of the fundamental mechanisms behind FCG.

Different concepts were proposed to overcome these problems, namely, the crack closure phenomenon [2], T-stress parameter, the partial crack closure [3], or a two-parameter driving force [4]. However, these concepts only mitigated the issues without attacking its real source. In fact, FCG is linked to irreversible and non-linear phenomena occurring at the crack tip, therefore the use on non-linear parameters is recommended. Different parameters have been used, namely, the CTOD [5], the size of reversed plastic zone, the dissipated energy [6], the integral J and the plastic deformation, with interesting results. The objective here is to predict FCG rate assuming that the crack tip plastic deformation is the driving force. The crack increment is made when a critical value of cumulative plastic deformation is reached.

NUMERICAL MODEL

The material studied was the 2024-T351 aluminium alloy. The isotropic elastic domain was defined by the generalized Hooke's law elastic parameters, Young's modulus (E) and Poisson's ratio (ν). The plastic behavior was described by von Mises yield criterion coupled with a mixed hardening model using Swift isotropic and Armstrong-Frederick kinematic hardening laws, under an associated flow rule. Swift isotropic hardening law is given by:

$$Y = C \left[\left(\frac{Y_0}{C} \right)^{\frac{1}{n}} + \bar{\epsilon}^p \right]^n \quad (1)$$

where Y_0 , C, and n are material parameters and $\bar{\epsilon}^p$ is the equivalent plastic strain. The Armstrong-Frederick kinematic hardening law can be written:

$$\dot{\mathbf{X}} = C_X \left[\frac{X_{\text{sat}}}{\bar{\sigma}} (\boldsymbol{\sigma}' - \mathbf{X}) - \mathbf{X} \right] \dot{\bar{\epsilon}}^p \quad (2)$$

where C_X and X_{sat} are the material parameters, $\bar{\sigma}$ is the equivalent stress and $\dot{\bar{\epsilon}}^p$ is the equivalent plastic strain rate. Table 1 presents the material parameters, which were obtained adjusting the material model to cyclic stress-strain loops obtained experimentally in cylindrical specimens.

Table 1. Material parameters

Y_0 [MPa]	C [MPa]	n	C_X [MPa]	X_{sat} [MPa]
288.96	389.00	0.056	138.80	111.84

FCG was studied in a standardized CT specimen with a width $W=50$ mm, subjected to pure I mode loading, as schematized in figure 1a. Different initial crack lengths, a_0 , were considered: 5, 9, 11.5, 14, 16.5, 19, 21.5, 24

and 26.5 mm. Only $\frac{1}{4}$ of the specimen was simulated considering adequate boundary conditions. Frictionless contact was modelled over a symmetry plane placed behind the growing crack front in order to simulate plasticity-induced crack closure. A thickness of 0.1 mm was considered in the numerical model, and pure plane stress and plane strain models were modelled with proper boundary conditions (figures 1b and 1c). A remote cyclic load was applied at the hole of the specimen with different magnitudes and stress ratios, R, as presented in table 2.

Table 2. Load parameters

F_{max} [N]	F_{min} [N]	R
41.67	4.17	0.1
46.67	14.00	0.3
70.83	35.42	0.5
104.17	72.92	0.7

A numerical model was created and studied in using an in-house code [7]. An ultra-refined mesh was employed at the crack tip region, see figure 1d, with the element's dimensions being $8 \times 8 \mu\text{m}^2$. The remaining volume of the specimen's geometry was discretized by a coarser mesh. The finite element mesh was constituted by a total of 7287 three-dimensional (3D) linear isoparametric elements and 14918 nodes. In some numerical simulations, the crack closure effect was removed by eliminating the contact of the crack flanks, which meant that the crack flanks may overlap. This is interesting to isolate the crack tip plastic deformation from the effect of crack closure.

The node release technique was used to simulate FCG. The equivalent plastic strain was measured at the first Gauss point immediately ahead of crack tip. The cyclic loading produces the variation of the plastic strain. The cumulative strain was defined as the linear summation of the variations of equivalent plastic strain. The crack tip node was released when the cumulative plastic strain reaches a critical value, which was defined considering an experimental value of da/dN , as described next. Each crack increment—i.e., each node release—corresponded one to finite element ($8 \mu\text{m}$). The predicted FCG rate is the ratio between the crack increment, $\Delta a = 8 \mu\text{m}$, and the number of load cycles required to reach the critical value of cumulative strain, ΔN . Some crack propagation is required to stabilize the cyclic plastic deformation and the crack closure level. The experimental values of da/dN were obtained in CT specimens with a thickness of 10 mm.

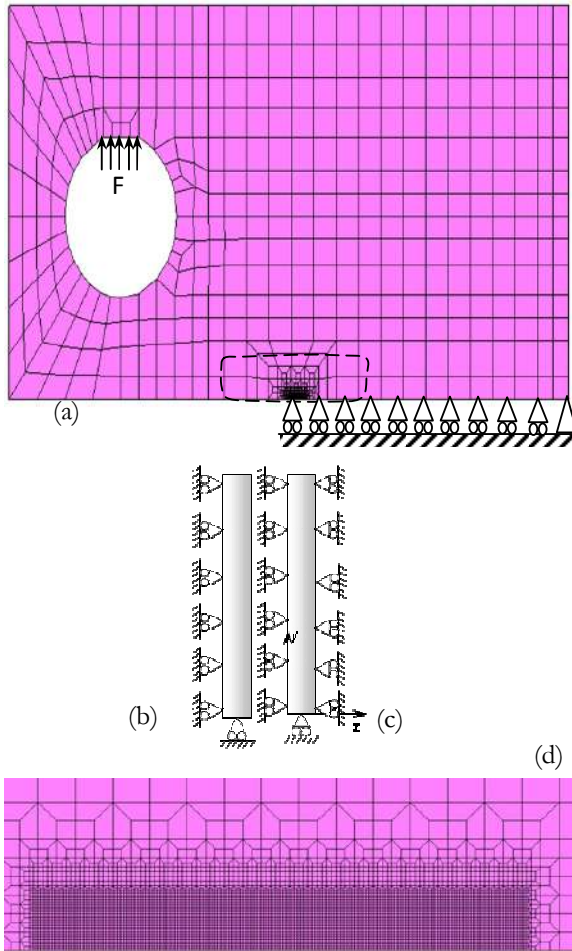


Figure 1. Model of the C(T) specimen. (a) Load and boundary conditions. (b) Boundary conditions for plane stress state. (c) Boundary conditions for plane strain state. (d) Detail of finite element mesh

NUMERICAL RESULTS

Critical value of cumulative strain

The numerical prediction of FCG rate was based on the crack tip plastic strain, assuming that plastic deformation is the crack driving force. A critical value of cumulative plastic strain, $\Sigma\Delta\epsilon^p$, is required, which is supposed to be a material property. This critical value was obtained for the highest crack length studied, $a_0=26.5$ mm, with the objective of reducing the relevance of oxidation. Various numerical simulations were run for $a_0=26.5$ mm and $R=0.1$, assuming different values of critical $\Sigma\Delta\epsilon^p$, and the corresponding da/dN were predicted. The comparison with the experimental value, naturally for the same a_0 and R of the numerical simulations, gives the critical $\Sigma\Delta\epsilon^p$. This reasoning is shown in figure 2 that plots da/dN versus $\Sigma\Delta\epsilon^p$, with $R=0.1$, in plane strain state and in contact simulations. An interpolation was made, resulting in a critical $\Sigma\Delta\epsilon^p=110\%$.

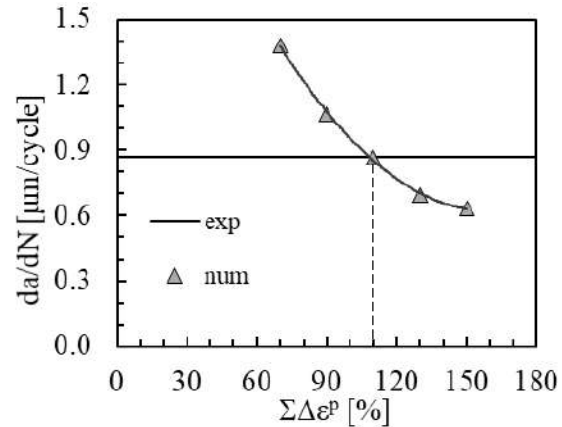


Figure 2. da/dN vs. $\Sigma\Delta\epsilon^p$ ($R=0.1$; plane strain; contact).

Effect of ΔK

After the identification of the critical $\Sigma\Delta\epsilon^p$, for $a_0=26.5$ mm, the remaining simulations with different a_0 were performed with $\Sigma\Delta\epsilon^p$ equal to 110%. The numerical and experimental da/dN are compared in figure 2. This figure shows da/dN vs stress intensity factor range, ΔK , in logarithmic scales. As can be seen, the numerical curve starts apart for lower values of a_0 , corresponding to lower values of da/dN and ΔK , and tends to get closer to the experimental curve for higher a_0 and are coincident in the point $a_0=26.5$ mm, by the logic followed in figure 2. A linear trend line was added to the numerical data with an excellent correlation coefficient squared and with a slope of 2.4. On the other hand, the experimental results have a Paris law coefficient of 3.6. The difference between the experimental and numerical seems to indicate that crack tip plastic deformation is not the only micromechanisms responsible for FCG.

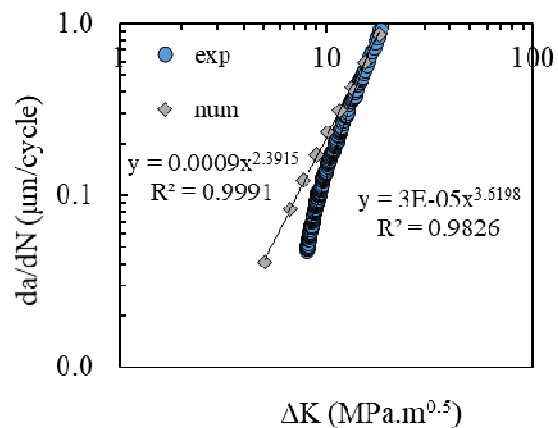


Figure 3. da/dN vs. ΔK , in logarithmic scales ($R=0.1$; plane strain; contact).

Effect of stress ratio

Figure 4 plots da/dN versus ΔK , in logarithmic scales for different stress ratios, being R equal to 0.1, 0.3, 0.5 and 0.7, in plane strain conditions and simulations with contact at the crack flanks. This picture shows the almost absence of effect produced by R on da/dN - ΔK curves. The effect of stress ratio is usually associated with crack closure phenomenon, which does not seem to occur in here. The overlap of the numerical curves is also a good indication of the robustness of the numerical model. For $a_0=5$ mm in $R=0.3, 0.5$ and 0.7 , there is no crack propagation, i.e. no nodes were released, which leads to null values of da/dN .

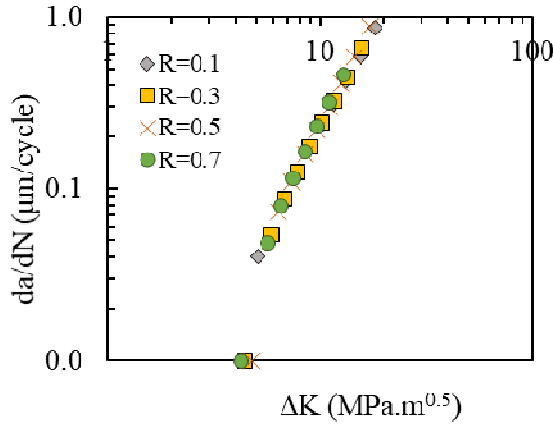


Figure 4. Effect of R in da/dN vs. ΔK , in logarithmic scales (plane strain; contact).

The absence of crack closure was checked with CTOD (Crack Tip Opening Displacement) results. Figure 5 shows a classical plot of CTOD versus load. The values of CTOD were obtained for the first node behind the crack tip. Although the increase of load, the crack is closed between points A and B due to the crack closure phenomenon. This phenomenon is explained by a plastic envelope, formed as the crack becomes longer, which leads to extra deformed material over the crack faces, leading to a premature contact. When the crack opens, at point B, the material experiences elastic deformation, until point C. After that, the material enters the elastic-plastic regime, where the plastic deformation increases until reaching point D, corresponding to the maximum load.

In figure 6 are represented CTOD versus F curves for a_0 equal to 9, 16.5, 21.5 and 26.5 mm, for $R=0.1$, in plane strain state. The CTOD values were obtained at the first node behind the crack tip, at a distance of $8 \mu\text{m}$, and for the load cycle corresponding to the last crack propagation. Higher CTOD is obtained when a_0 increases, due to the CTOD being proportional to the stress intensity factor, K , which is higher for larger values of crack length. As it is shown, in plane strain

state there is no crack closure, which explains the effect of stress ratio observed in Figure 4.

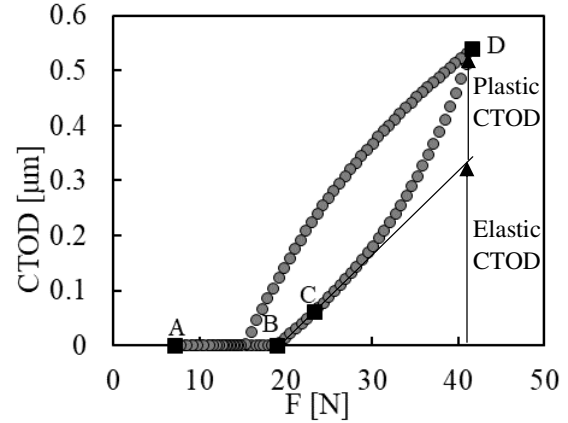


Figure 5. Typical evolution of CTOD vs. Load.

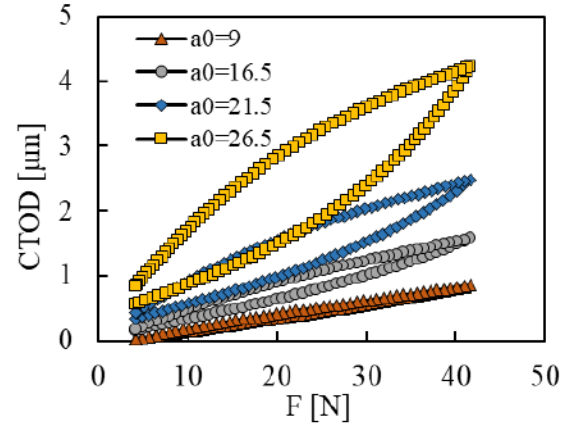


Figure 6. CTOD vs. Load, for different a_0 (Plane strain, contact, $\Sigma\Delta\epsilon^p = 50\%$, $R=0.1$).

Effect of stress state

The same reasoning applied to calibrate the critical value of $\Sigma\Delta\epsilon^p$ in plane strain state was necessary for plane stress conditions. Different values of $\Sigma\Delta\epsilon^p$ were simulated for $a_0=26.5$ mm and $R=0.1$. Then, an interpolation enabled the calibration of the critical $\Sigma\Delta\epsilon^p$, which led to a numerical da/dN equal to the experimental. The value extracted was $\Sigma\Delta\epsilon^p=83\%$, as illustrated in Figure 7. Comparing the critical values obtained in plane stress and plane strain state, it can be inferred that in plane stress, da/dN is slower for the same critical $\Sigma\Delta\epsilon^p$. Since Δa is the same, $8 \mu\text{m}$, it is necessary to decrease the number of cycles between propagations, ΔN , which leads to a minor value of $\Sigma\Delta\epsilon^p$ required to match the experimental da/dN .

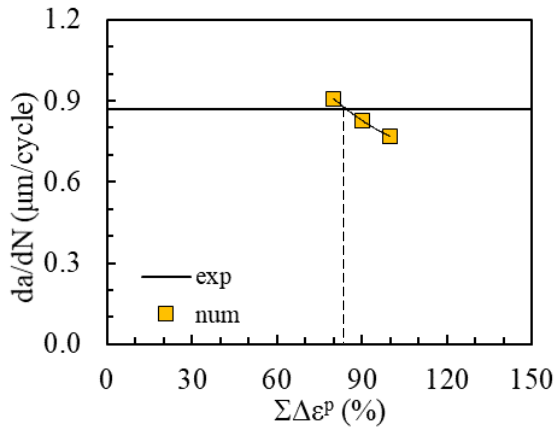


Figure 7. da/dN vs. $\Sigma\Delta\epsilon^p$ ($R=0.1$; plane stress; contact).

Figure 8 plots da/dN vs. ΔK , for $R=0.1$, in logarithmic scales. As can be seen, the curve for plane stress state starts apart from the experimental data and approaches it for higher values of a_0 . For short cracks, plane stress state leads to higher da/dN than plane strain state. This difference tends to vanish when a_0 increases, being also a good indication of the numerical robustness. In this picture, there is another curve for plane stress state but without contact of crack flanks, which disables crack closure phenomenon. Higher values of da/dN are obtained in comparison with simulations with no contact at the crack flanks. This is due to the higher effective loads and, therefore, the $\Sigma\Delta\epsilon^p$ defined initially is reached more quickly and less ΔN , is needed. For plane stress data, with contact at the flanks, a Paris Law was fitted with a coefficient of 2.10, and without contact data, a coefficient of 2.16 was obtained.

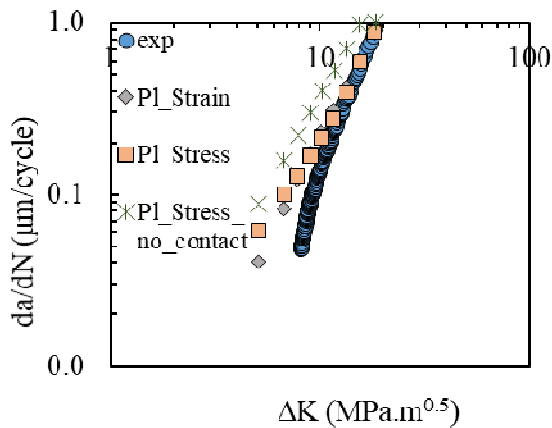


Figure 8. da/dN vs. ΔK , in logarithmic scales ($R=0.1$).

Figure 9 compares results of CTOD obtained for plane strain and plane stress states ($R=0.1$; $a_0=21.5$ mm). Under plane stress state there is crack closure, leading to lower values of effective stress intensity factor range.

When this phenomenon is removed from the numerical model, FCG rate increases as is observed in Figure 8.

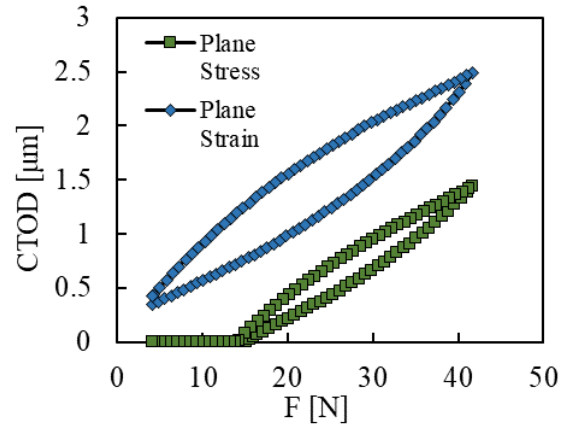


Figure 9. CTOD vs. Load, for $a_0=21.5$ mm. (Plane stress, contact, $\Sigma\Delta\epsilon^p = 50\%$, $R=0.1$).

CONCLUSIONS

A numerical approach was followed in here to predict fatigue crack growth (FCG), based on the cumulative plastic strain at the crack tip, $\Sigma\Delta\epsilon^p$. The crack tip node is released when $\Sigma\Delta\epsilon^p$ reaches a critical value, which is calibrated using a single experimental value of da/dN . A critical value $\Sigma\Delta\epsilon^p=110\%$ was obtained for a crack length of 26.5 mm and a stress ratio, $R=0.1$. The subsequent numerical prediction gave a Paris law coefficient of 2.4, which was found to be independent of stress ratio. The absence of R effect was explained by the lack of crack closure phenomenon under plane strain conditions, which was confirmed by the analysis of CTOD. The comparison with experimental values showed a difference which increases with the decrease of crack length. This seems to indicate that cyclic plastic deformation is not the only mechanisms responsible for FCG. Under plane stress conditions, the Paris coefficient does not change, but there is a decrease of FCG rate associated with crack closure.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the sponsoring under the project no. 028789, financed by the European Regional Development Fund (FEDER), through the Portugal-2020 program (PT2020), under the Regional Operational Program of the Center (CENTRO-01-0145-FEDER-028789) and the Foundation for Science and Technology IP/MCTES through national funds (PIDDAC). This research is also sponsored by FEDER funds through the program COMPETE – Programa Operacional Factores de Competitividade – and by national funds through FCT, under the project UID/EMS/00285/2020.

REFERENCES

- [1] ASTM E647-15e1. Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates. In: ASTM International, West Conshohocken, PA; (2015).
- [2] W. Elber. Fatigue crack closure under cyclic tension. *Engng Fract Mech* (1970) 2:37-45.
- [3] K. Donald and P.C.Paris. An evaluation of ΔK_{eff} estimation procedure on 6061-T6 and 2024-T3 aluminum alloys. *Int J Fatigue* (1999) 21: S47–57.
- [4] A.H. Noroozi, G. Glinka and S. Lambert. A two parameter driving force for fatigue crack growth analysis. *Int J Fatigue* (2005) 27:1277–1296.
- [5] V. Tvergaard. On fatigue crack growth in ductile materials by crack–tip blunting. *J of the Mechanics and Physics of Solids* (2004) 52:2149 – 2166.
- [6] N.W. Klingbeil. A total dissipated energy theory of fatigue crack growth in ductile solids. *Int J Fatigue* (2003) 25:117–128.
- [7] Menezes, L.F.; Teodosiu, C. Three-dimensional numerical simulation of the deep drawing process using solid finite elements. *J. Mater. Proc. Technol.* 2000, 97, 100–106.

ESTUDIO DEL ACERO ST52-3N A FATIGA BIAxIAL CON SOBRECARGAS

A.S. Cruces¹, M. Mokhtarishirazabad², B. Moreno¹, D. Camas¹, J. Zapatero¹, P. Lopez-Crespo¹

¹Departamento de Ingeniería Civil y Materiales, Universidad de Málaga
C/Dr Ortiz Ramos s/n, 29071, Málaga, España

²Department of Mechanical Engineering, University of Bristol, Bristol, UK

RESUMEN

El presente trabajo estudia el comportamiento del acero de bajo contenido en carbono ST52-3N a fatiga uniaxial y biaxial con sobrecarga. Se estudia la resistencia a fatiga mediante el modelo de plano crítico de Fatemi-Socie. Este método permite determinar la vida a fatiga considerando el crecimiento de la grieta desde un concentrador de tensiones. La reducción de la vida a fatiga producida por la aplicación simultánea de cargas axiales y torsionales es evaluada también. Además, se estudia el desplazamiento de apertura de la grieta (COD por sus siglas en inglés) y el factor de intensidad de tensiones efectivo (SIF por sus siglas en inglés) mediante la técnica de correlación de imágenes (DIC por sus siglas en inglés). Tanto el COD como el SIF son usados para estudiar los efectos transitorios provocados por sobrecargas del 40% para los dos tipos de ensayos a fatiga. Además, mediante las medidas del COD se pudo aplicar el método de desplazamiento de la pendiente elástica para evaluar la fuerza de cierre en probetas cilíndricas sometidas a tensión axial. La estimación del SIF fue también útil para cuantificar el modo de combinación (I+II) desarrollado durante el experimento bajo los dos tipos de carga.

PALABRAS CLAVE: St52-3M, Fatiga biaxial, Sobrecarga, Modelos de plano crítico, COD

1 INTRODUCCIÓN

La fatiga con carga multiaxial puede reducir de manera sensible la vida de los componentes mecánicos en comparación con la de tipo uniaxial [1]. Para el estudio del efecto de las cargas multiaxiales se tiende a usar métodos basados en deformación local [2,3]. Inicialmente estos escenarios fueron abordados aplicando los métodos usados para fatiga uniaxial. No obstante, como se ha podido comprobar, los resultados obtenidos suelen ser bastante conservadores [4]. Aparecen métodos como los de plano crítico, que intentan especializarse en casos y materiales concretos [5,6]. Cabe destacar el de Fatemi-Socie como uno de los más versátiles [7], tras haber sido probado con diferentes condiciones de carga y materiales [8].

Por otro lado, en el estudio de fallos por fatiga es común el empleo de los métodos de tolerancia al daño. El factor de intensidad de tensiones [9] (SIF por sus siglas en inglés) es conocido como uno de los parámetros más importantes para caracterizar el comportamiento de crecimiento de la grieta por fatiga. En las últimas décadas, los métodos de elementos finitos han sido aplicados al análisis detallado de los campos de desplazamiento, deformación y tensión entorno a la punta de la grieta [10]. Para obtener datos experimentales en los campos de valores entorno a la grieta, la técnica de correlación de imágenes (DIC por sus siglas en inglés), es ampliamente aplicada por sus diversas ventajas como facilidad de implementación o libertad de escala [11,12].

Para poder estimar la vida a fatiga bajo condiciones de carga variable [13], es importante conocer la tasa de crecimiento de la grieta. Sabiendo que la velocidad de crecimiento se ve muy afectada por la zona plástica en el frente de grieta [14], este parámetro suele estudiarse mediante aplicaciones de sobrecargas [15,16].

El presente trabajo combina un estudio del acero ST52-3N mediante métodos de deformación local y con métodos de tolerancia al daño [17,18]. El análisis con los métodos de deformación local se lleva a cabo mediante el método de plano crítico de Fatemi-Socie. Con estos métodos no solo es posible obtener la vida a fatiga de un componente sino también la dirección de crecimiento de la grieta. El estudio se complementa con un análisis del desplazamiento de apertura de la grieta (COD por sus siglas en inglés) mediante DIC y del SIF mediante MPOD [19] para estudiar la (i) desaceleración del crecimiento de grieta por la sobrecarga, (ii) el efecto de cierre de grieta y (iii) el modo mixto en la grieta.

2 MATERIALES Y METODOS

2.1 Propiedades del ST52-3N

El material investigado fue el ST52-3N con la siguiente composición: 0.17%C, 1.235%Mn, 0.225%Si, 0.010%P, 0.0006%S, 0.032%Al, 0.072%Cr, 0.058%Ni y 0.016%Mo. Este es un acero de bajo contenido en carbono [20] usado en aplicaciones estructurales en construcción y la industria marítima (navíos, plataformas

offshore, etc). Esta aleación combina buenas propiedades frente a fallo por fatiga y bajo impacto medioambiental para aplicaciones no relacionadas con el transporte [21].

Las propiedades monotónicas Tabla 1 fueron obtenidas mediante pruebas de tensión-compresión con probetas planas y de torsión sobre probetas tubulares [22]. Los datos experimentales en fatiga biaxial fueron obtenidos en probetas tubulares.

Tabla 1. Propiedades monotónicas del acero ST52-3N.

Límite elástico, σ_y	386 MPa
Límite de rotura, σ_u	639 MPa
Modulo de Young, E	206 GPa
Modelo de cortadura, G	78 GPa
Tensión crítica de pandeo, σ_{cr}	348 MPa

Las propiedades uniaxiales cíclicas del material se obtienen desde ensayos en vez de analíticamente. Los resultados se muestran en las tablas 2 y 3. Se han seguido las recomendaciones de la ASTM para los ensayos.

Tabla 2. Propiedades uniaxiales del acero ST52-3N.

Coef. Resistencia cíclica, K'	630.6 MPa
Exp. Endurecimiento cíclico, n'	0.10850
Límite elástico cíclico, σ'_y	321.3 MPa
Coef. Resistencia fatiga, σ'_f	564.4 MPa
Exp. Resistencia fatiga, b	-0.0576
Coef. ductilidad fatiga, ϵ'_f	0.1554
Exp. ductilidad fatiga, c	-0.4658

Tabla 3. Propiedades torsionales del acero ST52-3N.

Coef. Resistencia cíclica, K'_γ	593.8 MPa
Exp. Endurecimiento cíclico, n'_γ	0.1553
Límite elástico cíclico, τ'_y	594.2 MPa
Coef. Resistencia fatiga, τ'_f	486.9 MPa
Exp. Resistencia fatiga, b_γ	-0.0668
Coef. ductilidad fatiga, γ'_f	0.0662
Exp. ductilidad fatiga, c_γ	-0.3191

2.2 Ensayos fatiga uniaxial y biaxial

Los ensayos se llevan a cabo con control de fuerza con una máquina de fatiga MTS 809 y acoplado un extensómetro Epsilon 3550 para medir deformaciones. Se realiza un total de cuatro ensayos distintos; de tipo uniaxial sin y con sobrecarga y de tipo biaxial sin y con sobrecarga, denominados U1, U2, B1 y B2 respectivamente Tabla 4. Donde $\Delta\sigma$ es el rango de tensión axial, $\Delta\tau$ es el rango de tensión cortante, $\Delta\sigma_{OL}$ es el rango de tensión axial en la sobrecarga y $\Delta\tau_{OL}$ es el rango de tensión cortante en la sobrecarga. El ensayo se considera finalizado cuando la grieta que se genera tiene un tamaño de 3mm. Los ensayos de tipo uniaxial se llevan a cabo con una carga pulsante de relación de carga 0.1. Los ensayos de tipo biaxial combinan en fase una carga pulsante de relación de carga 0.1 con una torsión de relación de carga -1. La Figura 1 muestra los caminos de carga en los casos B1 y B2 junto con la sobrecarga

aplicada en B2. La sobrecarga se aplica cuando la longitud de la grieta alcanza un valor de 2 mm en el caso uniaxial y 1.6mm en el caso biaxial. La longitud de la grieta se determina mediante microscopia óptica. La velocidad de crecimiento de grieta se determina empleando las recomendaciones recogidas en la ASTM E647-15 [23].

Tabla 4. Datos de los caminos de carga estudiados.

Probeta	$\Delta\sigma$ (MPa)	$\Delta\tau$ (MPa)	$\Delta\sigma_{OL}$ (MPa)	$\Delta\tau_{OL}$ (MPa)
U1	216	-	-	-
U2	216	-	302	-
B1	216	277	-	-
B2	216	277	302	388

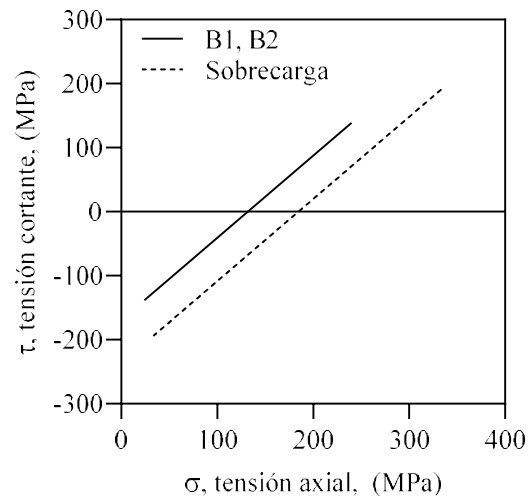


Figura 1. Camino carga Biaxial y sobrecarga.

Para los ensayos se emplearon probetas de tipo cilíndrica Figura 2. Para forzar a la grieta a nuclearse en el campo de visión de la cámara, se mecaniza un taladro pasante de diámetro 0.36mm aproximadamente.

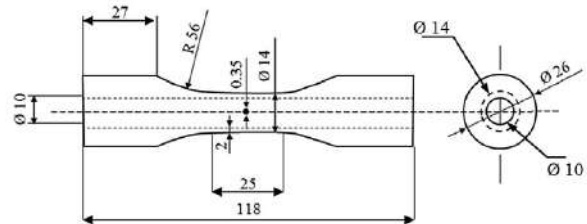


Figura 2. Geometría y dimensiones de la probeta.

2.3 Adquisición de imágenes

Los campos de desplazamientos entorno al extremo de la grieta son capturados mediante una cámara de 5MP CCD acoplada a una lente que permite un campo de imagen de $3.55 \times 2.97\text{mm}^2$ Figura 3. El patrón de superficie requerido para aplicar la técnica de correlación de imágenes (DIC) se genera arañando la superficie con papel de lija de #2400 [24]. Se emplea el software VIC 2D V6 para obtener los campos de desplazamiento [25] en la punta de la grieta. Empleando estos campos de

desplazamiento se facilita la detección de la punta de la grieta.

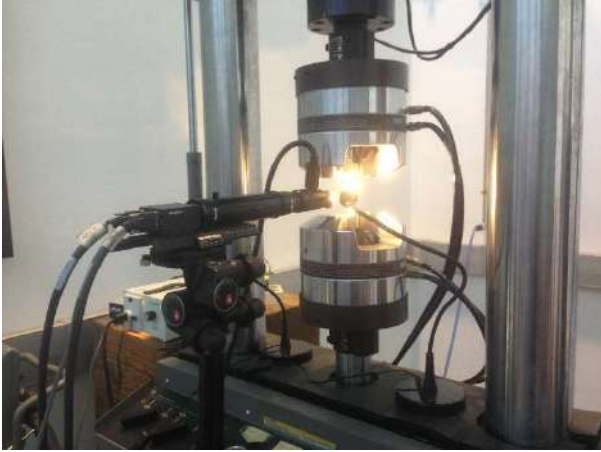


Figura 3. Montaje ensayo.

3 ESTUDIO CON MODELO DE FATEMI-SOCIE

Los modelos de plano crítico funcionan evaluando el daño generado en diferentes planos entorno a un punto crítico a lo largo del ciclo de cargas. El plano en el que aparezca el mayor daño es el denominado como plano crítico [26].

El modelo de Fatemi-Socie (FS) ecuación 1 es un modelo de plano crítico de tipo deformación, está basado en el modelo de Brown-Miller. El parámetro de daño (DP por sus siglas en inglés) queda definido en el plano ϕ^* en el que la amplitud de deformación angular $\Delta\gamma$ es máxima. Dentro del DP se introduce el efecto entre las tensiones normales y cortantes en el plano ϕ^* a través del cociente entre la tensión normal máxima $\sigma_{n,max}$ en ϕ^* y el límite de fluencia σ_y . Para $\sigma < 0$ (compresión) el DP se reduce y para $\sigma > 0$ viceversa, el criterio físico en el que se basa es en el bloqueo entre las caras de la grieta que facilita o dificulta las tensiones normales. El peso de la componente normal se incluye mediante el parámetro del material K . Este parámetro se obtiene a partir de las propiedades cíclicas del material y varía en función de la vida a fatiga [27].

$$\frac{\Delta\gamma_{max}}{2} \left(1 + k \frac{\sigma_{n,max}}{\sigma_y} \right) = \frac{\tau'_f}{G} (2N_f)^{b_\gamma} + \gamma'_f (2N_f)^{c_\gamma} \quad (1)$$

donde τ'_f es el coeficiente de resistencia a fatiga en torsión, G es el modulo cortante, b_γ es el exponente de resistencia a fatiga en torsión, γ'_f es el coeficiente de ductilidad a fatiga en torsión y c_γ es el exponente de ductilidad a fatiga en torsión.

El taladro genera un concentrador de tensión que incrementa de manera considerable los valores de deformación y tensión [28]. Los valores de deformación y tensión entorno a la punta de la grieta fueron estimados aplicando el método de elementos finitos en el software ANSYS [29]. Se introduce el modelo de endurecimiento cinemático de Chaboche ecuación 2 [30].

$$\dot{\alpha} = \frac{2}{3} \sum_{i=1}^n C_i \dot{\epsilon}^{pl} - \gamma_i \alpha_i \lambda \quad (2)$$

donde α es el vector de desplazamiento de la frontera elástica, n es el número de modelos cinemáticos usado, C_i es el módulo de endurecimiento, γ_i es el ratio de disminución del endurecimiento, ϵ^{pl} es la variación de deformación plástica y λ es la deformación plástica acumulada.

3.1 Predicciones de vida a fatiga

Los resultados de vida a fatiga obtenidos se muestran en la Tabla 5 junto con la vida experimental para cada ensayo. Se observa que introduciendo el componente cortante la vida a fatiga se reduce de manera sensible. Por otro lado, también se hace notar que al introducir la sobrecarga la vida a fatiga se incrementa para ambos casos. Las vidas predichas por el modelo de FS son aproximadamente la mitad de las experimentales. Ignorando el efecto del concentrador en los cálculos, las estimaciones fueron muy poco conservadoras.

Tabla 5. Vida a fatiga experimental $N_{F,exp}$ y predicha por FS $N_{F,FS}$.

Probeta	$N_{F,exp}$ (Ciclos)	$N_{F,FS}$ (Ciclos)
U1	1.03×10^6	5.41×10^5
U2	1.21×10^6	5.41×10^5
B1	14,000	15,912
B2	28,600	15,912

4 ESTUDIO DE TOLERANCIA AL DAÑO

4.1 Análisis de la velocidad de crecimiento de grieta

La Figura 4 muestra la evolución de la velocidad de crecimiento de grieta en los ensayos de tipo uniaxial (a) y biaxial (b). Las curvas se corrigen eliminando los ciclos hasta que se genera la grieta en cada caso. Esta diferencia es consecuencia entre otros motivos, al fallo humano por la dificultad de localizar la grieta al inicio. Se puede observar que la velocidad de crecimiento de grieta en los casos biaxiales es notablemente superior. La tensión equivalente de von Mises para los casos biaxiales es un 40% superior a la de los uniaxiales. Por otro lado, también hay que incluir el efecto de variación de las direcciones de tensión principal, cargas no proporcionales, que incrementa el daño.

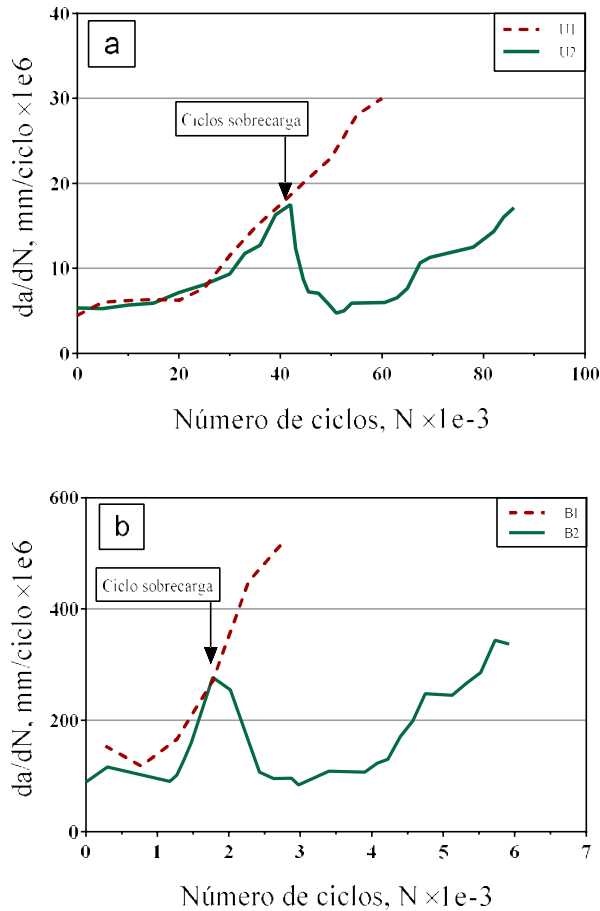
4.2 Análisis del desplazamiento de apertura de la grieta

El COD fue estimado mediante correlación de imágenes. Los datos de desplazamiento por encima y debajo de la grieta fueron usados para computar el COD ecuación (3).

$$COD = \sqrt{(u_{x,inf} - u_{x,sup})^2 + (u_{y,inf} - u_{y,sup})^2} \quad (3)$$

Donde u_x y u_y son los desplazamientos horizontales y verticales respectivamente y los subíndices “inf” y “sup” se refieren a la posición inferior y superior a la grieta. Para determinar la presencia del cierre de grieta, el COD fue obtenido en diferentes fases del ensayo (antes y después del ciclo de sobrecarga). Para el espesor de 2mm de la probeta se considera que no existe demasiada diferencia a lo largo del espesor.

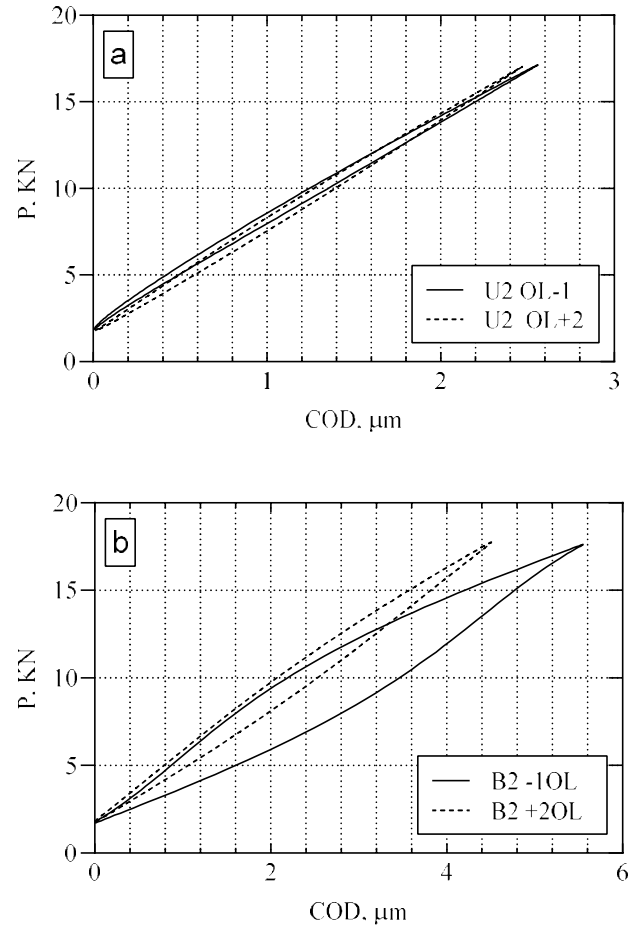
Figura 4. Evolución de la velocidad de crecimiento de grieta en función del número de ciclos para los ensayos uniaxial (a) y biaxial (b).



La Figura 5 muestra como cambia el COD durante un ciclo completo para los ensayos U2 y B2. El camino de carga y descarga en la ensayo B2 se desvía considerablemente del comportamiento lineal. El valor máximo del COD en B2 tras la sobrecarga se reduce en un 18% aproximadamente, mientras que en el caso de U2 un 4%.

La fuerza de cierre de grieta se obtiene aplicando el “compliance based method” [31]. La fuerza estimada para U2 a 2.06, 2.38 y 3.04mm fue de 3.47, 4.35 y 3.58 KN, respectivamente. En el caso de B2 se aplica el mismo proceso sin embargo el bucle de ajuste no era cerrado ni antes ni después de la sobrecarga.

Figura 5. Comportamiento del COD para los ensayos con ciclo de sobrecarga U2 y B2 antes y después de la sobrecarga.



4.2 Evaluación experimental del SIF con DIC

Mediante la técnica de correlación de imágenes se obtuvo el campo de desplazamiento entorno a la punta de la grieta. Siguiendo métodos descritos previamente [32], el factor de intensidad de tensiones en modo I y II fue estimado. El método incluye el ajuste de datos de desplazamiento experimental a la serie de Williams empleando un método multipunto sobre-determinista. Teniendo en cuenta el tamaño del área de interés se tomaron dos términos de la serie de Williams [33]. En los casos biaxiales, la cámara se inclina para dejar la grieta horizontal en las imágenes tomadas. Los datos son extraídos en un área de $0.8 \times 0.8 \text{ mm}^2$ y ajustados al modelo analítico. Para el cálculo de los valores de SIF se emplean las soluciones de Williams presentadas en las ecuaciones (4) y (5).

$$\begin{aligned}
 u = & \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} \left(\kappa - 1 + 2 \sin^2 \frac{\theta}{2} \right) + \\
 & + \frac{K_{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left(\kappa + 1 + 2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) + \\
 & + \frac{T}{8\mu} r (\kappa + 1) \cos \theta + a_0 - Rr \sin(\theta)
 \end{aligned} \quad (4)$$

$$v = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left(\kappa + 1 - 2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) + \frac{K_{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} \left(\kappa - 1 - 2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) + \frac{T}{8\mu} r (\kappa - 3) \sin \theta + b_0 + Rr \cos(\theta) \quad (5)$$

donde a_0 y b_0 tienen en cuenta la traslación del cuerpo rígido y R_0 se usa para compensar la rotación del cuerpo rígido. El modo mixto del SIF se estudió de acuerdo a:

$$K_I = a_1 \sqrt{2\pi} \quad K_{II} = -b_1 \sqrt{2\pi} \quad T = 4a_2 \quad (6)$$

donde K_I y K_{II} son los factores de intensidad de tensiones para el modo I y II respectivamente, y T representa el T-stress.

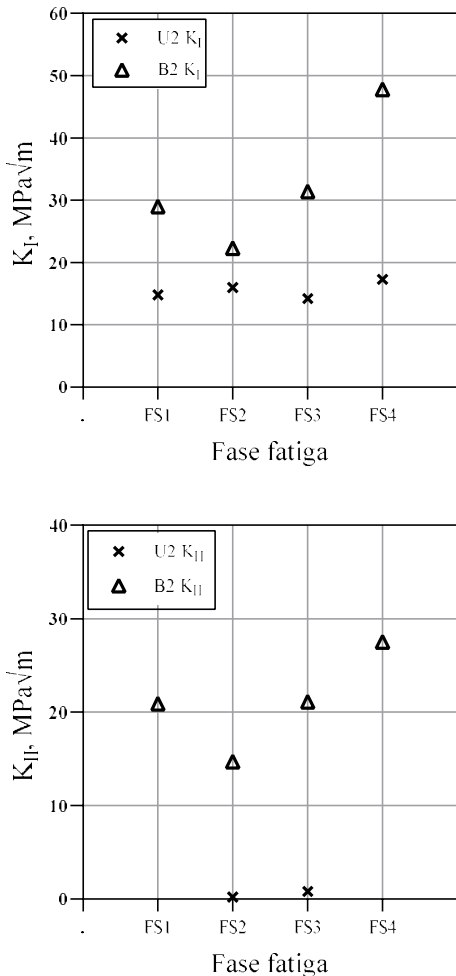


Figura 6. Evolución del factor de intensidad de tensiones en modo I ΔK_I (a) y en modo II ΔK_{II} (b) para las probetas U2 y B2 en diferentes etapas de fatiga.

La Figura 6 presenta los valores de ΔK_I (a) y ΔK_{II} (b) para los ensayos con sobrecarga en diferentes fases del ensayo. FS1 y FS2 son los valores antes y después de aplicar la sobrecarga, FS3 y FS4 son puntos suficiente alejados en ciclos respecto al punto de aplicación de la sobrecarga. El reducido valor de ΔK_{II} comparado con ΔK_I en las probetas uniaxiales indica que la grieta ha trabajado mayormente en modo I. Por otro lado para las

probeta B2, el valor de ΔK_{II} es considerablemente mayor que ΔK_I indicando el mayor peso de la componente cortante en la grieta.

5 CONCLUSIONES

En este trabajo se ha intentado caracterizar el comportamiento a fatiga del acero ST52-3N bajo cargas uniaxiales y biaxiales así como examinar el efecto de sobrecargas del 40% en ambos casos. La investigación se ha llevado a cabo empleando distintas herramientas, el modelo de plano crítico de Fatemi-Socie y los métodos de tolerancia al daño mediante el COD y el SIF. El modelo de Fatemi-Socie ha mostrado un buen resultado a la hora de estimar la vida a fatiga de las probetas teniéndose en cuenta el efecto del concentrador de tensión introducido con el taladro. La actual implementación del modelo de Fatemi-Socie no permite tener en cuenta el efecto de retardo en el crecimiento de grieta provocado por la sobrecarga. La velocidad de crecimiento de la grieta fue aumentada en 20 veces al incluir a la carga uniaxial la carga torsional en fase. El efecto de reducción de la velocidad de crecimiento fue capturado correctamente tanto por el COD como por el SIF, a partir de los datos obtenidos de la técnica de correlación de imágenes. La estimación del SIF también ha permitido cuantificar el nivel en que los modos I y II de crecimiento de grieta se encuentran presente en los ensayos. Para el ensayo biaxial el SIF para modo II se encuentra aproximadamente un 33% por debajo del SIF de modo I.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación aportada para la realización de este trabajo al Ministerio de Economía y Competitividad (referencia MAT2016-76951-C2-2-P).

REFERENCIAS

- [1] Meggiolaro MA, De Castro JTP. Fatigue Design Techniques: Vol. II - Low-Cycle and Multiaxial Fatigue. 1st ed. n.d.
- [2] Hashin Z. Fatigue failure criteria for combined cyclic stress. International Journal of Fracture 1981;17:101-9.
- [3] M. Sonsino C, Grubisic V. Fatigue Behaviour of Cyclically Softening and Hardening Steels under Multiaxial Elastic-Plastic Deformation. vol. 853. 1985.
- [4] Papuga J, Vargas M, Hronek M. Evaluation of uniaxial fatigue criteria applied to multiaxially loaded unnotched samples. Engineering Mechanics 2012;19:99-111.
- [5] Karolczuk A, Macha E. Fatigue Fracture Planes and the Critical Plane Orientations in Multiaxial Fatigue Failure Criteria n.d.
- [6] Cruces A, Lopez-Crespo P, Moreno B, Antunes F. Multiaxial Fatigue Life Prediction on S355

- Structural and Offshore Steel Using the SKS Critical Plane Model. *Metals* 2018;8:1060.
- [7] Fatemi A, Socie DF. A critical plane approach to multiaxial fatigue damage including out-of-phase loading. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 1988;11:149–65.
- [8] Cruces AS, Lopez-Crespo P, Bressan S, Itoh T. Investigation of the multiaxial fatigue behaviour of 316 stainless steel based on critical plane method. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 2019;42:1633–45.
- [9] Irwin G. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics* 1957;24:361–4.
- [10] de Matos PFP, Nowell D. Numerical simulation of plasticity-induced fatigue crack closure with emphasis on the crack growth scheme: 2D and 3D analyses. *Engineering Fracture Mechanics* 2008;75:2087–114.
- [11] Yoneyama S, Kitagawa A, Iwata S, Tani K, Kikuta H. Bridge deflection measurement using digital image correlation. *Experimental Techniques* 2007;31:34–40.
- [12] Carroll JD, Abuzaid W, Lambros J, Sehitoglu H. High resolution digital image correlation measurements of strain accumulation in fatigue crack growth. *International Journal of Fatigue* 2013;55:140–50.
- [13] Moreno B, Martin A, Lopez-Crespo P, Zapatero J, Dominguez J. On the use of NASGRO software to estimate fatigue crack growth under variable amplitude loading in aluminium alloy 2024-T351, 2015, p. 302–11.
- [14] Lopez-Crespo P, Peralta JV, Kelleher JF, Withers PJ. In situ through-thickness analysis of crack tip fields with synchrotron X-ray diffraction. *International Journal of Fatigue* 2019;127:500–8.
- [15] Salvati E, O'Connor S, Sui T, Nowell D, Korsunsky AM. A study of overload effect on fatigue crack propagation using EBSD, FIB–DIC and FEM methods. *Engineering Fracture Mechanics* 2016;167:210–23.
- [16] Simpson CA, Kozuki S, Lopez-Crespo P, Mostafavi M, Connolly T, Withers PJ. Quantifying fatigue overload retardation mechanisms by energy dispersive X-ray diffraction. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 2019;124:392–410.
- [17] Borges MF, Antunes F V, Prates PA, Branco R, Cruces AS. Effect of kinematic hardening parameters on fatigue crack growth. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 2020;106:102501.
- [18] Chernyatin AS, Lopez-Crespo P, Moreno B, Matvienko YG. Multi-approach study of crack-tip mechanics on aluminium 2024 alloy. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 2018;98:38–47.
- [19] Sanford RJ, Dally JW. A general method for determining mixed-mode stress intensity factors from isochromatic fringe patterns. *Engineering Fracture Mechanics* 1979;11:621–33.
- [20] Lopez-Crespo P, Garcia-Gonzalez A, Moreno B, Lopez-Moreno A, Zapatero J. Some observations on short fatigue cracks under biaxial fatigue. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 2015;80:96–103.
- [21] Chaves V. Ecological criteria for the selection of materials in fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 2014;37:1034–42.
- [22] Cruces AS, Mokhtarishirazabad M, Moreno B, Zanganeh M, Lopez-Crespo P. Study of the biaxial fatigue behaviour and overloads on S355 low carbon steel. *International Journal of Fatigue* 2020;134:105466.
- [23] ASTM E647-15, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates. West Conshohocken, PA: 2015.
- [24] Mokhtarishirazabad M, Lopez-Crespo P, Zanganeh M. Stress intensity factor monitoring under cyclic loading by digital image correlation. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 2018;41:2162–71.
- [25] Vic-2D V6 Reference Manual, Correlated Solutions Incorporated (C.S.Inc). n.d.
- [26] Socie DF, Marquis GB. *Multiaxial fatigue*. 1st ed. Warrendale, PA (USA): Society of Automotive Engineers, Inc.; 2000.
- [27] Ellyin F, Golos K, Xia Z. *In-Phase and Out-of-Phase Multiaxial Fatigue* 1991.
- [28] Lopez-Crespo P, Moreno B, Lopez-Moreno A, Zapatero J. Characterisation of crack-tip fields in biaxial fatigue based on high-magnification image correlation and electro-spray technique. *International Journal of Fatigue* 2015;71:17–25.
- [29] Systems SA. ANSYS 1996.
- [30] Chaboche JL. Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity. *International Journal of Plasticity* 1989;5:247–302.
- [31] Skorupa M, Baretta S, Carboni M, Machiniewicz T. An algorithm for evaluating crack closure from local compliance measurements. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 2002;25:261–73.
- [32] Yates JR, Zanganeh M, Tai YH. Quantifying crack tip displacement fields with DIC. *Engineering Fracture Mechanics* 2010;77:2063–76.
- [33] Williams ML. On the stress distribution at the base of a stationary crack. *Journal of Applied Mechanics* 1957;24:109–14.

02 - TÉCNICAS EXPERIMENTALES

MACHINE LEARNING APPLICATION TO MECHANICAL AND FRACTURE MATERIAL CHARACTERIZATION

F.J. Gomez¹, M.A. Martín-Rengel², J. Ruiz-Hervías²

¹ADVANCED MATERIAL SIMULATION SL, Bilbao, Spain

²Materials Science Department, Universidad Politécnica de Madrid, Spain

* Persona de contacto: Javier.gomez@amsimulation.com

RESUMEN

El objetivo del presente trabajo es formular una metodología de caracterización de materiales aplicable a propiedades mecánicas y de fractura basada en la combinación de experimentación, cálculo numérico y técnicas de aprendizaje automático. La idea fundamental consiste en determinar con técnicas de “machine learning” o aprendizaje automático las propiedades del material tales que al realizar la simulación numérica con ellas reproducen los resultados experimentales. Se presenta una técnica de análisis inverso específica para obtener funciones del material, como la curva tensión-deformación plástica o la curva de ablandamiento del modelo de la fisura cohesiva. La validación de la metodología se ha realizado en tres ensayos mecánicos distintos: un ensayo de compresión diametral y un ensayo de nanoindentación esférica, ambos efectuados en tubos de circonio para obtener la curva tensión-deformación plástica del material, y un ensayo de flexión en tres puntos en hormigón para determinar la curva de ablandamiento. Se ha propuesto un algoritmo de descenso de gradiente simplificado aplicable a los tres casos objeto de estudio, obteniendo en todos ellos un ajuste prácticamente perfecto entre los resultados numéricos y los experimentales.

PALABRAS CLAVE: Aprendizaje automático, análisis inverso, curva de ablandamiento, curva tensión deformación plástica.

ABSTRACT

The objective of this paper is to formulate a material characterization methodology applicable to mechanical and fracture properties, combining experiments, numerical simulation and machine learning techniques. The basic idea is to determine –with the help of machine learning– the mechanical or fracture material properties that will better reproduce the experimental results when introduced in the numerical model. This technique is a specific procedure to obtain material functions, such as the stress versus plastic strain curve in continuum analysis or the softening curve in fracture. The same inverse machine-learning algorithm has been applied to different tests and different magnitudes: ring compression test and nanoindentation to determine the plastic stress-strain curve of zirconium tubes and three-point bending test to obtain the softening curve of concrete. A simplified gradient descent algorithm has been proposed in a unique form that is applicable to the three studied cases

KEYWORDS: Machine learning, inverse analysis, softening curve, plastic stress-strain curve.

INTRODUCTION

Industrial and manufacturing processes, as rolling, extrusion, forging, drawing, coating... will modify material properties. Particularly, the mechanical and fracture properties of components are different from the ones of the original materials and new in-situ characterization procedures are needed. The determination of the real material properties of a product in its final state is a challenging task, especially when the component shape does not allow us to perform conventional tests. Inverse analysis can solve this drawback [1-3].

Several inverse analysis algorithms were proposed in the past by the authors [4-6] to obtain material functions, combining non-conventional tests and numerical simulations. The basic idea was to iteratively determine the material properties that better reproduce the experimental results when introduced in the numerical model. At an iteration i , the algorithms determined the material response and suggested a new material curve that improved the previous results [4-6].

Three different algorithms were studied depending on the application: the plastic stress-strain curve from the

diametral compression test, the same curve from nanoindentation tests and the softening curve of the cohesive model from the three-point bending test. This means three different formulations with a common iterative strategy.

The present paper formulates a unique methodology inside a Machine Learning framework that encloses all previous results. This technique is a specific procedure to obtain material functions.

METHODOLOGY

The input of the procedure is the experimental curve:

$$Y = Y(X) \quad (1)$$

Where X is the independent and Y the dependent variables respectively. At the first two applications of the next section, Y is an experimental load and X a displacement. The output is the material curve ω

$$\omega = \omega(\tau) \quad (2)$$

The numerical system predicts a curve, \hat{Y} depending on X and ω

$$\hat{Y} = \hat{Y}(\omega(\tau), X) \quad (3)$$

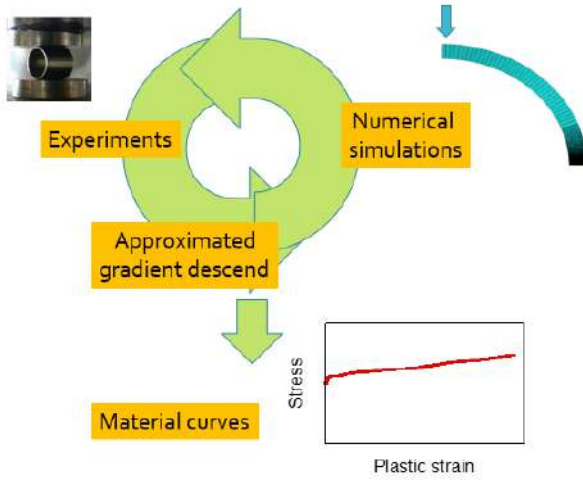


Figure 1. Proposed methodology.

The final output is the material curve ω which produces a curve \hat{Y} fitted to Y , i.e., the curve that minimizes the objective function

$$\mathcal{L}(X, Y, \hat{Y}, \omega, \tau) = \int (Y - \hat{Y})^2 dX \quad (4)$$

ω can be discretized at intermediate points as ϖ

A typical machine learning algorithm to solve (4) is gradient descent [7]. Gradient descent is a first-order iterative optimization algorithm to find the local

minimum of a differentiable function, its basic formulation being:

$$\varpi_{i+1} = \varpi_i - \alpha d\varpi_i \quad (5)$$

Where ϖ_i is the value of ϖ at iteration i , $d\varpi_i$ is the gradient of the objective function respect to ϖ_i and α is the step size or learning rate.

As expressions (4) and (5) involve nonlinear finite element simulation a workaround process is proposed. A simplified gradient descent algorithm is suggested.

$$d\varpi_i = \beta \varpi_i \frac{\hat{Y}(\varpi, \tau) - Y}{\hat{Y}(\varpi, \tau)} \quad (6)$$

And the relation between X and τ is formulated with a multi-option equation

$$\tau = \tau_{max} \left(\frac{X - X_{min}}{X_{max} - X_{min}} \right)^\gamma \quad (7)$$

α , β , τ_{max} , X_{max} , X_{min} are hyperparameters of the model.

γ is a variable that takes a list of values in each iteration, calculating different options for the gradient and taken the option for which the reduction of the functional (4) is greater.

APPLICATION TO MECHANICAL CHARACTERIZATION

The authors proposed the ring compression test in combination with inverse methodology to characterize the mechanical properties of zirconium nuclear fuel cladding [4] as an alternative to the uniaxial tensile test.

The typical experimental load vs. displacement curves of the ring compression tests are shown in Figure 2. Initially, there is a linear relationship between the load and displacement. Later, this linear trend is lost, and the slope of the curve reduces until the load reaches a maximum and decrease subsequently. It was observed that around the maximum load value a crack was initiated at the external surface of the sample which then propagated along the radial direction, while the load was decreased. The final load increase was due to the fact that both sides of the deformed sample contact each other. The non-linear part of the experimental curve previous to the maximum load can be used as input of the methodology proposed to determine the plastic stress-strain curve of the material

The experimental magnitudes are load, P , and displacement, d

$$X = d \text{ and } Y = P \quad (8)$$

the material function is the plastic stress-strain curve.

$$\omega = \sigma \text{ and } \tau = \varepsilon \quad (9)$$

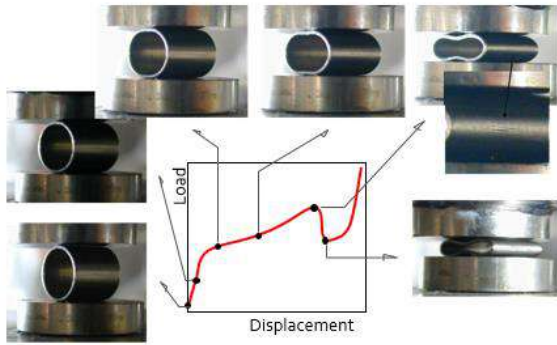


Figure 2. Ring compression test.

The hyperparameters are

$$X_{min} = d_{min}, X_{max} = d_{max}, \tau_{max} = \varepsilon_{max} \\ \alpha \beta = 1 \quad (10)$$

d_{max} is a displacement prior to the maximum load, d_{min} is the displacement of the first point where nonlinear behavior is observed and ε_{max} is the maximum equivalent plastic strain in simulations, and γ takes the following values in [0.5, 1, 2, 3].

Particularizing the hyperparameters as expression (10), the previous formulation of the iterative algorithm [4] is reached.

$$\sigma_{i+1} = \sigma_i \frac{P}{\hat{P}(\sigma_i, \varepsilon_i)} \\ \varepsilon_i = \varepsilon_{max} \left(\frac{d - d_{min}}{d_{max} - d_{min}} \right)^\gamma \quad (11)$$

The application of this algorithm to ring compression tests leads to a quasi-perfect fitting (Figure 3)

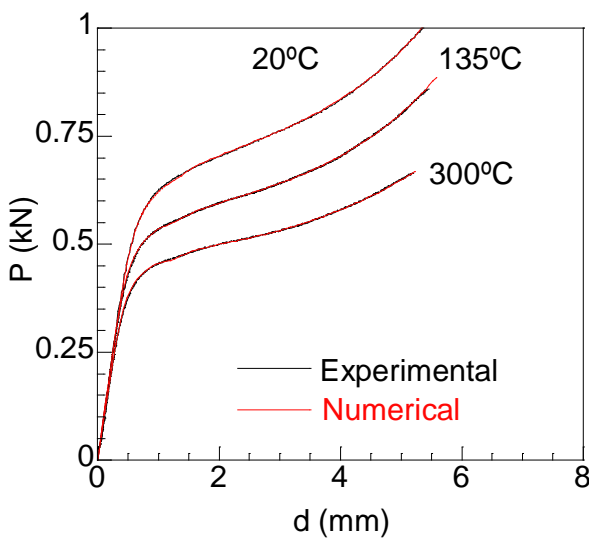


Figure 3. Quality of the fitting of the proposed methodology to the ring compression test

The final output is the plastic stress strain curve. Three examples corresponding to three different temperatures appear at Figure 4 [4].

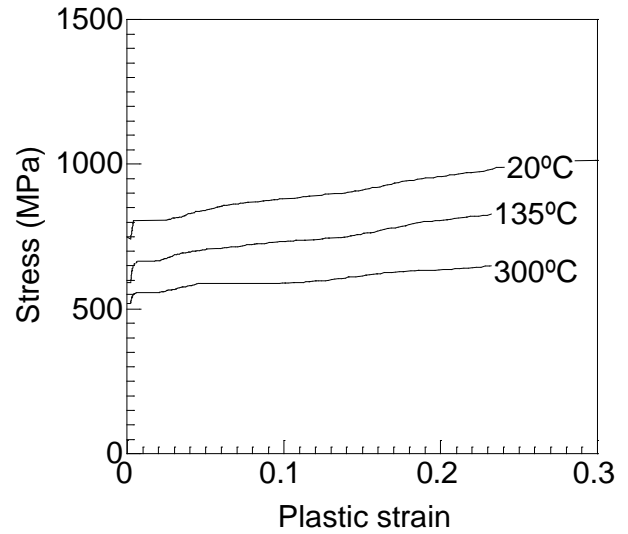


Figure 4. Plastic stress-strain curves obtained from the ring compression test [1]

Another non conventional mechanical test to determine the plastic stress-strain curve by inverse analysis is the spherical nanoindentation test [5].

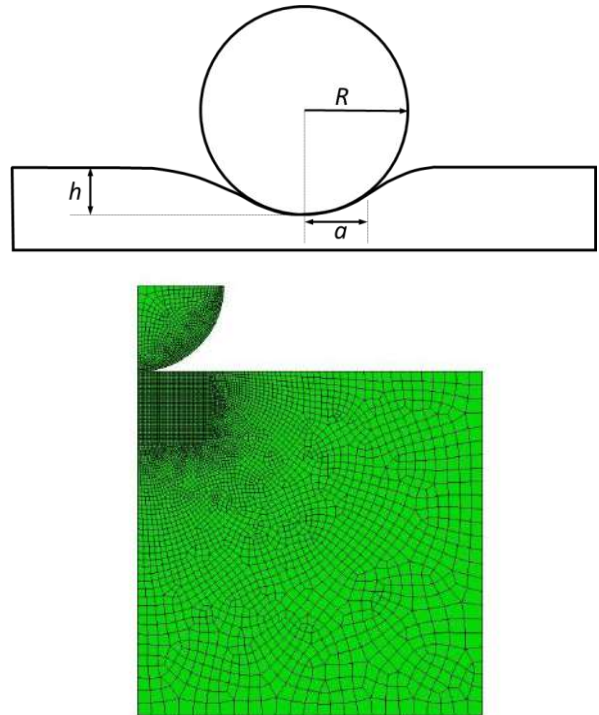


Figure 5. Spherical nanoindentation test model.

The input of the methodology are the load vs penetration depth curves obtained by nanoindentation (Figure 5). The plastic behaviour can be observed by comparing the experimental curve with the corresponding linear-elastic simulation [5]. A 2D finite element model was developed in ABAQUS v6.13.4 to simulate spherical nanoinden-

tation tests. The axisymmetric mesh employed in the calculations is depicted in Figure 5. The radius of the sphere was 5 mm and the size of the element at the contact region is 0.1 mm.

Now, the experimental magnitudes are the load, P , and the penetration depth, h

$$X = h \text{ and } Y = P \quad (12)$$

As in the previous application, the material function is the plastic stress-strain curve.

$$\omega = \sigma \text{ and } \tau = \varepsilon \quad (13)$$

The hyperparameters are

$$X_{min} = h_{min}, X_{max} = h_{max}, \tau_{max} = \varepsilon_{max} \\ \alpha = 1 \quad (14)$$

and γ is equal to 1 or 2. h_{max} is a penetration depth prior to the maximum load, h_{min} is the displacement where the numerical curve corresponding to the first iteration separates from experimental one ($h_{min} \approx 250$ nm) and ε_{max} is calculated with the next expression.

$$\varepsilon = 0.4 \frac{a}{R} \quad (15)$$

Where R is the radius of the sphere of the nanoindenter and a is the radius of the projected contact area, defined in Figure 5. Within this particularization the final expression is:

$$\sigma_{i+1} = \sigma_i - \beta \sigma_i \frac{\hat{p}(\sigma_i, \varepsilon_i) - P}{\hat{p}(\sigma_i, \varepsilon_i)} \\ \varepsilon_i = \varepsilon_{max} \left(\frac{h - h_{min}}{h_{max} - h_{min}} \right)^\gamma \quad (16)$$

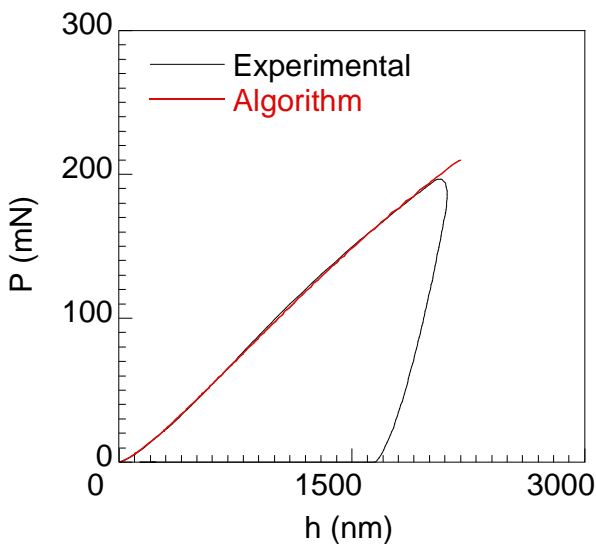


Figure 6. Fitting of the load vs penetration depth curves [5]

Similar to the expression previously used us [5]. The fitting quality is again quasi-perfect (Figure 6), and the final output is the plastic stress strain curve (Figure 7) [5].

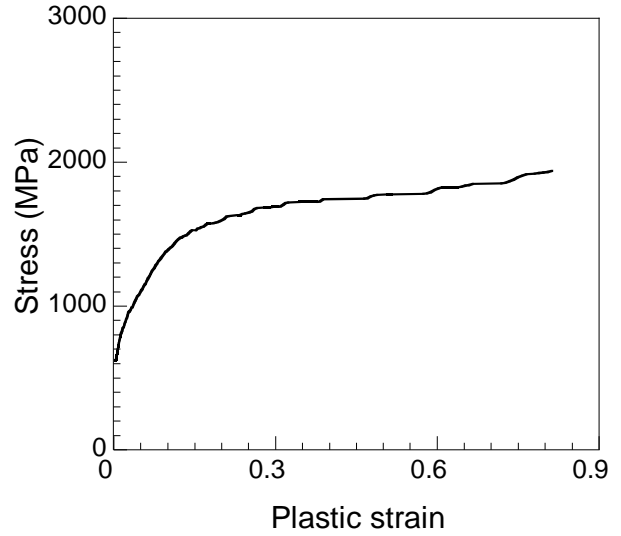


Figure 7. Plastic stress-strain curve obtained from spherical nanoindentation tests [5]

APPLICATION TO FRACTURE CHARACTERIZATION

The same methodology has been applied in a different field, to determine the softening curve in concrete from a three point bending test [6] (Figure 8).



Figure 8. Three point bending test in a concrete sample.

The input of the inverse methodology is the load vs crack mouth opening displacement curve (CMOD). A typical example appears at Figure 9. The experimental register shows an initial quasi-linear ramp up to maximum load. Due to crack (or cohesive crack) propagation, the load decreases monotonically until the complete separation of the specimen.

The experimental magnitudes are the load, P , and CMOD

$$X = P \text{ and } Y = CMOD \quad (17)$$

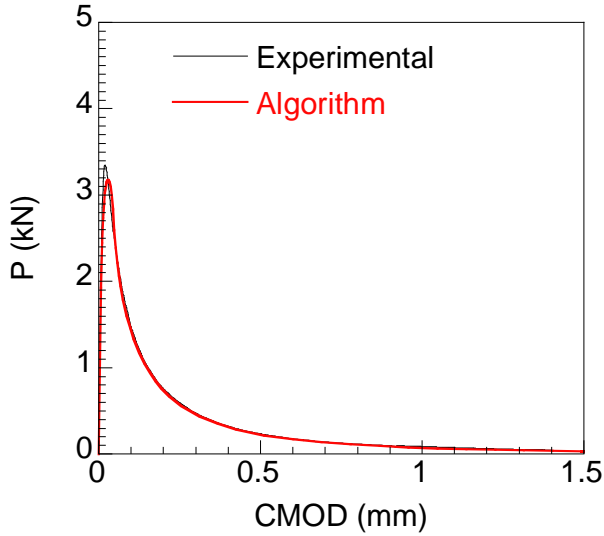


Figure 9. Fitting of the load vs CMOD curves [6]

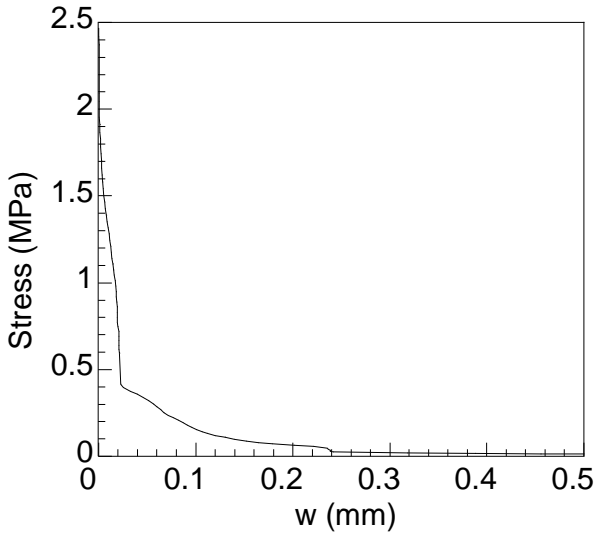


Figure 10. Softening curve obtained from three-point bending tests in concrete [6]

The material function is the softening curve defined in mode I as the relationship between the transmitted stress and the displacement of the lips of the cohesive crack. The parameters of the algorithm are

$$\omega = w \text{ and } \tau = \sigma \quad (18)$$

It is important to note that ω is not equal to σ as in preceding applications, Y is not equal to the load and X is not the displacement. The hyperparameters are

$$\begin{aligned} X_{min} &= 0, X_{max} = P_{max}, \tau_{max} = f_t \\ \alpha \beta &= 1 \end{aligned} \quad (19)$$

and γ takes one of the following values [0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3]. f_t is the maximum stress and P_{max} the maximum load. The final expression is :

$$\begin{aligned} w_{i+1} &= w_i \frac{CMOD}{CMOD(w, \sigma)} \\ \sigma &= f_t \left(\frac{P}{P_{max}} \right)^\gamma \end{aligned} \quad (20)$$

The results obtained with this algorithm can be observed in Figure 9. The quality of the fitting is very good. The final output is the softening curve that appears at Figure 10

CONCLUSIONS

The same inverse machine learning algorithm has been applied to different test and different magnitudes: ring compression test and spherical nanoindentation to determine the plastic stress-strain curve and three point bending test to obtain the softening curve in concrete.

The algorithm has been defined in a machine learning framework using a unique formulation of the simplified gradient descent. The advantage of using a common framework is the possibility to generalize and formulate new inverse characterization algorithms using standard and advanced gradient descent.

The fitting quality is very good, although in a machine learning framework this fact could be the result of overfitting and more experimental data would be convenient to guarantee the uniqueness of the solution.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to express their gratitude to the European Union's H2020 research and innovation programme for their financial support under the LightCoce project (No 814632) and to the Spanish "Ministerio de Ciencia e Innovacion e Universidades" for the founding received (project RTI2018-097221-B-I00)

REFERENCES

- [1] G. Maier, M. Bocciarelli, G. Bolzon, R. Fedele. Inverse analyses in fracture mechanics. In: Carpinteri A., Mai YW., Ritchie R.O. (eds) *Advances in Fracture Research*. Springer, Dordrecht. (2006)
- [2] T. Zimmermann, A. Strauss, D. Lehký, D. Novák, Z. Keršner. Stochastic Fracture-mechanical Characteristics of Concrete Based on Experiments and Inverse Analysis. *Construction and Building Materials* 73 (2014): 535-43.
- [3] I. Oliveira, P. Teixeira, F. Ferreira, A. Reis. Inverse Characterization of Material Constitutive Parameters for Dynamic Applications. *Procedia Engineering*, 114, (2015), 784-791.

- [4] F.J. Gomez, M.A. Martín-Rengel, J. Ruiz-Hervías., A new procedure to calculate the constitutive equation of nuclear fuel cladding from ring compression tests. *Progress in Nuclear Energy*, 97 (2017), 245-251.
- [5] M.A. Martín-Rengel, F.J. Gomez, A. Rico, J. Ruiz-Hervías, J. Rodríguez. Obtention of the constitutive equation of hydride blisters in fuel cladding from nanoindentation tests. *Journal of Nuclear Materials*, 487 (2017), 220-228
- [6] F.J. Gomez, M.A. Martín-Rengel, J. Ruiz-Hervías, A.M. Fathy. Use of iterative algorithms to calculate the softening curve in concrete *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 58 (2019), 64-68
- [7] K.P. Murphy. *Machine Learning. A Probabilistic Perspective*. MIT Press, Cambridge, England (2012)

PLASTIC CTOD AS FATIGUE CRACK GROWTH CHARACTERISING PARAMETER USING DIC

J.M. Vasco-Olmo^{1*}, F.A. Díaz¹, A. Camacho-Reyes¹, F.V. Antunes², M.N. James³

¹Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera, University of Jaén
Campus Las Lagunillas s/n, 23071, Jaén, Spain

²Centre for Mechanical Engineering, Materials and Processes (CEMMPRE), University of Coimbra
Pinhal de Marrocos 3030-788 Coimbra, Portugal

³School of Marine Science & Engineering, University of Plymouth
Drake Circus PL4 8AA, Plymouth, United Kingdom

*José Manuel Vasco Olmo: jvasco@ujaen.es

RESUMEN

En el presente artículo, se ha empleado la variación del parámetro CTOD plástico para la caracterización del crecimiento de grieta a fatiga en los aluminios 2024-T3 y 7050-T6 empleando la técnica de Correlación digital de Imágenes (DIC). Para ello se ha empleado el análisis de un ciclo completo obteniendo las componentes elástica y plástica del CTOD. Se realizaron ensayos a fatiga en probetas Compact-Tension (CT) de espesor 1 mm y anchura 20 mm a relaciones de carga 0.1, 0.3 y 0.5. El rango correspondiente a la componente plástica del CTOD se ha relacionado linealmente con da/dN en ambas aleaciones con independencia de la relación de carga. Para facilitar la obtención de medidas precisas se ha desarrollado un método para la localización del vértice de grieta, junto con un análisis de sensibilidad para estudiar el efecto que tiene sobre el CTOD la localización del punto de medida tras el vértice de grieta. Se ha demostrado que el rango de la componente plástica del CTOD es parámetro válido y alternativo al factor de intensidad de tensiones para la caracterización de la propagación de grieta a fatiga. Un aspecto especialmente innovador del presente trabajo es que se describe un método basado en DIC, que a opinión de los autores proporciona una metodología estable para la medición del CTOD.

PALABRAS CLAVE: CTOD; fatigue crack growth; DIC; 2024-T3 and 7050-T6 aluminium alloys.

ABSTRACT

The plastic range of crack tip opening displacement (CTOD) has been used for the experimental characterisation of fatigue crack growth for 2024-T3 and 7050-T6 aluminium alloys using digital image correlation (DIC). Analysis of a complete loading cycle allowed resolving the CTOD into elastic and plastic components. Fatigue tests were conducted on Compact-Tension (CT) specimens with a thickness of 1 mm and a width of 20 mm at stress ratios of 0.1, 0.3 and 0.5. The range of plastic CTOD could be related linearly to da/dN independent of stress ratio for both alloys. To facilitate accurate measurements of CTOD, a method was developed for correctly locating the crack tip and a sensitivity analysis was performed to explore the effect of measurement position behind the crack tip on the CTOD. The plastic range of CTOD was demonstrated to be a suitable alternate parameter to the stress intensity factor range for characterising fatigue crack propagation. A particularly innovative aspect of the work is that the paper describes a DIC-based technique that the authors believe gives a reliable way to determine the appropriate position to measure CTOD.

KEYWORDS: CTOD; fatigue crack growth; DIC; 2024-T3 and 7050-T6 aluminium alloys.

1. INTRODUCTION

Characterising fatigue crack growth rate using CTOD has been the subject of a significant body of research, but the ability of DIC measurements to obtain the plastic range of CTOD ($\Delta CTOD_p$) is still somewhat controversial. The present authors have previously presented a preliminary study of fatigue crack growth in commercially pure titanium and identified a 2D DIC

technique that allows accurate identification of the plastic range of CTOD [1]. A linear relationship was observed between crack propagation rate (da/dN) and $\Delta CTOD_p$. This work extends the technique to the characterisation of fatigue crack propagation in two aluminium alloys commonly used in aircraft industrial applications.

The stress intensity factor range (ΔK) has traditionally been used as a characterising parameter for fatigue crack growth rate in applications subjected to small-scale yielding using the Paris relationship [2], [3]. However, this relationship has some limitations [4], [5]: (i) it is based on empirical observations and does not add understanding on the mechanisms driving fatigue crack growth, and the constants obtained from the fitting process contain physically unjustifiable units; (ii) it is only valid for (relatively) large cracks under small-scale yielding conditions subjected to constant amplitude loading cycle; and (iii) crack growth rate per cycle depends on other parameters such as applied load ratio and load history which can invalidate the similitude concept that underpins the limited validity of the Paris power relationship.

These limitations reflect the fact that stress intensity factor was a parameter defined to describe linear elastic conditions at the crack tip, while fatigue crack propagation is controlled by nonlinear plasticity processes at the crack tip. The two most frequently used parameters in elastic-plastic fracture mechanics are CTOD and the J-contour integral [6]. CTOD is a local parameter used to measure the opening originated at the tip of a crack as the component is loaded that therefore takes account of crack tip plasticity, although defining the precise point behind the absolute crack tip where the opening displacement should be characterised can also be problematic. CTOD is used in this work as the parameter for characterising fatigue crack growth and a DIC-based technique is described that the authors believe gives a reliable way to find the appropriate point to measure CTOD.

The authors of the present work [1] have recently used 2D DIC measurements of CTOD to characterise fatigue crack growth in commercially pure titanium. The results of this work showed that the plastic component of CTOD could be directly linked with plastic crack tip deformation during crack propagation leading to the conclusion that $\Delta CTOD_p$ was a suitable parameter to characterise fatigue crack propagation. A linear relationship independent of stress ratio was obtained between da/dN and $\Delta CTOD_p$ ($da/dN = 0.2706 \Delta CTOD_p$). Thus, the current work extends this preliminary work to the more microstructurally complex aluminium alloys (2024-T3 and 7050-T6) of interest in aerospace and transport applications.

2. MATERIALS AND EXPERIMENTAL METHODS

CT specimens had dimensions in accordance with ASTM E647 [7] as shown in Figure 1a. Fatigue tests at stress ratio values of 0.1, 0.3 and 0.5 used a maximum load of 600 N.

The experimental set-up used to conduct the fatigue tests and perform data acquisition is shown in Figure 1b. A random black speckle was sprayed with an

airbrush over a white background on one surface of each specimen for DIC measurements. Fatigue tests used a 25 kN servohydraulic machine (MTS 370.02) and a load frequency of 10 Hz. For the 2D DIC, a CCD camera (AVT Stingray F-504 B/C) was placed perpendicularly to the specimen surface, increasing the spatial resolution around the crack tip by focusing with a zoom lens (MLH-10X EO). The camera system was arranged to visualise the crack propagation at the centre of the image, with a resolution of 8.8 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ (field of view of 14.1 x 10.6 mm). A fibre optic light source (Fiber-Lite DC-950) was used to illuminate the speckled surface of the specimen and to assist better observation of the speckle pattern and improved image processing.

A sequence of images for DIC analysis was captured at increments of 20 N between P_{min} (60 N) and P_{max} (600 N). Hence 28 images were obtained and plotted on both the loading and unloading half-cycles when CTOD data was being acquired.

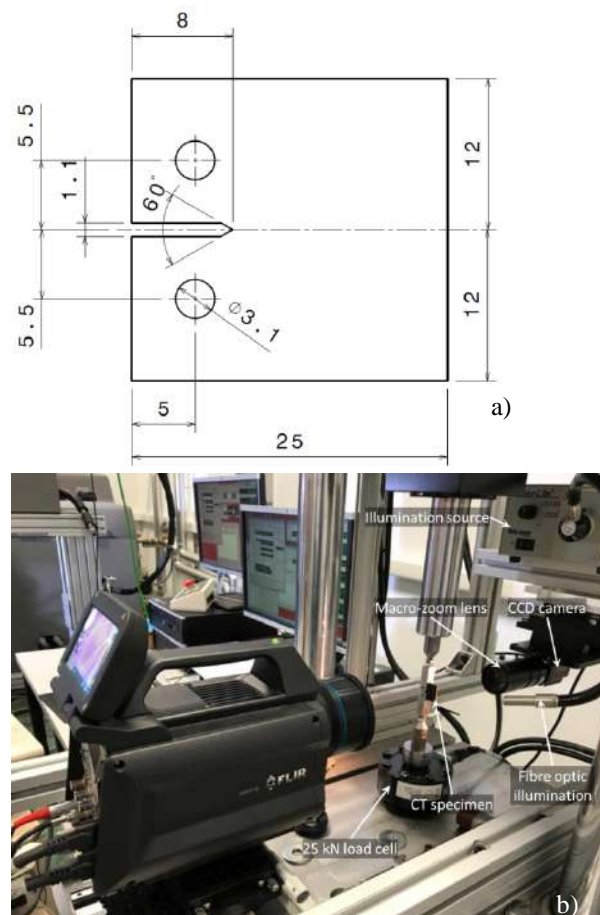


Figure 1. (a) Dimensions (mm) of the CT specimens [7]; (b) experimental set-up used to conduct the fatigue tests and for data acquisition.

Image processing was performed using the Vic-2D program [8] from Correlated Solutions using 25 pixels as the subset size and a step value of 1 pixel to obtain the maximum resolution for the displacement maps. Figure 2 shows an example of the displacement fields

obtained for the 7050 aluminium alloy for a load of 600 N and a 9.13 mm crack.

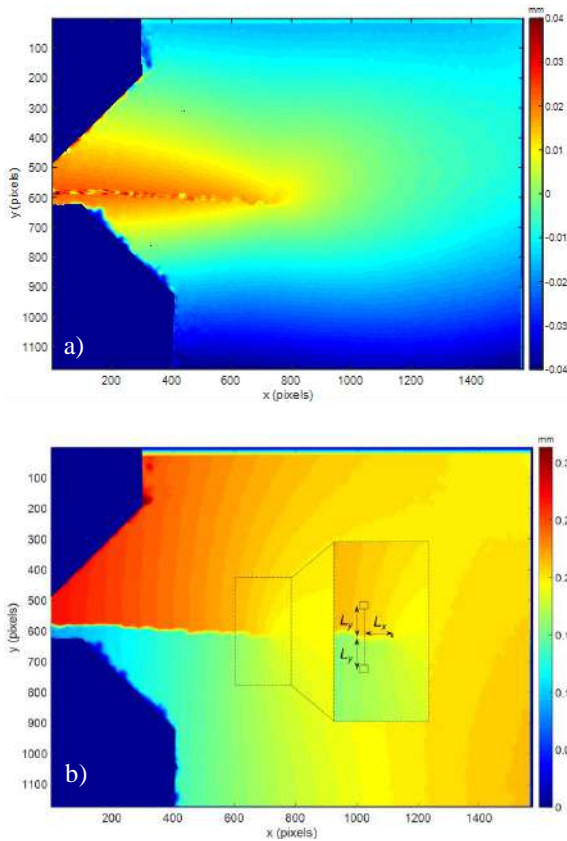


Figure 2. Example of displacement fields obtained by 2D DIC for a load step of 600 N and a 9.13 mm crack: Horizontal (a) and vertical (b) displacement maps. The region around the crack tip has been enlarged on the vertical displacement map to show the location of the two points used to measure the CTOD. L_x is the horizontal distance behind the crack tip and L_y is the vertical distance from the crack plane.

3. CRACK TIP LOCATION

Since the CTOD was originally defined as the opening at the crack tip [9], a particularly important aspect in its measurement is ensuring accurate location of the crack tip, as this assumed location will have a strong influence in the consistency of the results. Hence the methodology outlined by the authors in a previous work for locating the crack tip [1] was applied. CTOD measurement was found from the vertical displacement maps by selecting a pair of points behind the crack tip to measure the relative displacement between the crack faces. The x and y coordinates of the crack tip were obtained as follows. Firstly, the y -coordinate is found as the intersection point observed when a set of vertical displacement profiles, plotted perpendicularly to the crack path, cross the crack plane. This convergent behaviour of the profiles at a point on the crack plane can be clearly seen in Figure 3a. In the example shown in Figure 3a, the range in the x -direction of the plotted

profiles is between 710 and 740 pixels since it had been previously established as the potential location of the crack tip. The vertical displacement value (0.188 mm) corresponding to this intersection point is also shown in Figure 3a because it is used to locate the crack tip in the x -direction (Figure 3b).

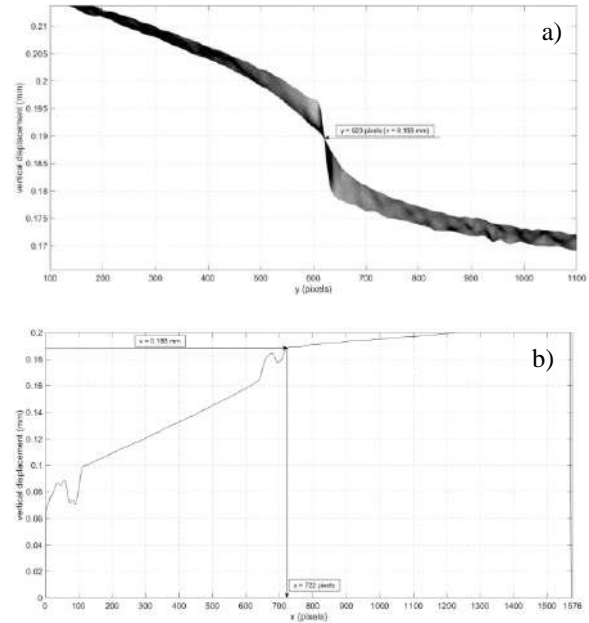


Figure 3. Plots showing the methodology used to identify the position of the crack tip in the y (a) and x (b) directions.

Figure 3b plots a vertical displacement profile in the x -direction parallel to the crack direction and allows identification of the x -coordinate of the crack tip as that point on the displacement profile that has the same value for the vertical displacement ($v = 0.188$ mm) identified for the y -coordinate of the crack tip. The crack tip x and y coordinates identified from this procedure were 722 and 623 pixels, respectively, taking the upper left corner of the vertical displacement map (Figure 3b) as the coordinate origin. This methodology was then applied for all the crack lengths measured during the fatigue testing.

4. INFLUENCE ON CTOD MEASUREMENT OF THE LOCATED POSITION BEHIND THE CRACK TIP

The location of the two points behind the crack tip used to measure the CTOD is a critical aspect in the interpretation of CTOD data and its subsequent application to fatigue crack propagation. For this reason, a sensitivity study was used to explore how the x and y positions can influence the CTOD value. As shown in Figure 2b, two distances behind the crack tip are used to define the CTOD measurement position, one parallel with the crack direction (defined as L_x) and other one perpendicular to the crack plane (defined as L_y).

The sensitivity study analysed the variation of the CTOD values obtained at maximum load and that correspond with a range of values for one of the measurement position distances, whilst keeping the other one fixed. Figure 4a shows the variation in CTOD profiles as a function of the L_x measurement distance for values of L_y from 1 pixel (8.8 μm) to 20 pixels (176 μm). As expected, in all cases there is a stable increase in CTOD values as the L_x distance increases. However, an interesting observation is that the displacement profiles as a function of L_y converge to a point once $L_y > 15$ pixels (= 132 μm), and this point corresponds to a value of L_x of 14 pixels (= 123.2 μm). This behaviour is shown in greater detail in Figure 4b, where only displacement profiles for values of $L_y > 15$ pixels (132 μm) have been plotted. This magnifies the region around the intersection point (marked with a square). Similar behaviour is also observed in Figure 6c, where displacement profiles are plotted as a function of the L_y measurement distance for a range of L_x between 1 pixel (8.8 μm) and 20 pixels (176 μm). It can be observed that with L_x values ≥ 14 pixels (= 123.2 μm) the CTOD profile reaches a constant value at a L_y distance of 15 pixels (= 132 μm). The constant value region is marked with the yellow rectangle in Figure 4c. This analysis indicates that the CTOD can be uniquely and precisely measured using data obtained from two points located behind the crack tip with L_x distance of 14 pixels (123.2 μm) and L_y distance of 15 pixels (132 μm). All CTOD measurements were therefore using these values of $L_x = 123.2 \mu\text{m}$ and $L_y = 132 \mu\text{m}$.

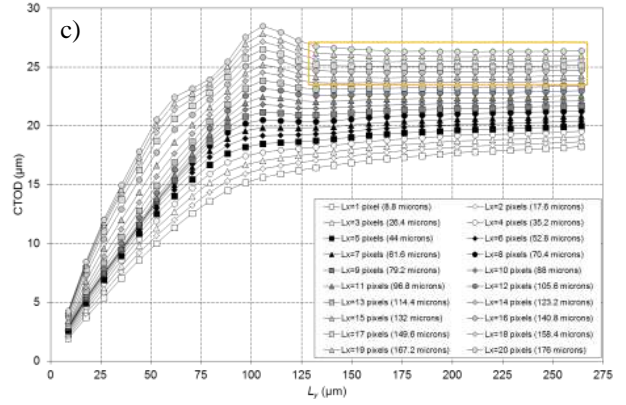
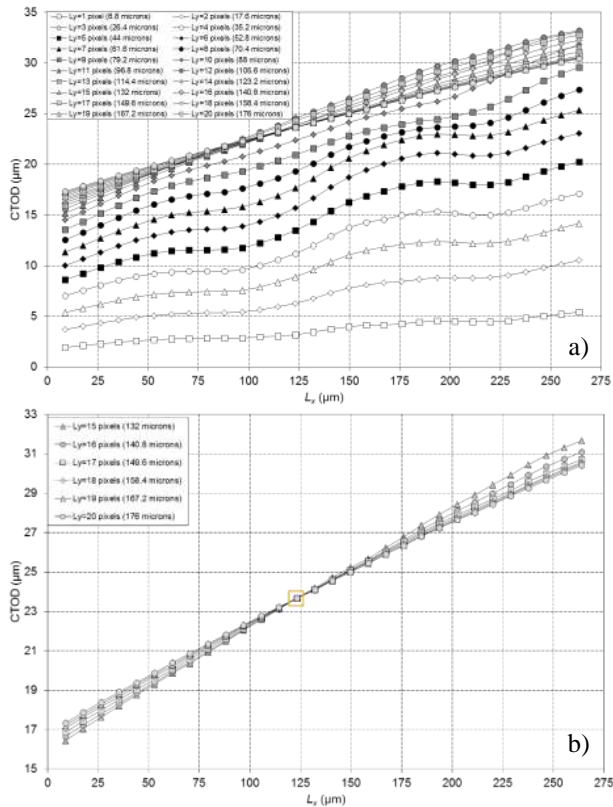


Figure 4. Plots of CTOD showing the effect of the position chosen for the two points where CTOD is measured: (a) Variation of the CTOD values with the distance L_x in the parallel direction to the crack, marking the point where the plots intersect (b); (c) Variation of the CTOD values with the distance L_y in the normal direction to the crack path

5. RESULTS AND DISCUSSION

5.1. Experimental determination of plastic CTOD

CTOD can be resolved into its elastic and plastic components from an analysis of a full loading cycle. Figure 5 shows a typical CTOD plot for a crack 9.13 mm long in a 7050-T6 aluminium specimen grown at a stress ratio of 0.1. CTOD data is plotted at loading steps of 20 N throughout a complete loading cycle. The analysis of the plot shown in Figure 5 allows the range of elastic and plastic CTOD to be obtained, where the different behaviours observed during the load cycle are identified using upper case letters. The loading part of the cycle between points A and B (60 N to 140 N) is associated with crack opening. Once the crack is open, there is a linear regime between points B and C (140 N and 320 N) which is attributed to the elastic response. From point C, however, the curve becomes nonlinear to the point D (maximum load, 600 N) which is linked to plastic deformation at the crack tip. The procedure followed to separate the CTOD into elastic and plastic components essentially requires extrapolating the linear regime between B and C to the point of maximum load (shown in Figure 5). Considering the unloading half cycle, between points D and E the CTOD value linearly decreases with the same slope as that found between points B and C for the loading half cycle. As the load is decreased below point E there is a deviation from linearity due to the reversed plastic deformation.

The recommended practice in Appendix X2 of the ASTM E 647 standard [7], that deals with the determination of opening load from compliance, forms the basis of the procedure used to obtain the elastic and plastic components of CTOD. This procedure determines the point where the change in the linearity from elastic behaviour occurs (point C in Figure 5).

Firstly, starting just above the point marking the opening region (point *B* in Figure 5), a least squares straight line (line drawn in Figure 5) was fitted to a segment of the experimental data spanning a range of 25% of the load cycle. The slope of this straight line was taken to represent the slope of the part corresponding to the elastic deformation of the loading cycle. Subsequently, segments of the load cycle spanning a range of three data points (7.4% of the cyclic load range) and that overlapped each other by one data point (3.7% of the cyclic load range) were used to fit least-squares straight lines, and the slope of each segment was determined. This procedure is schematically shown in Figure 6a. Finally, the relative error in slope for each segment, compared with the elastic opening slope, was calculated and plotted as a function of the applied load (Figure 6b). The point corresponding with a transition between elastic and plastic behaviour was defined as that load value where the relative error is > 5%.

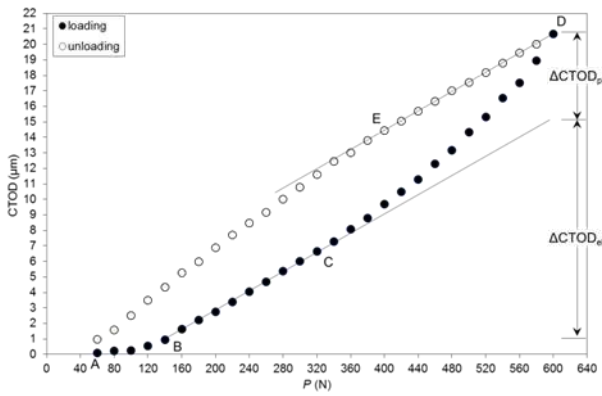


Figure 5. Variation in CTOD throughout a full load cycle for the 7050-T6 aluminium specimen analysed at $R = 0.1$ and for a 9.13 mm long crack, showing the range of its elastic and plastic components.

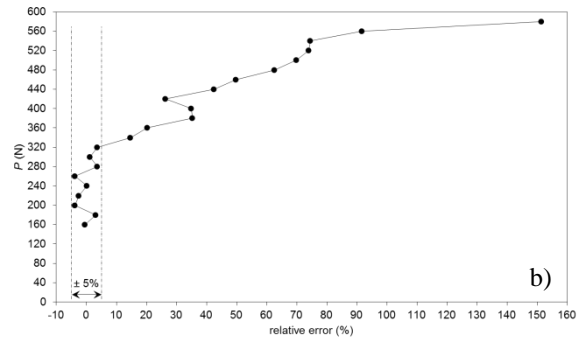
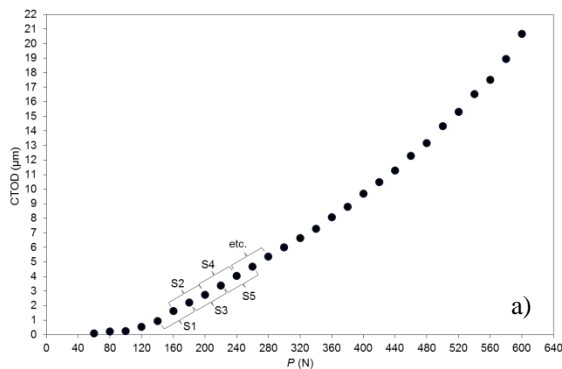


Figure 6. a) Illustration of the technique used to analyse the CTOD data and determine the ranges of the elastic and plastic CTOD. (b) Variation of the relative error with the applied load. A change in slope of 5% was established as the criterion to identify the end of the region linked to the range of the elastic CTOD.

The methodology described above to determine the elastic and plastic ranges of CTOD was used to analyse the CTOD data from all the tests. Figure 7 presents the results for the ranges of elastic and plastic CTOD obtained for both aluminium alloys as a function of crack length. The elastic range data show significant scatter, while the plastic CTOD range data show a less scattered and gradually increasing behaviour as the crack grows.

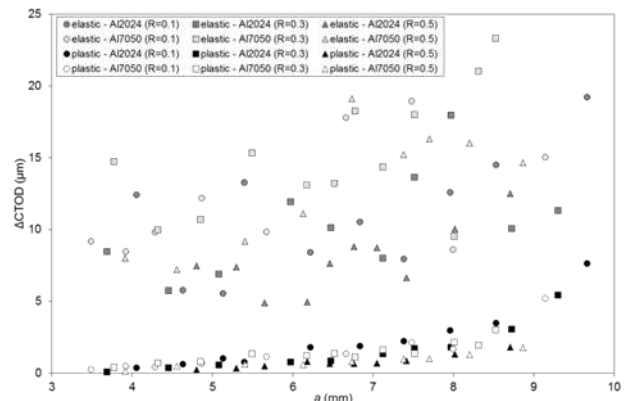


Figure 7. a) Ranges of elastic and plastic CTOD along the crack length at different stress ratio values for both aluminium alloys.

5.2. Experimental determination of plastic CTOD

Figure 8 presents crack growth rate plots as da/dN versus total ($CTOD_t$), elastic ($CTOD_{el}$) and plastic ($CTOD_p$) CTOD values for the 2024-T3 alloy (Figure 8a) and the 7050-T6 alloy (Figure 8b). In both alloys, only the CTOD plastic range exhibits a linear increase with crack propagation rate and can therefore be used as a fatigue crack growth characterising parameter. Figure 9 shows the resulting $da/dN - \Delta CTOD_p$ relationships for both alloys and there is a clear linear relationship that is independent of stress ratio in each case. These growth rate equations are given below:

$$\text{AA2024-T3: } \frac{da}{dN} = 0.4982 \Delta \text{CTOD}_p \quad (1)$$

$$\text{AA7075-T6: } \frac{da}{dN} = 0.7313 \Delta \text{CTOD}_p \quad (2)$$

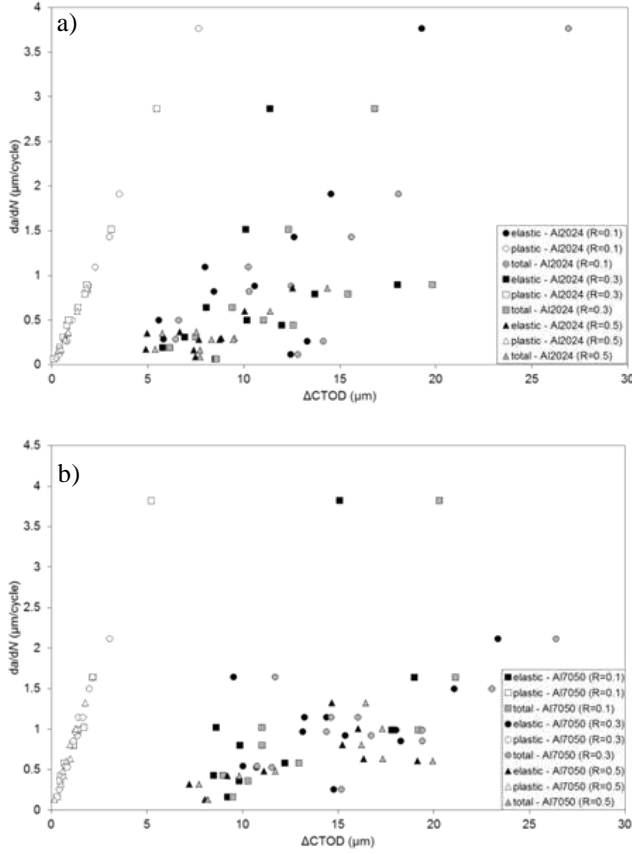


Figure 8. Plots of da/dN vs ΔCTOD corresponding to the total, elastic and plastic CTOD for the 2024-T3 (a) and 7050-T6 (b) aluminium alloys.

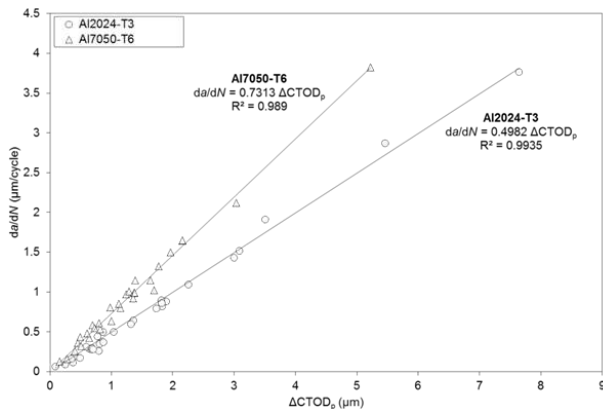


Figure 9. Graph showing the linear variation between da/dN and ΔCTOD_p obtained for both materials.

Several points should be noted about these relationships; firstly, they are linear rather than logarithmic, as is the case when using the Paris relationship. Secondly, both da/dN and ΔCTOD_p have

units of length, and hence the slopes of the growth rate relationships in Equations (1) and (2) are dimensionless, in contrast with the constants defined by the Paris relationship. According to this, the constants in Equations (1) and (2) can be established as an intrinsic property of the material since they do not depend on stress ratio. Recently, Antunes et al. [4] have also reported a linear variation between experimental da/dN data and numerical ΔCTOD_p data on MT specimens of 7050-T6 alloy. Their work combined numerical modelling of CTOD using a methodology they had proposed in earlier work [10], with experimental data for crack propagation rate obtained at various stress ratio values. They found a different crack growth rate slope of 0.5246 compared with the value of 0.7313 obtained in the present work. This difference may reflect either the difference in methods (reference 5 combines numerical modelling with experimental data while the present work is entirely experimental) or the difference in specimen geometry. Whilst these aspects require further work to understand and resolve, an important conclusion from both studies is that a linear relationship exists between crack advance per cycle and the plastic range of CTOD. The present work has also shown that sub-micron DIC resolution is quite possible, and that there is apparently a unique CTOD measurement position that can be easily located using DIC techniques.

6. CONCLUSIONS

Fatigue crack propagation rate in both 2024-T3 and 7050-T6 aluminium alloys has been shown to be linearly related to the plastic range of CTOD. This work has demonstrated that, using DIC, it is experimentally possible to measure the elastic and plastic components of CTOD as the relative displacement between the crack flanks. This work has further shown that DIC techniques can be successfully used to measure sub-micron values of ΔCTOD_p in microstructurally complex aluminium alloys as well as in more equiaxed CP titanium [1]. A sensitivity analysis of measurement point location, both horizontally behind the crack tip and vertically from the crack plane, has indicated that an optimum position exists for these measurements. This location was identified through a sensitivity analysis, based on the shape and change in shape of the various measured CTOD profiles (Figure 4), and is believed to give an appropriate value of the blunting CTOD, based on the shape and motion of the various CTOD profiles (Figure 4). The data in Figure 4 indicate that the CTOD value can be accurately measured using two points located a distance behind the crack tip of 123.2 μm and a distance perpendicular to the crack plane of 132 μm . To obtain accurate measurements of CTOD the crack tip must be correctly located and this was done using the method reported by the present authors in a previous paper [1].

It is clear that the use of CTOD as a parameter to characterise fatigue crack propagation rate offers a more physically meaningful and mechanistically-based interpretation of fatigue crack growth rate than is possible with the stress intensity factor range defined by Paris. Since CTOD also includes effects of crack shielding, residual stresses and fatigue threshold in an intrinsic way [4] it avoids several of the similitude problems associated with the use of the linear elastic ΔK parameter to describe non-linear plasticity-based fatigue crack growth.

Finally, the different linear crack growth curves obtained for the two aluminium alloys, characterised by $\Delta CTOD_p$ vs da/dN , indicate that the plastic range of CTOD appears to be a material property that is independent of mechanical parameters in the loading but, as might be expected, does reflect the alloy composition and microstructure.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors want to acknowledge the financial support from the Spanish Government through the research project “Proyecto de Investigación de Excelencia del Ministerio de Economía y Competitividad MAT2016-76951-1-P”, without which this work could not have been performed.

REFERENCES

- [1] Vasco-Olmo, J.M., Díaz, F.A., Antunes, F.V., James, M.N., 2019. Characterisation of fatigue crack growth using digital image correlation measurements of plastic CTOD, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 101, 332–341.
- [2] Paris, P.C., Gomez, M.P., Anderson, W.E., 1961. A rational analytical theory of fatigue, *Trend Engineering* 13, 9–14.
- [3] Paris, P.C., Erdogan, F.A., 1963. A critical analysis of crack propagation laws, *Journal of Basic Engineering* 85(4), 528–534.
- [4] Antunes, F.V., Branco, R., Prates, P.A., Borrego, L., 2017. Fatigue crack modelling based on CTOD for the 7050-T6 alloy, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 40, 1309–1320.
- [5] Hosseini, Z.S., Dadfarnia, M., Somerday, B.P., Sofronis, P., Ritchie, R.O., 2018. On the theoretical modelling of fatigue crack growth. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 121, 341–362.
- [6] Anderson, T.L., 2005. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. Boca Raton, USA: CRC Press LLC.

- [7] ASTM, E 647 Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates. 2015, American Society for Testing and Materials: Philadelphia, PA.
- [8] <https://www.correlatedsolutions.com/vic-2d/>.
- [9] Wells, A.A., 1961. Unstable crack propagation in metals-cleavage and fast fracture. In: *Proceedings of the Crack Propagation Symposium 1(84)*: Cranfield, UK.
- [10] Antunes, F.V., Rodrigues, S.M., Branco, R., Camas, D., 2016. A numerical analysis of CTOD in constant amplitude fatigue crack growth, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 85, 45–55.

EFFECTIVE STRESS INTENSITY FACTOR EVALUATION USING DIGITAL IMAGE CORRELATION AND THERMOELASTIC STRESS ANALYSIS

F.A. Díaz^{1*}, J.M. Vasco-Olmo¹, E. López-Alba¹, L. Felipe-Sesé¹, A.J. Molina-Viedma¹, A. Camacho-Reyes^a

¹Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera.

Escuela Politécnica Superior de Jaén. Universidad de Jaén.

Campus las Lagunillas, edificio A3, 23071 Jaén-España

*Persona de contacto: fdiaz@ujaen.es

RESUMEN

En los últimos tiempos el debate sobre los mecanismos que gobiernan el fenómeno de crack shielding se ha focalizado en demostrar la existencia del cierre de grieta, así como las dificultades en cuantificar las tensiones durante la propagación de la misma. La mayoría de los métodos experimentales de medida del cierre se basan en la cuantificación directa o indirecta de las fuerzas de contacto en el frente de la grieta a medida que ésta comienza a cerrarse. Sin embargo, estos métodos dependen de múltiples factores, a menudo, difíciles de controlar lo que ha llevado a diferentes autores a cuestionar la credibilidad de estos métodos. En el presente artículo, se presenta un procedimiento de medida alternativo basado en dos técnicas experimentales de campo completo bien consolidadas, como es el caso de la Correlación Digital de Imágenes 2D (2D-DIC) y la técnica de Análisis Termoelástico de Tensiones (TSA). El método propuesto se basa en evaluar el fenómeno de crack shielding durante ensayos de durabilidad a fatiga a diferentes relaciones de carga empleando probetas tipo CT fabricadas en aluminio 7050. En el caso particular de TSA, la técnica vislumbra un gran potencial en la evaluación del fenómeno de crack shielding ya que los fenómenos que acontecen en el vértice de la grieta se obtienen de manera directa a partir de los cambios de temperatura medidos en las inmediaciones de la misma. Ambas técnicas (DIC y TSA) se han empleado de manera simultánea utilizando dos modelos basados en los potenciales complejos Muskhelishvili's para calcular ΔK efectivo. Los resultados obtenidos con ambas técnicas concuerdan de manera satisfactoria, mostrando una variación ΔK a medida que la relación de carga varía desde 0.1 hasta 0.5, poniendo de manifiesto el potencial de ambas técnicas para cuantificar el fenómeno de crack shielding asociado al cierre de grieta inducido por plasticidad.

PALABRAS CLAVE: Stress intensity factor (SIF), Thermoelastic Stress Analysis (TSA), Digital Image Correlation (DIC), crack shielding.

ABSTRACT

The debate over the mechanisms governing fatigue crack shielding has been mainly focused on demonstrating the existence of fatigue crack closure and the difficulties on quantifying the induced stress during crack propagation. Hence, most adopted experimental methods have been based on the direct or indirect measurement of contact loads between crack surfaces as the crack starts closing. Nevertheless, these methods depend of many factors sometime difficult to control, which has contributed to question their reliability by many authors. For this reason, two modern well stabilized, full-field, non-contact experimental techniques, namely 2D Digital Image Correlation (2D-DIC) and Thermoelastic Stress Analysis (TSA), have been analysed to evaluate the influence crack shielding during fatigue experiments conducted on Al7050-T6 tested at different R-ratios. In the particular case of TSA, the technique appears to have a great potential in the evaluation of fatigue crack shielding since crack tip events are inferred directly from the temperature changes occurring at the crack tip rather than from remote data. Experimental data from both techniques haven employed in combination with two different mathematical models based on Muskhelishvili's complex potentials to infer the $\Delta K_{effective}$. Results from both techniques agree quite well, showing a variation in the stress intensity factor range as the R-ratio changes from 0.1 to 0.5 illustrating the potential ability of both techniques to account for the effect of shielding due to crack closure.

KEYWORDS: Stress intensity factor (SIF), Thermoelastic Stress Analysis (TSA), Digital Image Correlation (DIC), crack shielding.

INTRODUCTION

Fatigue cracks have been one of the main sources of structural failures in real in-service structures. The application of fracture mechanics to engineering design has provided the possibility of understanding further into the study of failure and crack growth mechanisms. But there are still some aspects that remain not fully understood, such a case is the crack closure effect. This lack of understanding arises principally from the difficulties associated in quantifying the phenomenon and measuring its effect on the crack driving force [1]. In the study of crack propagation, the experimental analysis of stresses or displacements around the tip of a growing fatigue crack plays a significant role. Modern experimental techniques, such as digital image correlation (DIC) [1-2] or thermoelastic stress analysis (TSA) [3], have actively contributed to a better understanding of the different fatigue and failure mechanisms.

Closure mechanisms reduce the effective crack driving force, and hence, the material shows an enhanced resistance to crack growth. Nevertheless, TSA due to its physical nature appears to offer a direct means of measuring the effective crack driving force. This presumed ability arises from the fact that with TSA the near crack tip stress distribution is obtained from the temperature variations on the specimen's surface as a result of the thermoelastic effect, providing a direct assessment of cyclic strain around the crack tip. Hence, the observed crack tip stress pattern is the result of the specimen's response to the applied loading cycle. However, besides of the presumed potential of TSA to account for shielding mechanisms, most of the work conducted in TSA in relation with fracture mechanics applications has been mainly related to different methods and approaches for the calculation of the range of stress intensity factor from the analysis of thermoelastic images [4-8].

In the present paper, TSA and DIC techniques are employed in combination with two mathematical models based on Muskhelishvili's complex potentials to evaluate the influence of shielding during fatigue experiments conducted on aluminium Al7050-T6 at two different R-ratios, 0.1 and 0.5. The inferred ΔK results illustrate the potential of both techniques for the evaluation of crack shielding during fatigue crack growth.

FUNDAMENTALS OF TSA AND DIC

Thermoelastic stress analysis can be defined as a non-contact, non-destructive and non-invasive experimental technique that provides full-field stress maps by measuring temperature changes induced by the thermoelastic effect at the surface of a mechanical component as a result of a periodic change in the applied load. The deformation of a body is always associated with a change in its heat content and

consequently, with a change in its temperature. The classical theory of thermoelasticity states that the application of a repetitive loading in a solid produces in it out-of-phase temperature changes that can be related to the variation in the sum of the principal stresses according to the following expression [3]:

$$\Delta T = -\frac{\alpha T}{\rho C_p} \Delta(\sigma_1 + \sigma_2) = K T \Delta(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (1)$$

Where K is the thermoelastic constant, that depends on the material properties, such as the coefficient of thermal expansion α , the density ρ , and the heat capacity at constant pressure C_p .

DIC is a full-field optical technique used for displacement measurements in structural or mechanical components. The basic principle of 2D DIC consists on tracking the displacement of points in two recorded images before and after deformation. To compute the displacements at a certain point P, a square reference subset centred at point P from the reference image is chosen and used to track its corresponding location in the deformed image. The specimen surface must have a random grey intensity distribution (a random speckle pattern), which deforms together with the specimen. A CCD camera is placed with its optical axis perpendicular to the specimen surface in order to avoid inaccurate two-dimensional measurements, and a sequence of images is acquired from an initial or reference state (undeformed state).

MUSKHELISHVILI'S COMPLEX POTENTIALS AND THE CJP MODEL OF TSA AND DIC

According to the theory of plane elasticity, stresses occurring in a body can be expressed as a single function called a stress function. If the equilibrium conditions are satisfied and in absence of body forces, it can be written as:

$$\begin{aligned} \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} + \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial y} &= 0 \\ \frac{\partial \sigma_y}{\partial y} + \frac{\partial \tau_{yx}}{\partial x} &= 0 \end{aligned} \quad (2)$$

In addition, according to the theory of plane elasticity there always exists a function $U(x,y)$ (Airy function) that satisfies the following equation:

$$\sigma_x + \sigma_y = U \quad (3)$$

Muskhelishvili [9] showed that every biharmonic function $U(x,y)$ may be represented by two functions ϕ and χ of the complex variable $z=x+iy$. Therefore, the stress function takes the form:

$$U = \Re \left\{ \bar{z} \phi(z) + \chi(z) \right\} \quad (4)$$

Where the bar denotes the conjugate and \Re , refers to the real part in complex notation.

Substituting equation (4) in equation (3) it can be obtained:

$$(\sigma_x + \sigma_y) = 2 \left[\varphi'(z) + \overline{\varphi'(z)} \right] = 2 \left[\Phi(z) + \overline{\Phi(z)} \right] = 4\Re\Phi \quad (5)$$

with $\Phi(z) = \varphi'(z)$.

Nurse and Patterson [10] introduced some modifications to the original approach developed by Muskhelishvili expressing the complex potentials in the form of Fourier series as shown in equation (6). In addition, as in Muskhelishvili's model the boundary conditions at the crack surfaces were satisfied by a conformal mapping equation [9]. Based on this premises, the following two complex potentials are defined as:

$$\Phi(\zeta) = \sum_{N=0}^{\infty} A_N \zeta^{2N} + \sum_{m=1}^{\infty} \frac{a_m}{\zeta^{2m}} \quad (6)$$

$$\Psi(\zeta) = \sum_{N=0}^{\infty} B_N \zeta^{2N} + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{b_n}{\zeta^{2n}}$$

Where A_N , B_N , a_m and b_m are complex variables and are used to describe different states of stress. ζ represents the complex coordinates of points surrounding the crack tip in the mapping plane.

Finally, the resultant expression for the first stress invariant is presented in equation (7).

$$\begin{aligned} \sigma_x + \sigma_y &= 2 \left[\Phi(\zeta) + \overline{\Phi(\zeta)} \right] = \\ &= 4\Re \left[A_0 + \frac{A_0 + \overline{A_0} + B_0}{(\zeta^2 - 1)} + \sum_{N=1}^{\infty} \left[\left(\frac{2N}{\zeta^{2N}} \right) \left(\frac{\zeta^2 + 1}{\zeta^2 - 1} \right) \overline{A_N} \right. \right. \\ &\quad \left. \left. - \frac{\overline{A_N}}{\zeta^{2N}} - \frac{\overline{B_N}}{\zeta^{2N}} + A_N \zeta^{2N} \right] \right] \quad (7) \end{aligned}$$

The CJP model is a mathematical model [11] based on Muskhelishvili's complex potentials [9]. However, in this case the model was formulated considering that the plastic enclave surrounding the tip of a fatigue crack and along its flanks will shield the crack from the full influence of the applied elastic stress field. That crack tip shielding includes the effect of crack flank contact forces (so-called crack closure) as well as a compatibility-induced interfacial shear stress at the elastic-plastic boundary. Figure 1 [11] shows a schematic idealization of forces acting at the interface between the plastic zone and the surrounding elastic material.

These forces include [11]: F_{Ax} and F_{Ay} are the reaction forces to the remote load that generates the crack tip stress fields traditionally characterized by the stress intensity factor K_I ; F_T is the force due to the T-stress; F_{Px} and F_{Py} are the forces induced by the compatibility requirements on the elastic-plastic boundary near the crack tip, resulting from the permanent deformation in the plastic zone around the crack tip, which is extensive in the direction perpendicular to the crack and contractive along the crack due to the effect of the Poisson's ratio; F_S is the force induced by the compatibility requirements on the elastic-plastic boundary of the crack wake; F_C is the contact force

arising from the plastic wake contact effect transmitted to the elastic-plastic boundary of the crack wake.

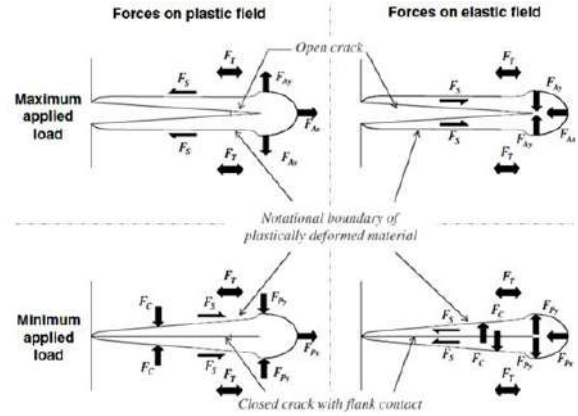


Figure 1. Schematic diagram illustrating the forces acting at the interface of the plastic zone and the surrounding elastic material [11].

In the original formulation of this model, crack tip displacement fields [11] were characterized as:

$$\begin{aligned} 2G(u + iv) &= \frac{(3-\nu)}{(1+\nu)} \left[-2(B'+2E')z^{1/2} + 4E'z^{1/2} - 2E'z^{1/2} \ln(z) - \frac{C'-F'}{4} z \right] \quad (8) \\ &- z \left[-(B'+2E')\bar{z}^{-1/2} - E'\bar{z}^{-1/2} \ln(\bar{z}) - \frac{C'-F'}{4} \right] \\ &- \left[A'\bar{z}^{1/2} + D'\bar{z}^{1/2} \ln(\bar{z}) - 2D'\bar{z}^{1/2} + \frac{C'+F'}{2} \bar{z} \right] \end{aligned}$$

Where G is the shear modulus, E and ν are the Young's modulus and Poisson's ratio of the material, respectively. In the mathematical analysis, the assumption $D' + E' = 0$ must be made in order to give an appropriate asymptotic behaviour of the stress along the crack flank. Therefore, crack tip displacement fields are defined from five coefficients: A' , B' , C' , E' and F' . The CJP model provides three stress intensity factors to characterize the stress and displacement fields around the crack tip; an opening mode stress intensity factor K_I , a retardation stress intensity factor K_R , a shear stress intensity factor K_S and also gives the T-stress [11].

SPECIMENS PREPARATION AND EXPERIMENTAL METHODOLOGY

Table 1 presents mechanical property data for the AA7050-T6 obtained from tension tests. All CT specimens had dimensions in accordance with ASTM E647 [12] as shown in Figure 2 (left), and were subject to constant amplitude loading with a maximum load of 600 N. Tests were performed at stress ratio values of 0.1 and 0.5.

Table 1. Mechanical properties for aluminium 7050-T6.

Young's Modulus (GPa)	Yield Stress σ_{ys} (MPa)	Poisson's ν
71.7	546	0.33

The two surfaces of each specimen were treated using different methods to enable simultaneous measurements of displacements by DIC and stresses by TSA. The surface used for the DIC study was sprayed with a random black speckle pattern over a white background, while the other surface of the specimen (used for the TSA implementation) was sprayed with a black matt paint in order to increase the surface emissivity.

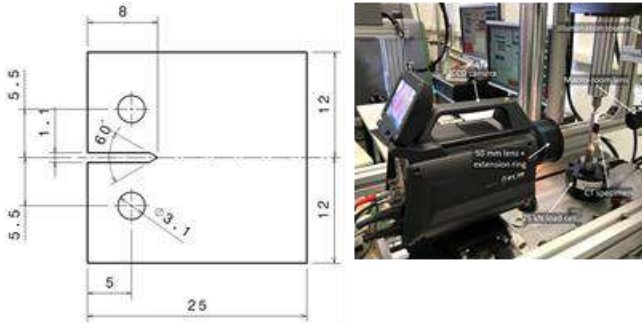


Figure 2. Left) dimensions (mm) of the CT specimens [12] tested in the lab. Right) Experimental set-up for fatigue testing and data acquisition.

Fatigue experiments were conducted on a 25 kN servohydraulic machine (MTS 370.02) at a cycling frequency of 10 Hz. DIC images were capturing with a CCD camera (AVT Stingray F-504 B/C) placed perpendicularly to the specimen surface, focusing with a macro-zoom lens (MLH-10X EO) to increase the spatial resolution around the crack tip. The camera and the lens were set up to give a resolution of 8.8 $\mu\text{m}/\text{pixel}$, Image processing was performed by the commercial software Vic-2D from Correlated Solutions Company using 25 pixels as subset size and a step value of 1 pixel to obtain the maximum resolution for the displacement maps.

The equipment employed for TSA analysis consisted on a refrigerated infrared camera FLIR X6581SC with a 50 mm lens and a 10 mm extension ring providing a spatial resolution of 41 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ (field of view of 26.2 x 21 mm). Thermal images were processed using IRTA software (produced by DES SLR) to obtain the variation in the sum of principal stress. Figure 2 (right) shows the adopted setup for experiments.

To calculate the stress intensity factor using both techniques the multi-point over-deterministic method developed by Sanford and Dally [13] was employed. An annular over the image at the crack tip location was placed, defining an inner radius large enough to avoid including plastic deformation at the crack tip and an outer radius that lies within the region dominated by the elastic stress singularity. In the particular case of TSA de SIF was calculated employing Muskhelishvili's complex potentials while for the case of DIC the previously described CJP model was adopted.

5. RESULTS AND DISCUSSION

TSA and DIC are compared by calculating the range of stress intensity factor. In the case of TSA, this value is directly obtained from the material response due to a

temperature variation during applying the fatigue cycle. However, the stress intensity factor range by DIC is obtained as the difference between the maximum and minimum values of K_F obtained for the different measured crack lengths ($\Delta K_{DIC} = K_{F,max} - K_{F,min}$). Figure 3 shows the variation of K_F along a full loading cycle for an 8.63 mm crack length at low R-ratio. In addition, the nominal values of stress intensity factor according to ASTM E 647 [12] are also plotted to establish a comparison between the experimental and nominal trends.

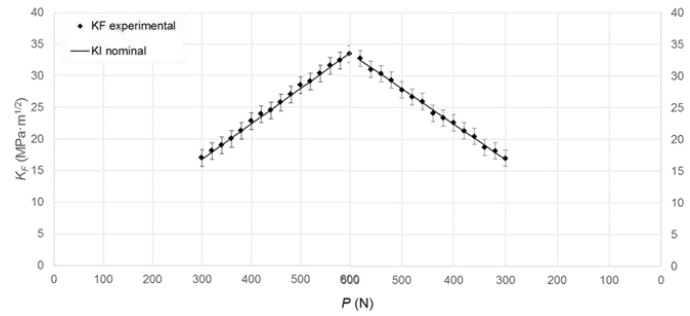
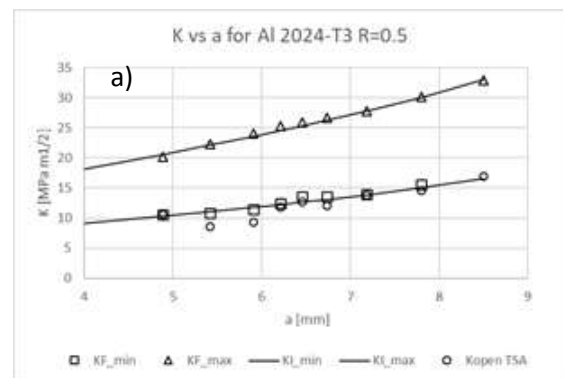


Figure 3. Variation of experimental K_F along a full loading cycle obtained using the CJP model for a 8.63 mm crack at $R=0.5$.

In figure 4 it is plotted a comparison of $K_{nominal}$, $K_{F,max}$ and $K_{F,min}$ obtained from DIC (employing the CJP model) and an estimation of K_{open} obtained from TSA results. For the case of experiments conducted at low R-ratio, $K_{F,min}$ and K_{open} show higher values than $K_{nominal}$ at the minimum applied load. This illustrates the ability of CJP and Muskhelishvili's models to infer the shielding effect due to the premature closure of the crack. Again, this effect was not observed when the analysis was performed at a higher R-ratio, where $K_{F,min}$ and K_{open} equals the minimum applied load. It is important to notice that the CJP model, due to its mathematical formulation cannot be employed with TSA data. However, due to the physical nature of TSA, the thermal response of the material (amplitude of the first harmonic of the thermoelastic signal) is directly related with the crack driving force for the fatigue advance [14].



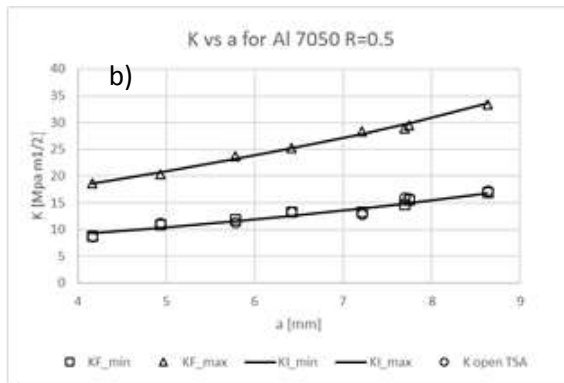


Figure 4. Comparison of experimental and nominal K values at different crack lengths for Al7050-T6 at $R=0.1$ (a) and $R=0.5$ (b).

For this reason, a purely elastic model as Muskhelishvili's, is able to account for the shielding effect due to crack closure. This issue is supported by figure 5 where it has been performed a comparison of ΔK at different R-ratios. For $R=0.5$ both techniques provide very similar values that agreed with $\Delta K_{nominal}$. On the other hand, for $R=0.1$ experimental ΔK values obtained by DIC and TSA again provides very similar results but in both cases are lower than $\Delta K_{nominal}$.

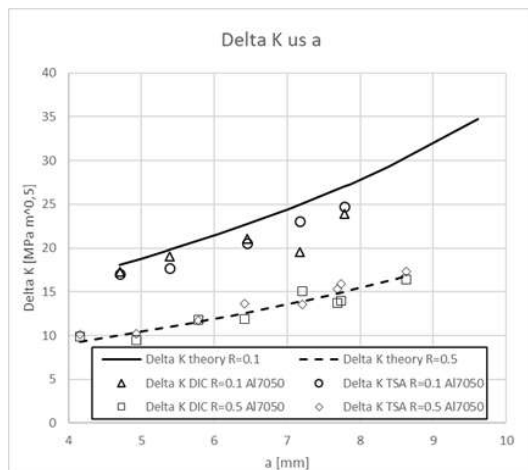


Figure 5. Comparison of $\Delta K_{nominal}$ and $\Delta K_{effective}$ obtained by DIC and TSA at different crack lengths for aluminium Al7050-T6 tested at two different R-ratios, namely $R=0.1$ and $R=0.5$.

This demonstrates the ability of both techniques to account for the effective ΔK , that is related with a retardation effect on fatigue crack growth due to the shielding effect arising as a fatigue crack is growing.

CONCLUSIONS

The influence of crack shielding on fatigue crack growth has been experimentally evaluated in aluminum 7050-T6 using Thermoelastic Stress Analysis (TSA) and Digital Image Correlation (DIC). Crack shielding

effect has been quantified from the calculation of the effective range of stress intensity factor for different fatigue tests conducted at stress ratio values of 0.1 and 0.5. Both techniques have been combined with two different elastic models for characterizing crack tip fields, the CJP model in the case of DIC and that model based on Muskhelishvili's complex potentials for TSA. The CJP model has been specifically developed to capture the shielding effects of the plastic enclave from the full influence of the elastic stress field that drives fatigue crack growth. It is to be noticed that the CJP model, due to its mathematical formulation, cannot be employed with TSA. However, due to the physical nature of the technique, the thermal response of the material is directly related with the crack driving force during fatigue crack growth. For this reason, TSA has a great potential in the evaluation of fatigue crack shielding since crack tip events are directly inferred from temperature variation occurring at the tip. Results obtained from both techniques show a great level of agreement, observing a variation in the range of stress intensity factor as the stress ratio changes from 0.1 to 0.5 and highlighting the potential ability of both techniques to account for the shielding effect during fatigue crack growth.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the financial support from the Spanish Government through the research project "Proyecto de Investigación de Excelencia del Ministerio de Economía y Competitividad MAT2016-76951-C2-1-P.

REFERENCES

- [1] James, MN. Some unresolved issues with fatigue crack closure – measurement, mechanism and interpretation problems. Ninth International Conference on Fracture 1997; 5: 2403–2414, Pergamon Press, Sydney, Australia.
- [2] Sutton MA, Orteu JJ, Schreier HW. Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements: Basic Concepts, Theory and Applications. New York: Springer Science + Business Media, 2009.
- [3] Thomson W (Lord Kelvin). On the thermoelastic, thermomagnetic, and pyroelectric properties of matters. Phil Mag 1878; 5: 4–27.
- [4] Stanley P, Chan WK. The determination of stress intensity factors and crack tip velocities from thermoelastic infrared emissions. Proc. of International conference of fatigue of engineering materials and structures, c262, IMechE, Sheffield, UK, 1986: 105–114

- [5] Pukas SR. Theoretical considerations for determining stress intensity factors via thermoelastic stress analysis. *Stress analysis by Thermoelastic Technique, Proc. SPIE 1987*; 731: 88–101.
- [6] Dulieu-Barton JM, Fulton MC, Stanley P. The analysis of thermoelastic isopachic data from crack tip stress fields. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 2000; 23: 303–313.
- [7] Lesniak JR, Bazile DJ, Boyce BR, Zickel MJ, Cramer KE, Welch CS. Stress intensity measurement via infrared focal plane array. *Non-traditional Methods of Sensing Stress, Strain, and Damage in Materials and Structures, ASTM STP 1318, Philadelphia 1997*.
- [8] Tomlinson RA, Nurse AD, Patterson EA. On determining stress intensity factors for mixed mode cracks from thermoelastic data. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 1997; 20: 217–226.
- [9] Muskhelishvili NI. *Some Basic Problems of the Mathematical Theory of Elasticity*. Groningen: Noordhoff International Publishing, 1977.
- [10] Nurse AD, Patterson EA. Determination of the predominantly mode II stress intensity factors from isochromatic data. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 1993; 16(12): 1339–1354.
- [11] James MN, Christopher CJ, Lu Y, Patterson EA. Local crack plasticity and its influences on the global elastic stress field. *Int J Fatigue* 2013; 46: 4-15.
- [12] ASTM, E 647 Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates. 2015, American Society for Testing and Materials: Philadelphia, PA
- [13] Sanford RJ, Dally JW, A general method for determining mixed-mode stress intensity factors from isochromatic fringe patterns. *Eng Fract Mech* 1979; 11: 621–633.
- [14] Díaz FA, Patterson EA, Yates JR. Assessment of effective stress intensity factors using thermoelastic stress analysis. *J Strain Anal Eng Design*. 2009; 44: 621–631.

USO DE VIDEO-CORRELACIÓN DE IMÁGENES PARA LA DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA DE PROBETAS SE(T) BAJO CONDICIONES DE HIDRÓGENO INTERNO

G. Álvarez^{1*}, A. Zafra¹, C. Rodríguez¹, F.J. Belzunce¹

¹ SIMUMECAMAT research group. Escuela Politécnica de Ingenieros de Gijón. Universidad de Oviedo.

Campus Universitario de Gijón s/n, 33203. Asturias-España

* Persona de contacto: galvarezdiaz4@gmail.es

RESUMEN

En este trabajo se han mecanizado probetas tipo SE(T) de un acero 42CrMo40.3V templado y revenido. Se ha estudiado su tenacidad a fractura comparando los resultados obtenidos con probetas SE(B) standard y con probetas SE(T). Este análisis se ha realizado tanto en términos energéticos (J) como de la apertura del frente de grieta (CTOD). Tanto el crecimiento de grieta como la apertura del frente de la misma (CTOD) se midieron mediante video-correlación de imágenes (DIC). Los resultados obtenidos se han comparado con los determinados utilizando diferentes propuestas analíticas.

La fragilización por hidrógeno de este acero se ha analizado utilizando dos tipos de pre-carga (gaseosa y electrolítica). Finalmente, se ha utilizado el equipo DIC para estimar la deformación en la punta de la grieta en el caso de las probetas con y sin hidrógeno interno.

PALABRAS CLAVE: Tenacidad a fractura, fragilización por hidrógeno, DIC, Probeta SE(T).

ABSTRACT

Low thickness SE(T) specimens were machined from a normalized and tempered 42CrMo40.3V plate. Fracture toughness analysis was performed comparing standard SE(B) with SE(T) samples. This analysis was performed in terms of energy (J) and crack tip opening displacement (CTOD) criteria. A digital image correlation (DIC) equipment was used to measure crack growth and CTOD. The obtained results were compared with existing analytical proposals.

The hydrogen embrittlement produced in this steel was analysed using two different hydrogen pre-charging methodologies (gaseous or electrochemical). Finally, a DIC equipment was also used to estimate the strain at the crack tip region in the non-pre-charged material and on samples with internal hydrogen.

KEYWORDS: Fracture toughness, Hydrogen embrittlement, DIC, SE(T) specimens.

INTRODUCCIÓN

La utilización del hidrógeno como energía limpia en un futuro próximo ha llevado a un incremento en el esfuerzo por conocer qué materiales serán los más apropiados para la contención y el transporte de este elemento. El problema no es obvio, ya que por un lado se necesitan materiales con una elevada resistencia mecánica, que permita disminuir el peso de los elementos de contención y/o transporte, pero por otro, se sabe que cuanto mayor es la resistencia de un acero más se agudiza su tendencia a mostrar el fenómeno conocido como fragilización por hidrógeno [1,2].

Actualmente, la metodología de evaluación más aceptada para analizar la tendencia a la fragilización de un determinado acero es el uso del ensayo de tracción a velocidad lenta “*Slow Strain Rate Tension Test*” (SSRT) [3]. No obstante, se siguen desarrollando ensayos que permitan determinar mejor el fenómeno de fragilización y así poder clasificar con una mayor precisión los diferentes aceros en cuanto a su respuesta a este fenómeno [4,5]. Todos estos ensayos han desvelado

ciertas particularidades sobre el modo como el hidrógeno difunde y se distribuye a lo largo de la probeta. De modo general, hoy día se sabe que la velocidad de difusión del hidrógeno a través de la red del acero es muy pequeña, y que la presencia de una grieta incrementa la concentración de este elemento en la zona más solicitada (región del frente de la grieta) y, por lo tanto, aumenta la fragilización. Además, y dado que el fenómeno que controla el proceso de transporte del hidrógeno en la red es la difusión, cuanto mayor sea el tiempo del que disponga el hidrógeno para acumularse en la zona de proceso, mayor será el daño originado. Es por ello que la forma más apropiada para caracterizar el fenómeno sería a través de un ensayo sobre una probeta agrietada solicitada bajo una velocidad muy lenta. [6].

También existen diferentes metodologías a la hora de introducir el hidrógeno en la probeta. Por un lado, de cara a reducir tiempos de carga, en el caso de probetas de fuerte espesor, se utiliza el método de pre-carga gaseosa a presión. En este caso se introducen las muestras en un reactor bajo unas condiciones de temperatura y presión elevadas durante un tiempo establecido. Por otro lado, y

con un coste mucho menor, se utiliza mucho el método de pre-carga electrolítica, donde el hidrógeno se genera mediante reacción catódica desde una solución acuosa haciendo pasar una corriente eléctrica controlada. Este procedimiento, mucho más barato y al alcance de cualquier grupo de investigación, resulta idóneo, además, cuando se utilizan probetas de pequeño espesor.

Una vez pre-cargadas las probetas, los ensayos se pueden realizar en dos condiciones diferentes: al aire o en presencia de hidrógeno. Obviamente, la última condición sería la idónea. Sin embargo, el procedimiento de ensayo es mucho más complejo, necesiéndose en muchos casos instalaciones especiales que no están al alcance de todos los grupos de investigación. Por esa razón, en gran parte de los casos, los ensayos se realizan al aire, a temperatura ambiente (TA), sobre probetas pre-cargadas con hidrógeno, procedimiento perfectamente válido si se conoce y se tiene en cuenta la salida del hidrógeno de la probeta en el curso del ensayo.

Acorde a lo mencionado hasta aquí, en esta investigación se han utilizado probetas tipo SE(T) de pequeño espesor (1 mm), que fueron pre-agrietadas antes de proceder a pre-cargarlas con hidrógeno. Parte de las probetas fueron pre-cargadas en hidrógeno gaseoso (a alta presión y temperatura) y parte electrolíticamente. Los ensayos se han realizado al aire a TA y utilizando dos velocidades de desplazamiento (normal y lenta). Así, el objetivo principal de esta investigación es comparar el efecto de las dos metodologías de pre-carga en este tipo particular de probeta. Los resultados obtenidos se compararon con los obtenidos mediante ensayos sobre probetas CT normalizadas pre-cargadas en hidrógeno gaseoso [7]. También se ha analizado la influencia de la velocidad de desplazamiento utilizada en el ensayo. Finalmente, se ha realizado un análisis fractográfico de las superficies de fractura tras los diferentes ensayos.

Materiales y Procedimiento Experimental

Materiales

El material utilizado en este trabajo ha sido un acero 2.25Cr1Mo0.3V (SA 542 Grade D-Class 4) templado y revenido. La Tabla 1 muestra su composición química y la Figura 1 la microestructura del mismo. Se puede observar una microestructura compuesta por bainita y martensita revenidas, en la que se destaca la presencia de carburos precipitados en los bordes de grano.

Tabla 1. Composición química (% en peso)

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V
0.15	0.52	0.086	2.27	0.19	1.06	0.3

Los ensayos de tracción, realizados en las tres direcciones características (L, T, Z), han arrojado propiedades muy similares por lo que el material puede considerarse totalmente isótropo. La Tabla 2 muestra los valores de las propiedades a tracción del acero, donde E es el módulo elástico, σ_{ys} el límite elástico, σ_u la resistencia a la tracción, siendo n y α las constantes

correspondientes al comportamiento plástico del material según la expresión (1).

En la tabla 2 también se recoge el valor de la tenacidad a la fractura del acero, obtenida mediante ensayo normalizado sobre probetas CT [7].

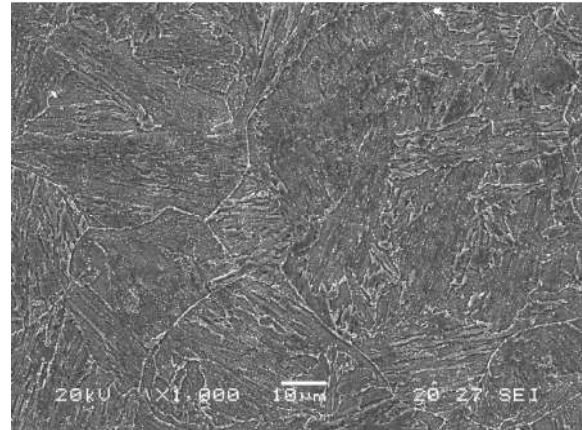


Figura 1. Microestructura del acero 2.25Cr1Mo0.3V

$$\frac{\epsilon_{pl}}{\epsilon_0} = \alpha \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^n \quad (1)$$

Tabla 2. Propiedades mecánicas

E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_u (MPa)	n	α	$J_{0.2}$ (kJ/m ²)
209	590	700	10	1.05	650

Caracterización a fractura utilizando probetas SE (T)

Para conseguir probetas SEN(T) con un espesor de 1 mm y una pregrieta $a/W=0.5$ fue necesaria la mecanización previa de una muestra con geometría de flexión en tres puntos y con una entalla lateral, SE(B), con unas dimensiones de 125x25x15 mm. Una vez realizada la pre-fatiga de esta muestra, se mecanizaron las probetas SE(T) mediante corte por hilo, obteniéndose así lajas de 1 mm de espesor.

Las probetas SE(T) se ensayaron bajo tres condiciones distintas: sin pre-carga de hidrógeno, pre-cargada con hidrógeno gaseoso (Gaseous) y pre-cargada catódicamente con hidrógeno (Catódica). A su vez se usaron dos velocidades de ensayo: 0.1 mm/min y 0.01 mm/min.

La pre-carga de hidrógeno gaseoso se ha llevado a cabo en un reactor situado en la Fundación IDONIAL (Principado de Asturias) bajo las siguientes condiciones de carga: 195 bares de presión, 450°C de temperatura y 21 horas. Una vez transcurrido este tiempo, antes de abrir el reactor, se baja la temperatura a 80°C manteniendo la presión de hidrógeno. Una vez abierto el reactor, las probetas se introdujeron, lo más rápido posible, en nitrógeno líquido para evitar la salida del hidrógeno introducido. La concentración media de hidrógeno en las probetas se ha obtenido con un analizador de hidrógeno LECO DH603 utilizando pequeños pines cilíndricos que

fueron introducidos en el reactor a la vez que las probetas objeto de ensayo.

Por su parte, la pre-carga catódica se realizó utilizando un electrolito 2M H₂SO₄ + 0.25g/l As₂O₃ (pH = 1) y una densidad de corriente de 2 mA/cm² durante 4 horas, parámetros de pre-carga que habían sido optimizados para este material en un trabajo previo [8]. Señalar, que, al objeto de optimizar recursos, el proceso de pre-carga se realizó exponiendo sólo una parte de las probetas al electrolito (ver figura 2), cubriendo el resto del material. En este caso también se midió la cantidad de hidrógeno medio en las muestras utilizando los pines precargados en las mismas condiciones que las probetas. Los valores medios de concentración de hidrógeno obtenidos con ambos métodos de pre-carga, C_{H0}, se recogen en la Tabla 3. En la tabla también se recoge la concentración de hidrógeno residual, C_{Hf}, (irreversible) tras un tiempo de 15 días de exposición al aire. El hidrógeno difusible se calcula como la diferencia entre el existente tras la pre-carga y el residual, C_{H0}-C_{Hf}.

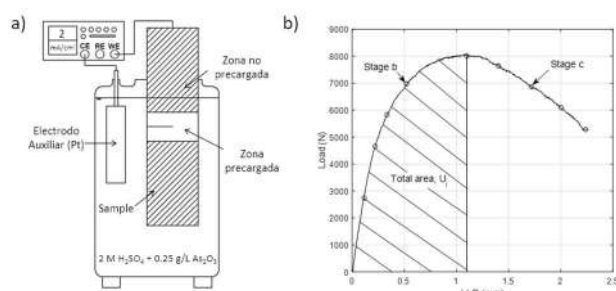


Figura 2. Metodología de ensayo de probetas SE(T). a) Precarga catódica; b) Curva Carga-Desplazamiento

Tabla 3. Concentraciones de hidrógeno

Condición de precarga	C _{H0} (ppm)	C _{Hf} (ppm)	C _{H0} -C _{Hf} (ppm)
Gaseosa	4.2	4.0	0.2
Catódica	4.4	4.0	0.4

Los ensayos de fractura con las probetas SE(T) se han llevado a cabo en una máquina servohidráulica MTS equipada con una célula de 15 kN. También se utilizó un sistema de video-correlación (DIC), denominado Aramis, con unas lentes de 50 mm Titanar, con el que se registró, no solo las deformaciones superficiales de la probeta durante el ensayo, sino la progresión de las grietas en la superficie y la evolución del frente de grieta en el curso del ensayo.

La obtención de las curvas J-R se llevó a cabo midiendo el crecimiento de grieta Δa directamente en la superficie de la probeta con el equipo DIC, asumiendo que debido al pequeño espesor de las probetas el tamaño de la grieta era el mismo en todo el espesor. Del mismo modo, se han utilizado las imágenes proporcionadas por el DIC para medir la apertura de la grieta en la boca de la entalla (CTOD) y los valores del desplazamiento en apertura en la región de la grieta.

La integral de contorno J se calculó de acuerdo con la expresión (2), utilizando el área completa encerrada bajo la curva carga-desplazamiento, U_i, (sin diferenciar entre área elástica y plástica) en un instante, i, determinado (figura 2.b). En dicha expresión η es una constante adimensional (que en un principio se establece igual a 1), B el ancho de la probeta y b el ligamento resistente (b = W-a). La Figura 3 muestra los resultados de uno de estos ensayos.

$$J_i = \frac{\eta \cdot U_i}{B \cdot b_i} \quad (2)$$

Una segunda metodología de cálculo de la tenacidad a la fractura fue mediante el uso del CTOD, parámetro que se obtiene, en el caso de las geometrías normalizadas, a partir de medidas de la apertura de los labios de la grieta (CMOD). No obstante, en el caso de la geometría SE(T) utilizada, no existe una expresión normalizada para obtener dicho parámetro, aunque sí existen varias propuestas al respecto [9]. En este caso se ha utilizado una de dichas propuestas (expresión 3), al objeto de analizar su bondad comparándola con los resultados obtenidos midiendo el CTOD directamente en el frente de la grieta a través del dispositivo DIC. La metodología recogida a través de la expresión (3) propone la utilización de dos extensómetros en serie que recogen desplazamientos en dirección perpendicular en dos zonas de la entalla, V₁ y V₂. En este caso, y gracias a la utilización de la técnica DIC, se dispone no sólo de las medidas equivalentes a dos extensómetros, sino de muchas otras que pueden definirse a lo largo de la longitud de la grieta, tal y como se recoge esquemáticamente en la Figura 4.

$$CTOD = \delta = V_1 \cdot \frac{z_1 + a_0}{z_2 - z_1} \cdot (V_2 - V_1) \quad (3)$$

En la expresión 3, además de V₁ y V₂, se han de introducir las distancias, z₁ y z₂ entre los puntos de medida y la boca de la entalla y el tamaño inicial de la grieta a₀.

Por su parte, y sea cual sea el método de medida de la tenacidad utilizado, J o CTOD, el parámetro de referencia se calculó como el correspondiente a un crecimiento estable de la grieta de 0.2 mm, J_{0.2} y δ_{0.2}.

Por último, el efecto del hidrógeno en la tenacidad del acero, se determinó comparando los valores de los parámetros obtenidos con probetas ensayadas sin hidrógeno y con probetas pre-cargadas, obteniéndose de este modo el índice de fragilización, IF, como:

$$IF(\%) = \frac{X - X_H(v)}{X} \cdot 100 \quad (4)$$

donde X es el valor de la tenacidad, J_{0.2} o δ_{0.2}, de las probetas sin hidrógeno y X_H(v) es la misma variable, pero obtenida en probetas pre-cargadas con hidrógeno y ensayadas a una velocidad, v, determinada.

Resultados

Tenacidad a la fractura con probetas SE(T)

Utilizando la expresión (2) con $\eta = 1$ y midiendo el crecimiento de grieta, Δa , con el uso del DIC, se obtuvo la curva J-R representada en la Figura 3 con triángulos vacíos. Sobre esta curva, y al objeto de compararla con las curvas obtenidas mediante ensayos standard, se debe aplicar el efecto del enromamiento (BL corrección) sumando a cada punto el valor correspondiente a la blunting line, y obteniendo así la curva representada por los triángulos llenos (SE(T)). Por último, dado que la tenacidad del material debe ser independiente de la geometría de la probeta utilizada, se procedió a calcular el valor de η que proporcionaba, para los diferentes valores de Δa , valores de J semejantes a los obtenidos con la probeta normalizada CT (η corrección). De este modo, la curva representada con círculos sería la curva J-R correspondiente a la geometría SE(T) utilizada y el valor del coeficiente η nos permitirá calcular los valores de J mientras no varíemos las dimensiones de las probetas.

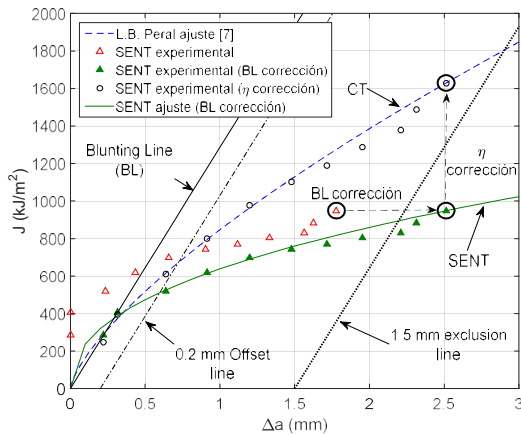


Figura 3. Curva J-R del acero. Probetas SE(T)

Por su parte, la figura 4 muestra, comparados, los valores del CTOD calculados mediante la expresión 3, utilizando distintas posiciones de medida de la apertura (1,2,...,6), junto con los obtenidos directamente en el frente de grieta utilizando la regla de los 90°. Como puede observarse, la correlación entre las medidas directas y las calculadas es bastante buena, con una desviación menor del 10%, lo

que prueba la aplicabilidad de la expresión 3 para el cálculo del CTOD en este tipo de geometría.

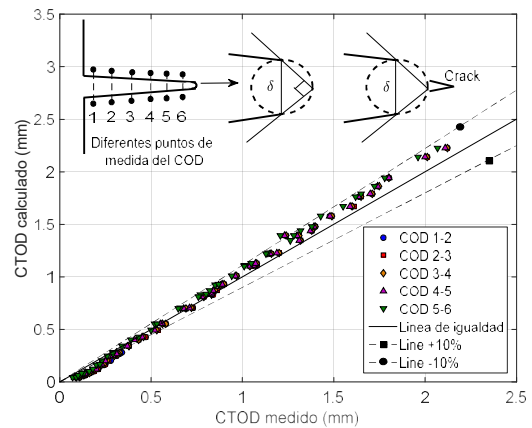


Figura 4. Comparación entre los valores del CTOD medidos directamente y los obtenidos a través de la expresión (3)

Efecto del hidrógeno precargado y la velocidad de ensayo

El efecto fragilizador del hidrógeno en el acero CrMoV se ha medido utilizando la metodología descrita en el apartado anterior, en ensayos realizados sobre probetas pre-cargadas con hidrógeno y a dos velocidades distintas (0.1 mm/min y 0.01 mm/min)

Las figuras 5 y 6 muestran los resultados obtenidos cuando se utiliza como parámetro de fractura, bien la integral J (figura 5) o bien el CTOD (figura 6), para las dos velocidades de ensayo utilizadas. Por su parte, la Tabla 4 recoge los valores numéricos obtenidos para el inicio del crecimiento de la grieta y los índices de fragilización para cada condición y criterio de cálculo.

Sea cual sea el parámetro utilizado, se aprecia un claro descenso de la tenacidad cuando la velocidad de ensayo es menor. De la misma manera, la pre-carga electrolytica fragiliza en mayor medida que la pre-carga gaseosa.

Por su parte, la figura 7 recoge algunas imágenes correspondientes al análisis fractográfico de algunas de las probetas. La zona donde se han tomado las imágenes se esquematiza en la figura 7 a).

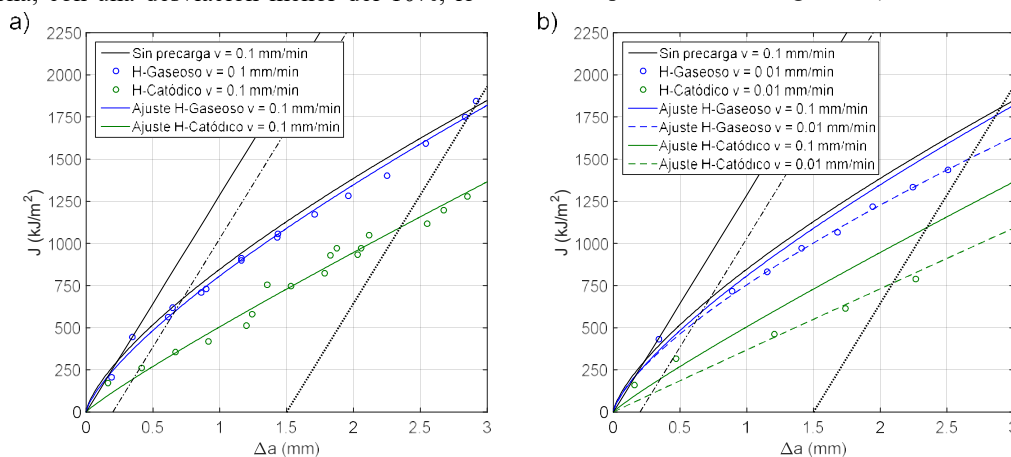


Figura 5. Curvas J-R con probetas SE(T) con y sin pre-carga de hidrógeno. a) $v = 0.1$ mm/min; b) $v = 0.01$ mm/min

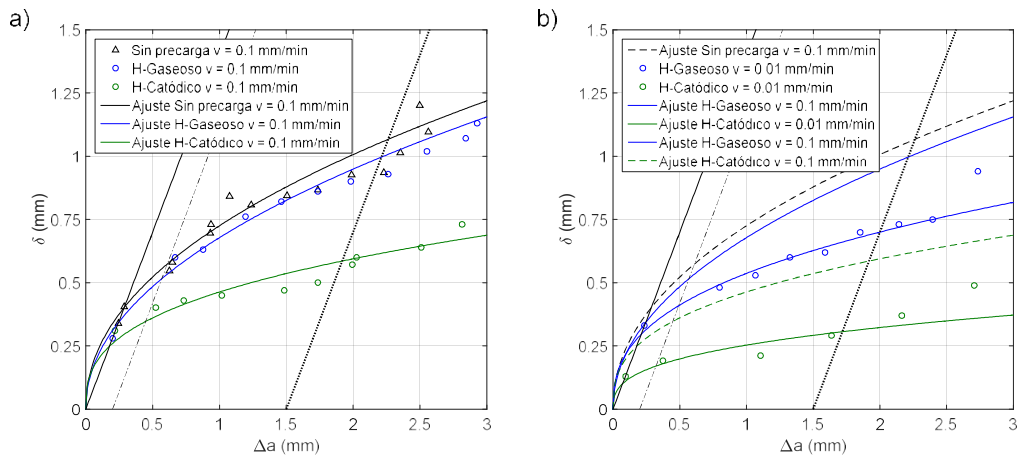


Figura 6. Curvas δ -R con probetas SE(T) con y sin pre-carga de hidrógeno. a) $v = 0.1$ mm/min; b) $v = 0.01$ mm/min

Tabla 4. Resultados de ensayos de fractura con hidrógeno usando probetas SE(T)

Condición	Velocidad de ensayo (mm/min)	$J_{0.2}$ (kJ/m ²)	$\delta_{0.2}$ (mm)	IF_J (%)	IF_δ (%)
Sin precarga	0.1	675	0.57	-	-
H Gaseoso	0.1	596	0.52	12	9
	0.01	538	0.41	20	28
H Catódico	0.1	197	0.35	71	39
	0.01	105	0.17	84	70

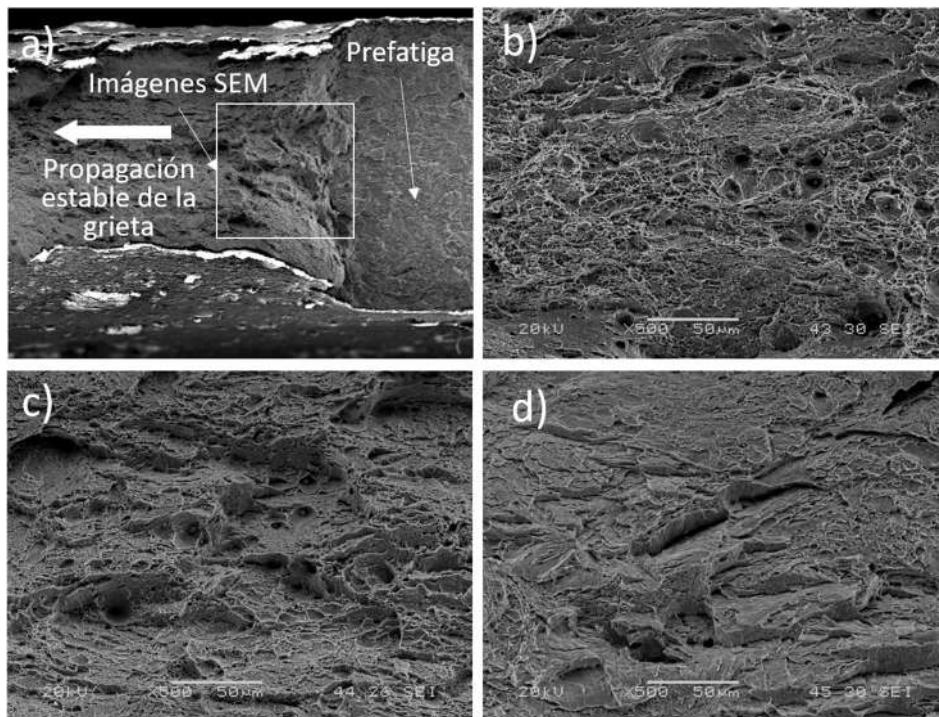


Figura 7. Fractografías. a) Vista general; b) Sin pre-carga; c) Pre-carga gaseosa $v = 0.01$ mm/min; d) Pre-carga catódica $v = 0.01$ mm/min.

En el caso de las probetas sin pre-carga de hidrógeno (figura 7 b), se puede observar un micromecanismo de fallo dúctil con coalescencia de microhuecos. Por su parte, la superficie de las probetas pre-cargadas con hidrógeno electrolítico (Figura 7 d) muestra una superficie con un aspecto más frágil (rotura mayoritariamente por clivaje), mientras que en el caso de la pre-carga gaseosa se observa una mezcla de ambos micromecanismos (Figura 7c).

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Es conocida la influencia que tiene la presencia de una grieta en el fenómeno de fragilización por hidrógeno debido al aumento de la triaxialidad en la región de proceso. No obstante, el uso de probetas de pequeño espesor disminuye este efecto. Sin embargo, el uso de probetas de pequeño espesor facilita la pre-carga electrolítica obteniéndose distribuciones homogéneas de hidrógeno en tiempos cortos y a precios asequibles.

Además, cuando se pre-carga con hidrógeno catódico, se obtiene un mayor índice de fragilización, mayor incluso que el obtenido con probetas CT. Esto podría deberse a la mayor cantidad de hidrógeno difusible que se obtiene con la precarga catódica (Tabla 3). Además, existen investigaciones donde se muestra que la fugacidad del hidrógeno es superior cuando la pre-carga catódica. Así, aunque la tipología de probeta utilizada en este trabajo no sea del todo efectiva cuando se utiliza la pre-carga gaseosa, su utilización con pre-carga electrolítica podría ser una buena alternativa a los ensayos convencionales.

Además, mediante la información obtenida utilizando DIC, se ha calculado la máxima deformación que se produce en la región de la grieta a lo largo de todo el ensayo, valores que se han representado en la Figura 8 frente a la distancia al vértice de la grieta. Se puede observar cómo, de acuerdo con lo comentado anteriormente, la máxima deformación necesaria para la propagación de la grieta es apreciablemente menor en el caso de la pre-carga catódica. Es igualmente digno de mención que, al descender la velocidad de desplazamiento, la deformación medida en el frente de la grieta también disminuye significativamente.

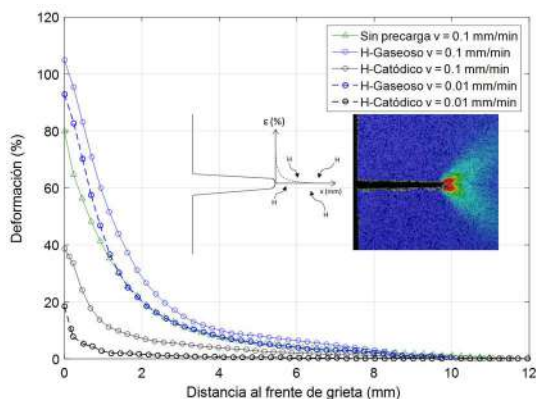


Figura 7. Deformación medida en el frente de grieta

Por último, en el trabajo se han descrito y comparado dos metodologías de cálculo de la tenacidad a fractura (J o CTOD) con las probetas SE(T) utilizadas. Los índices de fragilización obtenidos en ambos casos son comparables, si bien los índices de fragilización obtenidos mediante el CTOD son normalmente ligeramente inferiores a los obtenidos mediante J . No obstante, y dado que el procedimiento para el cálculo del CTOD es sencillo y directo, sin necesidad de ninguna corrección -como en el caso de J - éste parecería ser el parámetro idóneo para el análisis del fenómeno de fragilización por hidrógeno con la geometría de probeta utilizada. Además, este parámetro parece ser más sensible al efecto de la velocidad de ensayo en el caso de la pre-carga gaseosa (ver tabla 4).

CONCLUSIONES

- La geometría SE(T) utilizada parece ser una buena opción a la hora de cuantificar el fenómeno de fragilización por hidrógeno, sobre todo cuando se utilizan métodos electrolíticos de pre-carga.

- El uso de técnicas DIC ha permitido definir y validar una metodología de análisis del fenómeno de fragilización por hidrógeno utilizando el CTOD como parámetro de fractura.

- En el caso de la geometría SE(T) utilizada, el CTOD parece ser el parámetro idóneo para la medida de la tenacidad y, por tanto, del efecto del hidrógeno.

- La utilización del equipo DIC ha logrado captar, a través del análisis de la deformación en la región de la grieta, el fenómeno de fragilización inducido por la presencia de hidrógeno interno en el acero.

- Se ha vuelto a corroborar la influencia de la velocidad de ensayo en el efecto fragilizador del hidrógeno.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos la financiación recibida del Ministerio de Energía y Competitividad en el marco del proyecto RTI2018-096070-B-C31. Los autores G. Álvarez y A. Zafra también agradecen al Principado de Asturias por las becas pre-doctorales Severo Ochoa PA-20-PF-BP19-087 y PA-18-PF-BP17-038 que, respectivamente, disfrutaron. Por último, a los Servicios científico-técnicos de la Universidad de Oviedo por la disponibilidad del Microscopio SEM JEOL-JSM5600.

REFERENCIAS

- [1] W. Zhao et al., Study on hydrogen enrichment in X80 steel spiral welded pipe, *Corros. Sci.* (2018).
- [2] R.P. Gangloff, B.P. Somerday, *Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies: Mechanisms, Modelling and Future Developments*, 2012.
- [3] T. Zhang, et al., Effects of surface oxide films on hydrogen permeation and susceptibility to embrittlement of X80 steel under hydrogen atmosphere, *Int. J. Hydrogen Energy*. 43 (2018) 3353–3365.
- [4] T.E. García, B. Arroyo, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, J.A. Álvarez, Small punch test methodologies for the analysis of the hydrogen embrittlement of structural steels, *TAFM*. 86 (2016) 89–100.
- [5] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, C. Uribe, T.E. García, C. Rodríguez, Analysis of key factors of hydrogen environmental assisted cracking evaluation by small punch test on medium and high strength steels, *Mater. Sci. Eng. A*. 691 (2017) 180–194.
- [6] G. Álvarez, L.B. Peral, C. Rodríguez, T.E. García, F.J. Belzunce, Hydrogen embrittlement of structural steels: Effect of the displacement rate on the fracture toughness of high-pressure hydrogen pre-charged samples, *Int. J. Hydrog. Ener.* (2019).
- [7] L.B. Peral, A. Zafra, J. Belzunce, C. Rodríguez, Effects of hydrogen on the fracture toughness of CrMo and CrMoV steels quenched and tempered at different temperatures, *Int. J. Hydrog. Ener.* 44 (2019) 3953–3965.
- [8] G. Álvarez, A. Zafra, F.J. Belzunce, C. Rodríguez, Hydrogen embrittlement analysis in a CrMoV steel by means of sent specimens, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 106 (2020) 102450.
- [9] X.-K. Zhu, P. Zelenak, T. McGaughey, Comparative study of CTOD-resistance curve test methods for SENT specimens, *EFM*. 172 (2017) 17–38.

SLIP TOLERANCE IN THE STANDARD OF BOLTED JOINTS AND PRECISION OF ITS EXPERIMENTAL MEASURING

K. Pan¹, J. J. Ortega^{1*}, X. X. Zhang^{2,1}, G. Ruiz¹

¹ E. T. S. I. Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Castilla-La Mancha.
Av. Camilo José Cela s/n, 13071. Ciudad Real-España

² E. I. Minera e Industrial. Universidad de Castilla-La Mancha.
Plaza Manuel Meca s/n, 13400. Almadén-España
* Persona de contacto: JoseJoaquin.Ortega@uclm.es

RESUMEN

La normativa europea EN 1090-2:2018 establece los requerimientos para la ejecución de estructuras de acero, incluyendo el método de ensayo para medir el deslizamiento retardado a carga constante en uniones atornilladas. Una especificación indica que el desplazamiento relativo entre las placas unidas debe ser inferior a $\Delta\delta_{tol} = 2 \mu\text{m}$ desde los primeros 5 minutos de carga hasta 3 horas. En este trabajo se destaca que esta tolerancia es demasiado pequeña para obtener medidas fiables en laboratorio con los extensómetros comúnmente disponibles. Estos instrumentos presentan normalmente una resolución de $1 \mu\text{m}$, que es solamente un 50% de $\Delta\delta_{tol}$, y una precisión peor, que puede alcanzar $2 \mu\text{m}$ o más y, por tanto, superar $\Delta\delta_{tol}$. Alternativamente, se propone el uso de métodos ópticos como la Correlación Digital de Imágenes (DIC). Este método permite medir el campo de desplazamientos completo del área cubierta por la imagen, aportando mucha más información. Adicionalmente, es posible alcanzar una resolución por debajo de $1 \mu\text{m}$, dependiendo de la resolución del sensor de la cámara, la proporción de la probeta en la imagen y la subdivisión de pixel adoptada, lo que lo hace un método apropiado para medir el deslizamiento en ensayos de uniones metálicas atornilladas.

PALABRAS CLAVE: Uniones atornilladas, Tolerancia de deslizamiento, Precisión de Medición, Correlación Digital de Imágenes

ABSTRACT

The European standard EN 1090-2:2018 establishes the requirements for the execution of steel structures, including the testing method to measure the delayed slip at constant load in bolted joints. One specification sets that the relative displacement between the joined plates from the first 5 minutes under load until 3 hours must be lesser than $\Delta\delta_{tol} = 2 \mu\text{m}$. In this work, it is highlighted that this tolerance is too small for obtaining reliable measurements in laboratory with the extensometers commonly available. These instruments usually present a resolution of $1 \mu\text{m}$, which is just a 50% of $\Delta\delta_{tol}$, and a worse precision, which can be $2 \mu\text{m}$ or more and, thereby, equal or higher than $\Delta\delta_{tol}$. Alternatively, it is proposed the use of optical methods like Digital Image Correlation (DIC). This method allows to measure the complete displacement field of the area covered by the image, which provides much more information. Additionally, it is possible to achieve a resolution under $1 \mu\text{m}$, depending on the resolution of the camera sensor, the proportion of the specimen within the image and the adopted pixel subdivision, which makes it an appropriate method to measure the slip displacement in tests of metallic bolted joints.

KEYWORDS: Bolted joints, Slip tolerance, Measuring precision, Digital Image Correlation

1. INTRODUCTION

Steel and aluminium structures in Europe must fulfil the requirements stated in the standard EN 1090-2:2018 [1]. In the case of assemblies of plates connected by bolts which have to be resistant to slip, their surface has to be prepared so that they present the necessary friction coefficient. This is experimentally measured by applying the procedure explained in

Annex G. The used specimens consist of two inner plates disposed on the same plane connected through two cover plates on both sides, fixed by four bolts. A tension load is applied to the inner plates in opposite directions. Two different types of tests are defined. The first one consists in the application of a monotonically increasing load until the slip occurs on every contact surface, which provides the slip load. The second one, however, applies a constant load for a

defined lapse of time and measures the displacement developed during that time. If this displacement is higher than $2\ \mu\text{m}$, the test has to be carried out during an extended time in order to verify that the slip extrapolated over the entire service life of the structure does not exceed $0.3\ \text{mm}$.

The question that arises with respect to this second type of test is that the slip tolerance of $\Delta\delta_{\text{tol}} = 2\ \mu\text{m}$ is too small for its correct measuring by most of the more common extensometers available in laboratories. These instruments usually have a resolution of just $1\ \mu\text{m}$, which is only a half of the complete tolerance, but the real problem is that their precision presents a larger deviation than $\Delta\delta_{\text{tol}}$. Therefore, measurements performed within that range are not reliable. Certain types of Linear Variable Differential Transformers (LVDT) can reach the precision level required but their range is reduced and are less affordable.

An alternative to measure this displacement is to use an optical method. In particular, Digital Image Correlation (DIC) [2] allows to register the displacement of points on a surface over a sequence of pictures and to compute the corresponding strain of the material [3, 4]. For this, only a common digital camera and DIC software are needed. The advantage of this method is that the displacement resolution can easily be set under $1\ \mu\text{m}$ and, furthermore, this technique allows to capture the total displacement field within the image in all directions and for every point, so much more information is available.

In this work, a comparison is made between both measuring methods applied to a test of this type of bolted joints. In the next section, a description of the test and the specimen is offered. Afterwards, the compared methods are briefly explained in Section 3 and the corresponding results are shown in Section 4. Finally, conclusions are presented in Section 5.

2. SPECIMEN AND TEST

The specimen consists of four plates. The two inner plates have the shape shown in Figure 1a. The wider part ($350\ \text{mm}$) is so designed for anchoring the specimen by means of six bolts. The other extreme presents two circular holes for the high strength bolts that will be used in the real structure. The two outer plates are rectangles as shown in Figure 1b, with the same width of the narrower part of the other type of plate ($100\ \text{mm}$). These two plates are placed on both sides of the inner plates and fixed to each one by two bolts. These holes have an extra width of $2\ \text{mm}$ with respect to the bolt diameter in order to allow the slip of the connection. In this case, the specimen was assembled by the torque method, by sequentially tightening the four bolts with a wrench in steps of increasing torque up to a predefined value.

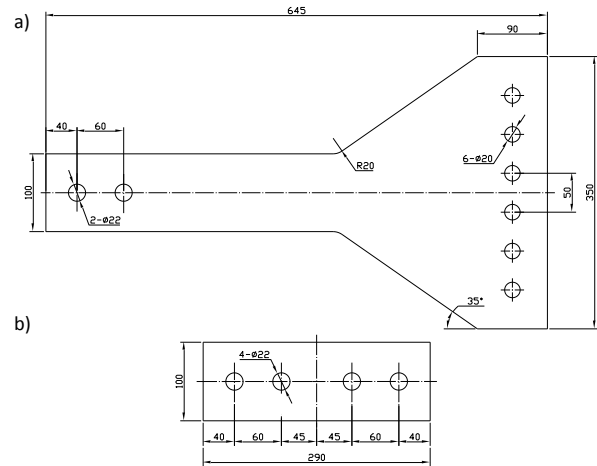


Figure 1. (a) Inner plate; (b) cover plate. Dimensions in mm.

The tests require to measure the relative displacement between the centre points in the thickness of the inner and cover plates in both sides and in the upper and lower parts of the specimens. In order to determine the slip load, four specimens are necessary. For each measured slip displacement, the corresponding slip load is defined as the highest load reached in a displacement of $0.15\ \text{mm}$. A fifth specimen is used in order to test the delayed slip at a constant load. The value of this sustained tension is equal to the 90% of the mean slip load of the previous tests. The difference between the slips measured at five minutes and at three hours is obtained. If this slip difference is under a tolerance of $\Delta\delta_{\text{tol}} = 2\ \mu\text{m}$, the requirement for this condition is fulfilled. In the opposite case, an extended creep test is necessary by maintaining the load for as long as necessary to check that the expected slip in the joint during the design life of the structure does not exceed $0.3\ \text{mm}$. For this, an extrapolation with time in logarithmic scale is performed. At least three new specimens are necessary for this test.

3. MEASURING METHODS

3.1. LVDT

The mechanism of Linear Variable Differential Transformers (LVDT) is based on establishing the relationship between the displacement of a ferromagnetic element inside an arrangement of windings and the electrical current that this movement induces in the conductors. The moving bar of the instrument is placed in contact with the point that is going to be controlled. However, the displacement direction must be aligned with the axis of the LVDT. Transversal movements can produce lateral friction that affects the measurement.

The precision of these instruments varies in proportion to their full range of measurements and it is provided as a percentage of that range. Here, precision is defined as ‘the closeness of agreement between independent test results obtained under stipulated conditions’ [5, 6]. The precision is established by means of the deviation of various measurements of the same distance with the same instrument under the same conditions.

Table 1 presents a translation of typical precision levels with respect to different ranges that could be used for the test of bolted joints. As it can be observed, even with the most precise example of the table, the precision is around 1 μm , that is only a 50% of the delayed slip tolerance. Moreover, the limited range of that LVDT does not allow to measure the complete possible slip of 2 mm of each part of the joint and prevents to place it on the side towards which the displacement occurs, as its maximum compression is 1 mm.

Table 1. Precision of LVDTs for different ranges.

Precision	Full Range (\pm Full Scale) [mm]			
	1 (± 0.5)	2 (± 1)	5 (± 2.5)	10 (± 5)
0.10%	0.001	0.002	0.005	0.01
0.25%	0.0025	0.005	0.0125	0.025
0.50%	0.005	0.01	0.025	0.05

3.2. Digital Image Correlation

Digital Image Correlation (DIC) consist in an optic method to measure displacements through the comparison of sequential pictures during the test. Therefore, no contact elements are necessary. The requirements are that the photographs are taken in perpendicular to the surface that is going to be analysed and that the proportion of its Region of Interest (ROI) within the picture frame is large enough. Besides, the surface has to be treated to add a speckle pattern that will be used to set the reference points whose movement will be followed by the software. These reference points are subsets of pixels with a given pattern of grey values arrange in a grid. This pattern is detected between different pictures and the difference of its position is the displacement that it has undergone. A series of subsets are distributed over the analysed area. The distance between the centres of neighbour subsets is the step size (Figure 2).

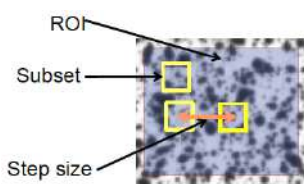


Figure 2. Definition of DIC parameters.

Through a known distance within the image, the scale between pixels and length units is obtained. In the example presented in this work, a distance of 40 mm corresponded to 1014 pixels, so each pixel represented 39 μm . However, this initial resolution can be improved by the application of a Subpixel Registration Algorithm [7, 8]. In particular, the Forward Additive Newton-Raphson was used. In this manner, 100 subdivisions were performed, thereby setting the resolution to 0.39 μm , which is well under the slip tolerance of the test. The commercial software VIC 2D was used.

The experimental setup is shown in Figure 3. The results obtained in the upper part of the specimen will be compared, which corresponds on one side with the measurement of a LVDT and on the other side with the measurement with DIC. The LVDT is fixed to the inner plate and measures the distance to an element fixed to both cover plates, thus giving the mean slip of the inner plate with respect to both cover plates. In the case of the use of DIC, however, the independent slip with respect to each one can be easily provided.

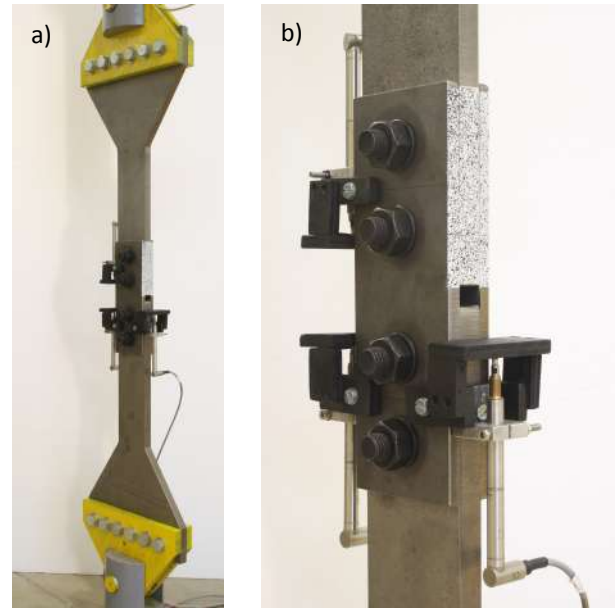


Figure 3. (a) Test configuration; (b) detail of the extensometers and the speckle pattern for DIC.

4. RESULTS

The result offered by the LVDT is shown in Figure 4, with time in logarithmic scale. As it can be observed, there are two stages. In the first one, the slip increases almost linearly with time during the loading of the specimen up to the 90% of the mean slip load. When this value is reached, the second stage begins, where the load is kept constant. The slip at five minutes is set as the origin of displacement. The signal obtained presents several steps with oscillations of $\pm 1 \mu\text{m}$, which is the resolution of the instrument. The result

consists in the accumulated slip at three hours, defined here as $\Delta\delta = \delta_{3h} - \delta_{5min}$, which in this case was:

$$\Delta\delta_{LVDT} = 4 \mu\text{m} \quad (1)$$

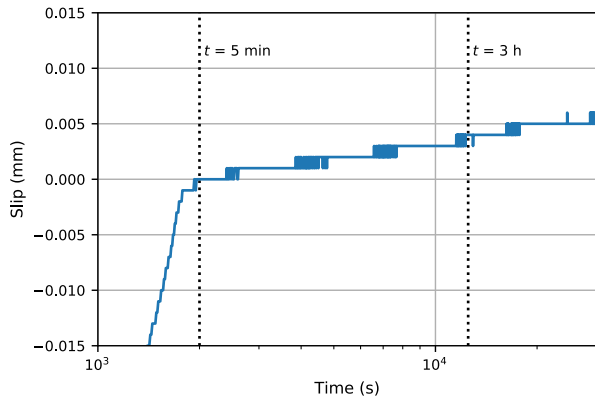


Figure 4. Slip-time curve provided by the LVDT.

Regarding the results given by the DIC method, Figure 5a shows the displacement field in the vertical direction on the entire region at five minutes and Figure 5b shows the same type of result at three hours. For each moment, also the evolution of the vertical displacement along the horizontal axis at a given vertical coordinate is provided by the curves below. These results show with much more detail the movements of the plates, including the strain that the material is experiencing. It is necessary to note that, as the DIC method is intended for its application on a

single element, the relative displacement between the different plates is interpolated as a continuous field. However, this result must be abstracted and consider that the difference of displacement at the boundary of each plate is more disruptive. In any case, the relative displacement between the central planes of the plates gives an accurate measurement.

In this case, the slip at both sides of the specimen can be obtained independently, with the following results:

$$\Delta\delta_{DIC, \text{left}} = 1.6 \mu\text{m} \quad (2)$$

$$\Delta\delta_{DIC, \text{right}} = 2.3 \mu\text{m} \quad (3)$$

$$\Delta\delta_{DIC, \text{mean}} = 1.9 \mu\text{m} \quad (4)$$

As it can be seen, the measurement with the LVDT yields a value two times $\Delta\delta_{tol}$ while the mean value obtained with DIC is under that tolerance. Therefore, the fact that the joint fulfils the requirement or not can depend on the employed measuring method. In this case, however, even if $\Delta\delta_{DIC, \text{mean}}$ is correct, $\Delta\delta_{DIC, \text{right}}$ is above $\Delta\delta_{tol}$ and, as a consequence, the extended creep test was anyway performed.

5. CONCLUSIONS

The main conclusion of the work is that the measurement of the delayed slip of bolted joints by the use of commonly available LVDTs can be unreliable, given the strict tolerance allowed by the standard. As an alternative, Digital Image Correlation can

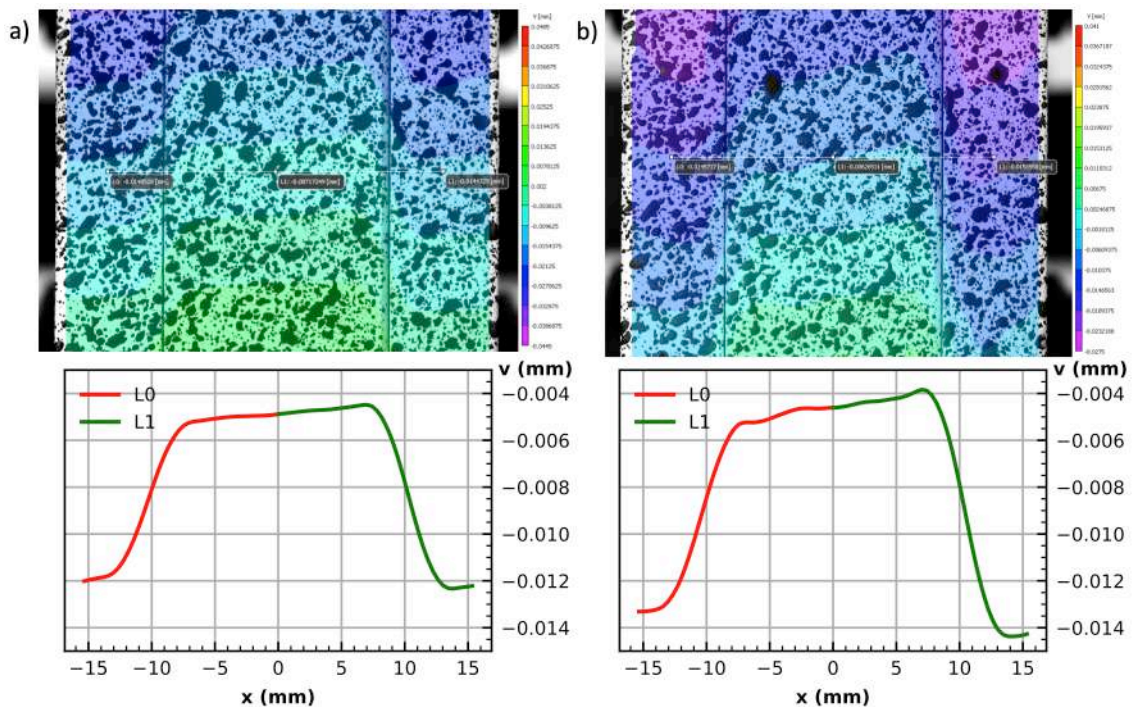


Figure 5. Displacement field and vertical displacement-horizontal position curve: (a) at five minutes; (b) at three hours.

successfully be used for this application. On the one hand, a higher resolution can be achieved and, on the other hand, this method offers more information by providing the complete displacement field of the studied surface.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the financial support of *Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades*, Spain, through the grants BIA2015-68678-C2-1-R and RTC-2017-6736-3.

REFERENCES

- [1] EN 1090-2:2018. Execution of steel structures and aluminium structures - Part 2: Technical requirements for steel structures, 2018.
- [2] M. A. Sutton, J. J. Orteu, H. Schreier. *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements. Basic Concepts, Theory and Applications*. Springer, 2009.
- [3] B. Pan, K. Li. A fast digital image correlation method for deformation measurement. *Optics and Lasers in Engineering* 49, 841-847, 2011. DOI: 10.1016/j.optlaseng.2011.02.023.
- [4] B. Pan, K. Li, W. Tong. Fast, robust and accurate digital image correlation calculation without redundant computations. *Experimental Mechanics* 53, 1277-1289, 2013. DOI: 10.1007/s11340-013-9717-6.
- [5] ISO 5725-1:1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 1: General principles and definitions, 2018.
- [6] A. Menditto, M. Patriarca, B. Magnusson. Understanding the meaning of accuracy, trueness and precision. *Accreditation and Quality Assurance* 12, 45-47, 2007. DOI: 10.1007/s00769-006-0191-z.
- [7] Q. Tian, M. N. Huhns. Algorithms for subpixel registration. *Computer Vision Graphics and Image Processing* 35, 220-233, 1986. DOI: 10.1016/0734-189X(86)90028-9.
- [8] A. HajiRassouliha, A. J. Taberner, M. P. Nash, P. M. F. Nielsen. Subpixel phase-based image registration using Savitzky-Golay differentiators in gradient-correlation. *Computer Vision and Image Understanding* 170, 28-39, 2018. DOI: 10.1016/j.cviu.2017.11.003.

03 - MÉTODOS Y MODELOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS

NUMERICAL ANALYSIS OF THE DAMAGE EVOLUTION ON ILTS SPECIMENS

J. Guzmán¹, L. Távora^{1*}, E. Graciani¹

¹ Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales.
Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad de Sevilla.
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092. Sevilla-España
* Persona de contacto: ltavara@us.es

RESUMEN

En este trabajo se presentan una serie de modelos de elementos finitos, implementados en Abaqus para simular el ensayo de resistencia a tracción interlaminar (ILTS) en probetas con secuencias de apilado que incluyen láminas con diferentes orientaciones. Experimentalmente se ha observado que dichas probetas rompen, en muchos casos, a tensiones interlaminares inferiores a sus valores admisibles (determinados con probetas unidireccionales). En estudios previos realizados analíticamente, esta inconsistencia se ha atribuido, cualitativamente, al mecanismo de fallo denominado *unfolding* inducido, según el cual la rotura comienza con un fallo intralaminar que en presencia de una tensión interlaminar suficientemente elevada (aunque por debajo del valor admisible) se propaga instantáneamente como una delaminación. En el presente trabajo se modela este mecanismo combinando el criterio de degradación de Hashin, incluido en Abaqus, para modelar el fallo intralaminar con el uso de elementos de interfase tipo LEBIM (*Linear Elastic Brittle Interface Model*) desarrollado por el Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales de la Universidad de Sevilla para simular la delaminación. Debido al criterio de degradación usado, los modelos estudiados incluyen condiciones de tensión plana. Además, dado que la propagación de la grieta es altamente inestable, se hace uso de un algoritmo de control desarrollado por Martínez Pañeda para solventar los problemas de convergencia causados por el fenómeno de *snapback* observado durante la evolución del daño.

PALABRAS CLAVE: Unfolding, Delaminación, Daño, Material Compuesto, Laminados curvos.

ABSTRACT

Several finite element models implemented in Abaqus are presented in this investigation for the simulation of the Inter-Laminar Tensile Strength (ILTS) test. Analysed ILTS coupons include a stacking sequence with laminas having different orientations. Experimental results have shown that, in many cases, the coupons fail under interlaminar stresses lower than their allowable values (determined with unidirectional coupons). Preliminary analytical studies have qualitatively attributed this inconsistency, to the failure mechanism called induced unfolding. According to this mechanism, failure starts with an intralaminar failure which, under a sufficiently large interlaminar stress (although under its allowable value), propagates instantaneously as a delamination. In the present investigation, this mechanism is modelled combining the Hashin's degradation criterion included in Abaqus (used to model the intralaminar failure) and the use of LEBIM (*Linear Elastic Brittle Interface Model*) interface elements developed by the Group of Elasticity and Strength of Materials of the *Universidad de Sevilla*, able to simulate delaminations. Due to the used degradation criterion, studied models include stress plane conditions. Additionally, as the crack propagation is highly instable, a new control algorithm developed by Martínez Pañeda is used to overcome the convergence problems due to the snapback behaviour observed during damage evolution.

KEYWORDS: Unfolding, Delamination, Damage, Composite Materials, Curved Laminates.

INTRODUCCIÓN

El objetivo de aligerar peso ha llevado a la industria aeronáutica al uso cada vez más extendido de los materiales compuestos. Algunas de las aplicaciones de los laminados actuales son los componentes en T o en L que se usan para unir dos piezas perpendiculares. Estos componentes presentan una alta curvatura, y en el caso de que soporten una sollicitación que intente aplanar la pieza, comúnmente se producen grietas de despegue. Esto se ha conocido tradicionalmente como fallo por *unfolding*. El fallo por *unfolding* se ha asociado históricamente a la aparición de tensiones normales interlaminares inducidas por la curvatura, siendo éstas

relativamente altas en comparación con el valor de la resistencia interlaminar (*Interlaminar Tensile Strength* o ILTS).

La determinación de la carga de fallo de un laminado curvo requiere un análisis de tensiones exhaustivo. En Lekhnitskii et al. [1] se propone una aproximación bidimensional para vigas curvas de material homogéneo y anisótropo en el caso de carga y flexión en los extremos. En Kedward et al. [2] se obtiene una aproximación de la máxima tensión normal interlaminar de forma explícita en el caso de que la rigidez en el espesor frente a la circunferencial sea relativamente pequeña.

Sin embargo, la secuencia de apilado puede afectar de forma significativa a la distribución de la tensión normal interlaminar. Puesto que las ecuaciones de Lekhnitskii no consideran este efecto, Ko and Jackson [3] propusieron una aproximación para el caso de laminados. Posteriormente, en González-Cantero et al [4,5] se propuso un modelo que considera las tensiones debidas al cambio de curvatura en los extremos de la zona curva.

Además, los efectos tridimensionales podrían afectar de forma significativa, debido al efecto anticlástico combinado con la curvatura, o los efectos de borde. Todos los efectos anteriores se tienen en cuenta con modelos de elementos finitos.

Una vez obtenido el estado tensional, se pueden proponer diferentes criterios de fallo (asociados a diferentes mecanismos), por ejemplo, en la literatura se han propuesto criterios como el de Wisnom et al. [6], que considera las tensiones en la matriz en todas las direcciones asociada a la delaminación. Ciertos criterios de fallo como éste requieren la resistencia a tracción interlaminar o ILTS (Interlaminar Tensile Strength), la cual se obtiene del ensayo que le da nombre o ensayo ILTS.

En dicho ensayo, basado en normativas como la ASTM [7], el valor de la resistencia ILTS se obtiene usando la aproximación de Kedward, siendo válido sólo cuando todas las fibras están orientadas a 0°. Para otras secuencias de apilado se ha observado una dependencia con el espesor [8]. En 2017, en González-Cantero et al. [9] se propone un nuevo mecanismo de fallo, denominado *unfolding* inducido, que intenta explicar la causa de esta dependencia. Además, esta misma razón podría explicar la gran dispersión en los resultados de algunas campañas de ensayos ILTS tal y como apunta [9].

En un fallo por *unfolding* inducido, se produce primero un fallo intralaminar, y posteriormente se produce la delaminación de las interfases adyacentes debido a la presencia de altas tensiones normales interlaminares. Esta idea de una delaminación inducida por una grieta en la matriz ya se había presentado en anteriores trabajos como el de Sun y Jelly [10,11] y Martin y Jackson [12] en análisis de laminados con forma de L. Por otro lado, en 2015, Huchette et al. [13] estudió la delaminación a partir del fallo intralaminar en laminados en L.

En 2019, en Zumaquero et al. [14] se lleva a cabo una campaña de ensayos y un modelo numérico para probar la existencia del fallo por *unfolding* inducido. No obstante, el modelo numérico no es concluyente. De forma paralela, y dentro del mismo grupo de investigación, en Almagro et al. [15] se presenta un nuevo modelo numérico que prueba que el mecanismo de fallo de los laminados QI de la campaña de Zumaquero [14] no puede ser el de *unfolding* tradicional.

En 2020, Journourd et al. [16] propuso un modelo numérico que considera el fallo por *unfolding* inducido que está basado en la estrategia de modelado llamada *Discrete Ply Model*. No obstante, se utilizan laminados en los que la carga de fallo por *unfolding* inducido, es del orden de la carga de fallo por el *unfolding* tradicional, y los resultados no son concluyentes.

El presente trabajo es parte del Trabajo Fin de Máster de Guzmán J.L. [17]. En este trabajo se lleva a cabo un nuevo modelo numérico bidimensional de la campaña de ensayos QI de Zumaquero [14] que intenta reproducir los resultados experimentales mediante el mecanismo de *unfolding* inducido. Esto se consigue con el uso de:

- Modelo de la interfase con LEBIM que permite la delaminación entre laminaas.
- Criterio de fallo de Hashin que permite el fallo intralaminar de las láminas a 90° más interiores, que son las que se ha comprobado que fallan primero debido a la tracción en la zona interna.

Además, se implementa un algoritmo de control propuesto por Martínez-Pañeda en [19] que permite resolver la inestabilidad de tipo *snap-back* típica de este ensayo, permitiendo seguir la evolución de las diferentes etapas de daño.

OBJETIVOS

El objetivo principal es realizar un modelo numérico que permita validar la hipótesis de que, en el laminado que se ha estudiado, en el ensayo ILTS el fallo se produce por el mecanismo de *unfolding* inducido. Para ello se permite el fallo intralaminar y la delaminación. Se espera que primero se produzca el fallo intralaminar y posteriormente una delaminación. En González-Cantero [9] se observó que esto se produce de forma aparentemente instantánea en los laminados estudiados.

La propagación del fallo es inestable, y con la implementación del algoritmo de control se persigue obtener información en los primeros instantes tras el fallo. Los resultados numéricos no se pueden comparar con los experimentales de Zumaquero [14] porque son modelos sin contacto que no devuelven la fuerza y desplazamientos de los rodillos, que son los datos que se obtienen en el laboratorio. Uno de los próximos objetivos sería incluir el contacto con los rodillos.

DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

En la Figura 1 se muestra un esquema del ensayo. Se realiza un utillaje *four-point bending test* que aplica una carga puramente flectora a la parte curva de la probeta. Para ello, esta máquina dispone de cuatro rodillos en contacto con la probeta que pueden girar libremente. La secuencia de apilado elegida es la QI16 y se muestra en (1). El laminado ha sido elegido para minimizar la relación entre la carga de fallo por *unfolding* inducido y

la carga de fallo debida al *unfolding* tradicional [14]. Es un laminado cuasi-isótropo, simétrico y balanceado.

$$SA\ QI16 \equiv [45,-45,90_2,0,45,-45,0]_s \quad (1)$$

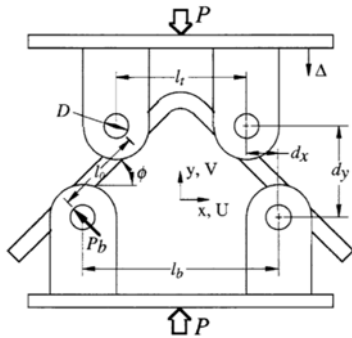


Figura 1. Configuración del ensayo ILTS.

El mecanismo de *unfolding* inducido aparece en las láminas orientadas a 90° en la parte más interior de la probeta. Esto se debe a que la matriz de dicha lámina soporta tensiones de tracción, y la resistencia de la matriz sometida a esfuerzos de tracción, Y_t , es significativamente más pequeña que el resto de las resistencias. Facilitando así la aparición de microgrietas, que tras su coalescencia producen el fallo intralaminar. Este fallo se propaga de forma inestable en forma de delaminación. Para captar la evolución progresiva del daño, el ensayo debería permitir la reducción simultánea de la carga y el desplazamiento, produciéndose así la aparición inestable del daño, a este tipo de inestabilidad se le conoce como *snapback*. En los ensayos experimentales, se produce una delaminación casi instantánea en el resto de las interfases, por lo que no es trivial determinar el punto en el que se inicia el fallo. En las simulaciones numéricas, este comportamiento se manifiesta en forma de problemas de convergencia debido a las fuentes de no linealidades de los modelos:

- El contacto de los rodillos con la probeta
- Zona de gran curvatura
- Fallo intralaminar
- Fallo en forma de delaminación
- Grandes desplazamientos de la probeta respecto a los rodillos.

Esta problemática ha influido notablemente en el modelo numérico que se expone en el siguiente epígrafe.

DESCRIPCIÓN DE LOS MODELOS

En esta sección se describe el modelo numérico implementado en Abaqus. En primer lugar, sus características generales, los criterios de fallo que se implementan, el algoritmo de control que se usa y los dos casos que se han resuelto.

4.1. Características generales

Aunque el estado tensional real se parece al de deformación plana, en el modelo se ha supuesto tensión

plana porque es la única manera de permitir el daño en la probeta mediante el criterio de Hashin que está disponible en las opciones de Abaqus. Si el *software* no dispusiese de esta opción, la alternativa sería crear una subrutina, pero esto complicaría aún más el modelo.

En la Figura 2 se muestra la malla del modelo con 8700 elementos cuadriláteros. Cada lámina tiene varios elementos en el espesor, y entre cada lámina hay una interfase tipo Linear Elastic Brittle Interface Model (LEBIM) implementada en una subrutina de usuario tipo UMAT. El LEBIM se puede considerar como un caso degenerado de los conocidos modelos de zona cohesiva (CZM). Se puede entender como una distribución continua de muelles con la rigidez adecuada, y permite considerar los modos I y II de fractura. Una vez que la energía almacenada en un muelle alcanza su valor crítico, el elemento pierde toda la rigidez, a excepción a sollicitaciones de compresión para evitar *overlapping* [18].

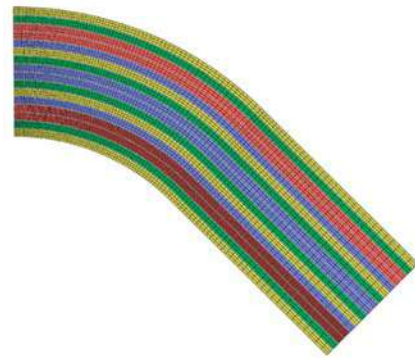


Figura 2. Malla del modelo.

A pesar de que rigurosamente no se pueda aplicar simetría porque realmente las láminas orientadas a $\pm 45^\circ$ no pueden cambiar de dirección en el plano de simetría, se puede comprobar que el momento resultante es aproximadamente el mismo, y esto reduce el coste computacional. En el extremo derecho se aplica un giro restringiendo el desplazamiento de los nodos utilizando lo que se conoce como *Multi Point Constraint*.

Los parámetros que usados para definir la interfase LEBIM son: tensión normal de rotura σ_c ($=120$ MPa), tenacidad a fractura G_{Ic} ($=0.075$ MPa·mm), parámetro que controla la sensibilidad del modo mixto λ ($=1$), relación entre la rigidez tangencial y normal k_t/k_n ($=0.25$) y espesor de la interfase h ($=0.001$ mm).

4.2. Criterio de fallo de Hashin

Para modelar el fallo intralaminar se usa el criterio de fallo de Hashin. Aunque el criterio esté formado por cuatro condiciones, solo se cumple la que corresponde al fallo en la matriz a tracción. Esta ecuación se expresa en (2), donde σ_{22} es la tensión perpendicular a la fibra dentro del plano, y σ_{12} es la tensión tangencial en el plano. El criterio de fallo se complementa con un modelo de

degradación basado en la disipación de energía. Los valores de resistencia y el parámetro que controla la evolución del daño son: $Y_t = 61 \text{ MPa}$, $S = 94 \text{ MPa}$ y $G_{Yt} = 0.256 \text{ N}\cdot\text{mm}/\text{mm}^2$.

$$\left(\frac{\sigma_{22}}{Y_t}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{12}}{S}\right)^2 = 1, \quad (\sigma_{22} > 0) \quad (2)$$

4.3. Algoritmo de control

Uno de los principales problemas que se presenta en el estudio del ensayo ILTS es la dificultad de obtener información durante la primera delaminación. Esto se debe a la naturaleza del ensayo y al tipo de control que se aplica. Para explicarlo, se presenta la Figura 3 donde se muestran cualitativamente tres tipos de ensayos. Los tres empiezan siguiendo en el mismo camino marcado en negro, después se produce el fallo, y a partir de entonces, siguen caminos diferentes. Cada ensayo utiliza un tipo de control distinto. En azul y rojo se muestran los dos tipos de control más usados en los ensayos experimentales. Desde el punto de vista numérico, lo equivalente sería definir condiciones de contorno en carga o en desplazamiento. Tanto el utillaje, como el método de Newton-Raphson utilizan incrementos de una variable y, por tanto, en cada tipo de control la variable que se controla varía de forma monótona.

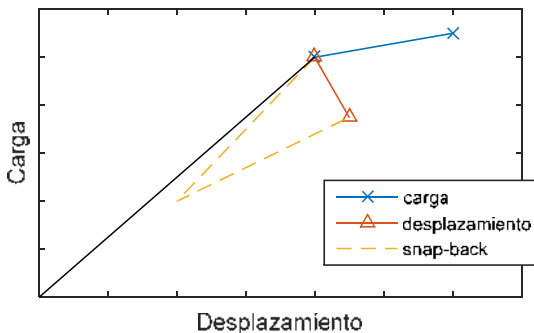


Figura 3. Carga respecto del desplazamiento para tres casos modelo.

Para obtener la evolución completa del ensayo ILTS se necesitaría seguir una curva similar a la amarilla. Esto es debido a que cuando se produce daño, la probeta se flexibiliza y disminuye la carga aplicada en los rodillos y su desplazamiento. Produciéndose una inestabilidad tipo *snap-back*. Si se utilizase un control en desplazamiento, se perderían aquellos puntos intermedios en los que el desplazamiento fuese menor al desplazamiento de fallo. La pérdida de estos puntos en una simulación del ensayo ILTS significa pasar del inicio del fallo a la delaminación de varias interfases en un incremento. En un ensayo experimental, este proceso es casi instantáneo, y solo es posible comprobar qué ocurre con cámaras de alta velocidad. No obstante, esto no permite un análisis en profundidad.

El algoritmo de control propuesto por Martínez-Pañeda en [19], permite resolver estos problemas de

convergencia asociados al *snap-back*. La idea del algoritmo es captar la reducción simultánea de la carga y el desplazamiento en el contorno remoto encontrando una variable que crezca de forma monótona durante toda la simulación, de forma que la variable monótona es la entrada del algoritmo, y la carga en el contorno remoto se obtiene como salida de la solución de equilibrio.

4.4. Casos resueltos

Se han resuelto dos casos diferentes:

- Caso 1: no se permite el fallo intralaminar mediante el criterio de Hashin. El único fallo admisible es por delaminación mediante el fallo de la interfase LEBIM. Por tanto, el único mecanismo de fallo es el *unfolding* tradicional.
- Caso 2: se permite el fallo intralaminar y la delaminación y, por tanto, tanto el fallo por *unfolding* tradicional como por *unfolding* inducido son posibles. Se espera que la simulación capte el mecanismo de *unfolding* inducido, debido a la secuencia de apilado que se ha elegido.

RESULTADOS

En la Figura 4 se muestra la variable de daño de la interfase LEBIM de la situación final del Caso 1. Al no permitir el fallo intralaminar, se producen delaminaciones debido a que se alcanza la máxima tensión normal interlaminar. Esta tensión tiene una distribución cuadrática, y alcanza su máximo en la zona central, por lo que las interfases centrales presentan el mismo valor aproximadamente. Esta es la razón de que se produzcan delaminación en tres interfases casi de forma simultánea.

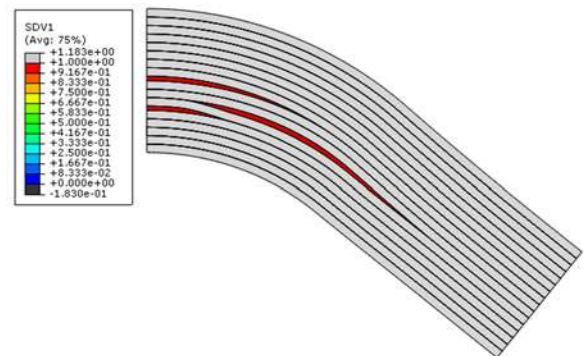


Figura 4. Variable de daño de la interfase LEBIM en la situación final del Caso 1.

En la Figura 5 se muestra un detalle del daño intralaminar en la situación final del Caso 2. Se observan unas características columnas en las dos láminas orientadas a 90° más interiores. Aunque la distribución de la variable que indica si se cumple el criterio de fallo sea relativamente uniforme, el daño se propaga de forma localizada en estas columnas. En la columna más cercana al centro de la zona curva es donde se produce primero el fallo intralaminar, e inmediatamente comienza la

delaminación, que se propaga hacia la zona recta de la probeta. La delaminación se produce en la interfase inmediatamente adyacente interior a la primera lámina a 90°.

En la Figura 6 se representa el momento aplicado en el extremo derecho de la probeta frente a su giro para ambos casos. Las dos curvas coinciden hasta que comienza la degradación en las láminas 3 y 4 en el Caso 2, en torno a los 6600 N·mm, lo que produce que la probeta se flexibilice y la curva roja caiga. Tras llegar al valor máximo, comienzan las delaminaciones y la curva vuelve aproximadamente por el mismo camino, o lo que es lo mismo, una inestabilidad tipo *snap-back*. En el Caso 1 se ha simulado un tiempo mayor y finalmente la curva se aleja de la zona elástico-lineal. En el Caso 2 la convergencia es más problemática, especialmente cuando la grieta avanza hasta una nueva columna donde se ha producido el fallo intralaminar. Por ello se ha simulado un tiempo menor, aunque el comportamiento final debería ser similar.

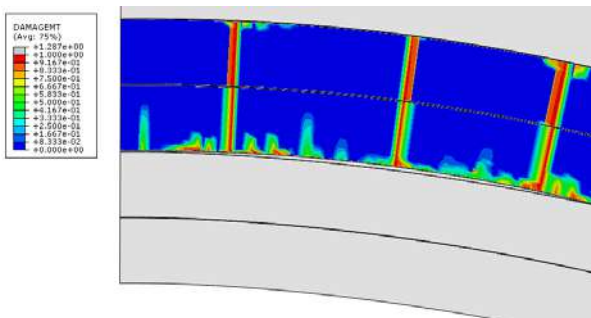


Figura 5. Imagen de la delaminación y la degradación al final de la simulación.

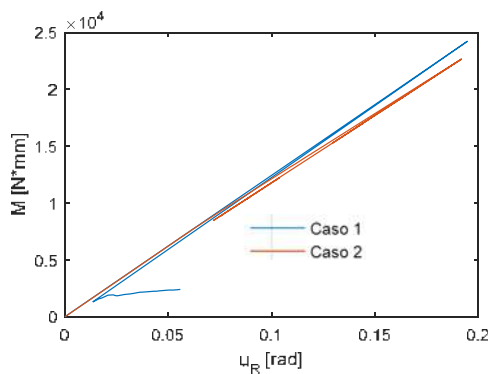


Figura 6. Momento total frente al giro del MPC para ambos casos.

Al haber elegido un laminado que maximiza la carga de fallo interlaminar respecto del fallo intralaminar, se esperaría una carga de fallo mayor para el Caso 1. En la Figura 6 apenas se observa la diferencia porque no se ha ejecutado ninguna iteración cercana a dicho máximo. No obstante, resultados preliminares muestran que imponiendo iteraciones de paso más pequeño se puede obtener el valor exacto del máximo. Otra forma sencilla de obtener el valor máximo de la carga es no aplicar el

algoritmo de control, de forma que la simulación se para en el máximo debido a problemas de convergencia. En la Tabla 1 se muestra el giro y el momento en el instante de la delaminación si no se aplica el algoritmo (o si se aplica y se tienen pasos más pequeños). Se puede comprobar que realmente la carga de fallo para el *unfolding* inducido es sustancialmente más pequeña, y por tanto hay que tener en cuenta este mecanismo de fallo para un correcto dimensionado.

Tabla 1. Giro y momento en el instante en el que se genera la primera delaminación.

Caso	u_R [rad]	M [N mm]
Caso 1	0.287	$3.57 \cdot 10^4$
Caso 2	0.242	$2.84 \cdot 10^4$

En la Figura 7 se muestra el momento aplicado respecto a la apertura vertical de los labios de la grieta para el Caso 2. Además, se detallan ciertos hitos que ocurren durante el proceso de carga, antes del fallo. En primer lugar, a los 6.600 N·mm aparece el primer elemento dañado por el criterio de Hashin debido a tracción en la matriz. A continuación, a los 9.346 N·mm el elemento más dañado se encuentra al 90% del daño. A los 16.190 N·mm se daña al 100% un elemento por el criterio de Hashin. A los 20.090 N·mm aparece el primer elemento LEBIM dañado, y a los 22.680 N·mm se daña el segundo elemento. Inmediatamente después, ocurre una delaminación inestable.

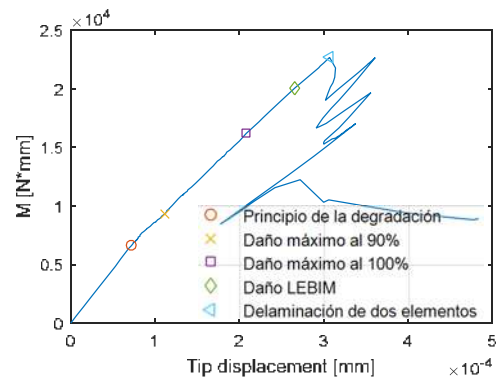


Figura 7. Momento frente a la apertura de los labios de la grieta para el Caso 2.

Esta secuencia demuestra que el daño en la matriz aparece para una carga relativamente baja y llega rápidamente al 90%. Aproximadamente al doble de carga ocurre el primer elemento de interfase dañado, y poco después comienza la delaminación.

CONCLUSIONES

En este trabajo se estudia un modelo numérico bidimensional del ensayo ILTS en el que se aplican dos casos: *unfolding* tradicional y *unfolding* inducido. Esto se consigue considerando la delaminación con la interfase

LEBIM y fallo intralaminar con el criterio de Hashin. Además, se aplica un algoritmo de control para evitar los problemas de convergencia habituales en fallos abruptos.

Se ha obtenido que el caso más crítico para el laminado considerado es el *unfolding* inducido. Existen dos métodos para identificar qué mecanismo de fallo ha iniciado el proceso. La primera es observando dónde se producen las delaminaciones, en *unfolding* inducido aparecen en la zona interior y en el tradicional en la zona central. La segunda es atendiendo a la carga de fallo, puesto que puede ser considerablemente diferente.

Este trabajo se puede considerar como un estudio preliminar del mecanismo de fallo. Para que el estudio sea concluyente, se pretende incluir contacto en el modelo, para así poder comparar los resultados con los ensayos experimentales, en cuyo caso, habría que considerar el efecto de *waving* [20]. Además, se pretende realizar un modelo 3D para tener en cuenta también los efectos tridimensionales. Se ha comprobado que en deformación plana el modelo presenta menos problemas de convergencia, y dado que el modelo 3D se parece más a deformación plana, es potencialmente posible su solución.

AGRADECIMIENTOS

Esta Investigación ha sido financiada por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades y el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (Proyectos MAT2016-80879-P y PGC2018-099197-B-I00), La Consejería de Economía y Conocimiento de la Junta de Andalucía (Proyectos US-1265577, P18-FR-3855 y P18-FR-1928) y El Programa Operativo FEDER Andalucía 2014-2020: Acciones de transferencia del conocimiento (Proyecto AT17-5908-USE).

REFERENCIAS

- [1] S.G. Lekhnitskii, S.W. Tsai, T. Cheron. Anisotropic Plates, Gordon and Breach Science Publishers, 1968.
- [2] K.T. Kedward, R.S. Wilson, S.K. Mclean. Flexure of simply curved composite shapes, *Composites* 20 (1989) 527-536.
- [3] W.L. Ko, R.H. Jackson. Multilayer theory for delamination analysis of a composite curved bar subjected to end forces and end moments, in: NASA Technical Memorandum 4139, 1989.
- [4] J.M. González-Cantero, E. Graciani, F. París, B. López-Romano. Semi-analytic model to evaluate non-regularized stresses causing unfolding failure in composites, *Compos. Struct.* 171 (2017) 77-91.
- [5] J.M. González-Cantero, E. Graciani, F. París, B. López-Romano, D. Meizoso-Latova. Semi-analytic solution of non-regularized unfolding stresses in composite beams employing a series approximation based on Legendre polynomials, in: *Proceedings of ICCM20*, 2015. Copenhagen, Denmark.
- [6] M.R. Wisnom, G.F.J. Hill, M.I. Jones. Through thickness failure prediction of composite structural elements, in: *Proceedings of ICCM13*, 2001 (Beijing, China).
- [7] ASTM D 6415/D 6415M - 06a. Standard Test Method for Measuring the Curved Beam Strength of a Fibre-reinforced Polymer-matrix Composite, ASTM, 2007.
- [8] T. Edwards, J. Thompson. Spar corner radius integrity for the A400M wing, *Appl. Mech. Mater.* 3-4 (2005) 197-202.
- [9] J.M. González-Cantero, E. Graciani, B. López-Romano, F. París. Competing mechanisms in the unfolding failure in composite laminates, *Composites Science and Technology* 156 (2018) 223-230.
- [10] C.T. Sun, S.R. Kelly. Failure in composite angle structures. Part I: initial failure, *J. Reinforc. Plast. Compos.* 7 (3) (1988) 220-232.
- [11] C.T. Sun, S.R. Kelly. Failure in composite angle structures. Part II: onset of delamination, *J. Reinforc. Plast. Compos.* 7 (3) (1988) 233-244.
- [12] R.H. Martin, W.C. Jackson, Damage prediction in cross-ply curved composite laminates, in: NASA Technical Memorandum 104089, 1991.
- [13] C. Huchette, T. Vandellos, F. Laurin. Damage Growth in Aerospace Composites (chapter 5), Springer, (2015) 107-140.
- [14] P. L. Zumaquero, E. Graciani, J. Justo. Fallo por unfolding en laminados curvos de material compuesto: campaña de ensayos y análisis tensional, *Anales de Mecánica de la Fractura* 36 (2019) 273-278.
- [15] J.A. Almagro, E. Graciani, L. Távara. Modelado 3D de la delaminación de laminados curvos de material compuesto causada por tensiones interlaminares, *Anales de Mecánica de la Fractura* 36 (2019) 261-266.
- [16] P. Journoud, C. Bouvet, B. Castanié, F. Laurin, L. Ratsifandrihana. Experimental and numerical analysis of unfolding failure of L-shaped CFRP specimens, *Compos. Struct.* 232 (2020) 111563.
- [17] J. Guzmán. Estudio de la propagación de fallo en probetas del ensayo ILTS mediante modelos MEF 3D e interfase frágil, Trabajo Fin De Máster. Universidad de Sevilla (2019).
- [18] V. Mantic, L. Távara, A. Blázquez, E. Graciani, F. París. A linear elastic-brittle interface model: application for the onset and propagation of a fibre-matrix interface crack under biaxial transverse loads, *Int J Fract* 195 (2015) 15-38.
- [19] E. Martínez-Pañeda, S. del Busto y C. Betegón. Non-local plasticity effects on notch fracture mechanics, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 92 (2017) 276-287.
- [20] Patricia Lucía Zumaquero, Jesús Justo, Enrique Graciani. On the Thickness Dependence of ILTS in Curved Composite Laminates, *Key Engineering Materials* 774 (2018) 523-528.

ESTIMATING FATIGUE LIMITS OF NOTCHED COMPONENTS OF ARBITRARY SHAPE AND SIZE BY FEM COMBINED WITH A SHORT CRACK GROWTH MODEL

J.A. Balbín*, V. Chaves, A. Navarro

Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad de Sevilla.
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092. Sevilla-España
* Persona de contacto: jbalbin@us.es

RESUMEN

Se describe una técnica numérica eficiente que combina el método de elementos finitos con un modelo de crecimiento de grietas pequeñas para estimar los límites de fatiga de componentes de tamaño arbitrario y que contienen entallas de formas arbitrarias. El modelo de crecimiento de grieta pequeña considera las interacciones de la grieta con elementos microestructurales, tales como los límites de grano, que impiden o incluso detienen por completo su propagación. La solución del modelo de elementos finitos se utiliza para introducir en el modelo de grieta pequeña el campo de tensión, producido por la entalla, a través del cual debe crecer la grieta. Se utiliza una formulación alterna para iterar entre la solución para la grieta en el plano infinito, modelado mediante una apropiada distribución de dislocaciones, y la solución de tensión para el componente entallado tamaño finito. Se proporciona una descripción detallada del método, junto con varios ejemplos para mostrar su efectividad.

PALABRAS CLAVE: Grieta, Entalla, Fatiga, Elementos Finitos, Dislocaciones.

ABSTRACT

We describe an efficient numerical technique combining the finite element method with a short crack growth model to estimate fatigue limits of components of arbitrary size and containing notches of arbitrary shapes. The short crack growth model accounts for the interactions of the crack with microstructural features, such as grain boundaries, which impede or even completely stop its propagation. The finite element model solution is used to bring into the short crack model the particular notched stress field through which the crack must grow. An alternating formulation is used to iterate between the solution for the crack in the infinite plane, as modelled by appropriate distributions of dislocations, and the stress solution for the finitely sized notched component. A detailed description of the method is provided, along with several examples to show its effectiveness.

KEYWORDS: Crack, Notch, Fatigue, Finite Elements, Dislocations.

1. INTRODUCCIÓN

La aplicación de carga cíclica sobre un componente mecánico puede provocar en la aparición de grietas por el proceso de fatiga. Además, es muy común que estos componentes mecánicos contengan irregularidades geométricas tales como cambios de sección, agujeros, ranuras o marcas de mecanizado, a las que comúnmente se llama entallas. Por ello, existe un amplio número de autores que han dedicado parte de su trabajo al estudio de las entallas y su efecto en el proceso de fatiga con el objetivo de proporcionar métodos para estimar la resistencia a fatiga [1-3]. En el presente trabajo se ha seguido el modelo microestructural de Navarro y De los Ríos [4,5] (modelo NR de ahora en adelante). Este modelo describe la grieta mediante una distribución de

dislocaciones y usa el diagrama Kitagawa-Takahashi para evaluar la resistencia macroscópica del material a través de la resistencia de las diferentes barreras microestructurales. Chaves et al. [6] desarrolló una técnica para aplicar el modelo NR a sólidos con entalla estableciendo dislocaciones en el contorno de la entalla y la grieta. Sin embargo, no todas las geometrías de entalla pueden ser analizadas con esta técnica, ya que las ecuaciones que rigen el modelo dependen directamente del perfil del concentrador de tensiones y sólo existe solución conocida para muy pocas geometrías. Por tanto, si se desea estudiar diferentes tipos de entalla puede que la resolución del modelo se vuelva demasiado compleja. Debido a esto anterior, el objetivo de este trabajo es crear una herramienta híbrida que pueda calcular la resistencia a fatiga de sólidos con diferentes geometrías de entalla a

través del modelo microestructural NR. Para ello los autores se han basado en el *Método Alternante de Elementos Finitos* propuesto por Kullgren et al [7] que consiste en la descomposición de un problema complejo en diferentes subproblemas para conseguir la solución al problema original de una forma iterativa hasta hallar la convergencia. Para ello, se hará uso de modelos de elementos finitos con el fin de analizar la concentración de tensiones producida por la entalla con el objetivo de calcular la resistencia a fatiga del componente entallado mediante el modelo NR aplicando ese gradiente de tensiones a la grieta. Esta técnica permite analizar cualquier tipo de geometría de sólido y entalla debido a que se simplifica el problema a casos que poseen solución conocida. A continuación, se muestra una descripción detallada de la técnica propuesta, así como varios ejemplos para demostrar su utilidad.

2. MODELO MICROESTRUCTURAL DE GRIETA PEQUEÑA

Los autores Navarro y De los Ríos desarrollaron un modelo microestructural (modelo NR) para describir el crecimiento de grietas en sólidos sometidos a carga cíclica [4,5]. Según el modelo, la grieta nace en el interior de un grano y se propaga hasta la primera barrera microestructural (borde de grano, por ejemplo). La grieta no continúa su crecimiento hasta que la tensión local producida en la barrera sea lo suficientemente alta como para superar dicha barrera. Cuando esto sucede, la grieta se propaga rápidamente a través del segundo grano hasta la siguiente barrera dónde vuelve a quedar detenida de nuevo. Este proceso se repite en todas y cada una de las diferentes barreras.

El modelo NR realiza la representación de la grieta pequeña y su zona plástica asociada, creciendo a través de la microestructura del material, mediante una distribución continua de dislocaciones [8]. Con objetivo de entender el razonamiento del modelo NR, considérese el caso más simple definido por una grieta creciendo en un medio infinito y sometido a una tensión cíclica σ en Modo I y definida por una distribución de dislocaciones con vector de Burgers b_y . Se supone que la grieta ya se ha propagado por varios granos y se encuentra bloqueada en las barreras microestructurales tal y cómo se observa en la figura 1. La longitud de la grieta es $2a$, dónde $a = iD/2$ es la longitud de la grieta definida mediante el tamaño medio de grano del material, D . La variable i representa el número de granos que abarca la grieta y toma valores $i = 1,3,5, \dots$ La longitud de la barrera se denomina r_0 y su tamaño es aproximadamente igual a la longitud típica de un borde de grano ($r_0 \ll D$) [9]. Por tanto, la longitud total de la grieta más las dos barreras se define como $2c$, con $n = a/c$. Las variables x y ξ son usadas para definir la posición de las dislocaciones a lo largo de la línea de la grieta.

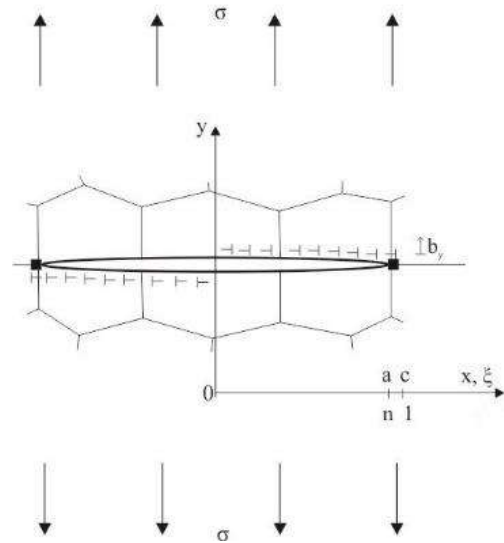


Figura 1. Grieta representada mediante dislocaciones.

La expresión que determina la condición de equilibrio de dislocaciones en la grieta es una integral con una singularidad de tipo Cauchy:

$$A \int_{-c}^c f(\xi) K(x, \xi) d\xi + (\sigma_y(x) - \sigma_f) = 0 \quad (1)$$

dónde A es una constante del material. $f(\xi)$ es la función de distribución de dislocaciones incógnita. $K(x, \xi)$ es el Kernel de la ecuación y representa la fuerza entre dos dislocaciones situadas en x y ξ , y su expresión es conocida para este ejemplo, $K(x, \xi) = 1/(x - \xi)$. La tensión sobre la línea de la grieta es $\sigma_y(x)$, siendo en este caso $\sigma_y(x) = \sigma$. Por último, σ_f corresponde a la resistencia al movimiento de dislocaciones, siendo su valor igual a cero en la grieta e igual a σ_3^i en cada barrera i . Después, se puede obtener una condición de existencia [10] que establece una relación entre la tensión aplicada remota al sólido y la tensión en la barrera σ_3^i .

$$\sigma_3^i = \frac{\pi}{2 \cos^{-1}(n)} \sigma \quad (2)$$

Según el modelo NR, el límite de fatiga de un componente sin concentrador de tensión, σ_{FL} , se define como la tensión externa mínima que es necesario aplicar para que la grieta supere la primera barrera. Por tanto, si se introduce σ_{FL} en la ecuación 2, la resistencia opuesta por la primera barrera se define como:

$$\sigma_3^{1*} = \frac{\pi}{2 \cos^{-1}(n)} \sigma_{FL} \quad (3)$$

Las resistencias que oponen la segunda y sucesivas barreras pueden ser calculadas con la ecuación 3 introduciendo la tensión σ_{Li} . Esta tensión σ_{Li} hace referencia a la tensión mínima necesaria para que la grieta se propague al siguiente grano y se obtiene del

diagrama de Kitagawa-Takahashi del material para una grieta de longitud $a=iD/2$ [11].

$$\sigma_3^{i*} = \frac{\pi}{2 \cos^{-1}(n)} \sigma_{Li} \quad (4)$$

En caso de no disponer del diagrama de Kitagawa-Takahashi, las tensiones σ_{Li} puede aproximarse usando la expresión propuesta por Vallellano et al. [12]:

$$\sigma_{Li} = \sigma_{FL} \frac{\sqrt{a_0}}{[(iD/2)^j + a_0^j + (D/2)^j]^{1/2j}} \quad (5)$$

Dónde el parámetro $a_0 = (K_{th}/\sigma_{FL})^2/\pi$ es la distancia crítica definida por El Haddad [13] y K_{th} es el umbral de grieta pequeña. Vallellano propuso utilizar $j = 2.5$ para obtener aproximaciones válidas en un amplio rango de materiales [12].

3. MODELO ITERATIVO PROPUESTO

El objetivo del presente trabajo es calcular la resistencia a fatiga de sólidos con entalla de cualquier tamaño y forma. Para conseguirlo, se hará uso del modelo microestructural NR y del método de elementos finitos combinándolos de forma iterativa. La técnica propuesta se basa en el método alternante de elementos finitos propuesto por Kullgren et al. [7], el cual fue diseñado para evaluar factores de intensidad de tensiones en grietas elípticas naciendo de agujeros en placas y cuya base matemática es el denominado método de Schwarz-Neumann.

El problema original a resolver es el de un sólido de geometría real en el que una grieta se propaga debido al efecto de la aplicación de una carga cíclica. La propuesta de este trabajo consiste en la división de este problema real en dos escenarios más simples para realizar una superposición iterativa de las soluciones a esos dos escenarios. Es decir, una vez resuelto un escenario, la solución obtenida corresponderá a las condiciones de contorno iniciales que son necesarias para resolver el otro escenario. Así, este proceso se repite hasta conseguir la convergencia. Para llevar a cabo este método, el problema de sólido entallado de geometría real sometido a carga de fatiga, denominado problema original, queda dividido en los escenarios 1 y 2, tal y cómo se muestra en la figura 2.

El escenario 1 representa un sólido de geometría real, sin grieta, bajo una carga aplicada (pudiendo no ser uniforme). El escenario 2 corresponde al caso de una grieta presente en un medio infinito que interactúa con la microestructura del material. La solución al problema real pasa por realizar la superposición de las soluciones de ambos escenarios de una forma iterativa mediante un algoritmo.

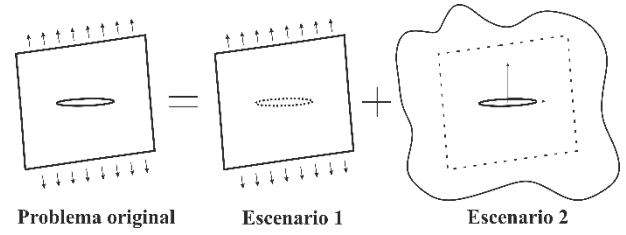


Figura 2. Descomposición del problema real en escenarios más simples.

La precisión del resultado alcanzado depende directamente del número de iteraciones realizadas. A continuación, se detalla el proceso propuesto.

En primer lugar, se resuelve el escenario 1 haciendo uso de cualquier software comercial de cálculo por elementos finitos. En este caso, se necesita extraer el gradiente de tensiones elásticas que actúa sobre la línea de grieta ficticia tras la aplicación de una tensión externa al sólido, que es la tensión a la que está sometida el problema original.

Seguidamente se resuelve el escenario 2, mediante el modelo NR, descrito por una grieta en medio infinito que se propaga a través de la microestructura del material. El gradiente de tensiones calculado en el paso anterior es uno de los parámetros necesarios para resolver el equilibrio de dislocaciones en la grieta, definido en la ecuación 1. Es importante resaltar que este problema posee solución analítica conocida, de ahí la ventaja de este método. Para obtener la solución al problema se hace uso de la técnica descrita por chaves [9], por la que la integral singular de equilibrio de dislocaciones (ecuación 1) se transforma en un sistema de ecuaciones algebraicas obteniéndose el valor de las incógnitas de función de distribución de dislocaciones $f(\xi)$ y tensión en la barrera σ_3^j para cada una de las longitudes de grieta. Después, se calculan las tensiones producidas por la grieta en los puntos pertenecientes al contorno ficticio del sólido del problema original aplicando las correspondientes funciones de influencia, G , según las expresiones siguientes [14]:

$$\sigma_{mn}(x, y) = \frac{2\mu}{\pi(\kappa + 1)} \int_{-c}^c f(\xi) G(x, y, \xi) d\xi \quad (6)$$

dónde $m, n = x, y$. El módulo de elasticidad está representado por μ , y κ es la constante de Kolosov. Llegados a este punto terminaría la primera iteración.

Una vez calculadas estas tensiones sobre el contorno del componente, deben ser restadas a las del problema original para resolver de nuevo el escenario 1 y así comenzar con la iteración 2. El proceso descrito se repite enlazando las resoluciones de los escenarios 1 y 2 hasta que se alcance la convergencia. El parámetro de tensión

local en la barrera σ_3^i es el utilizado para estudiar la precisión obtenida en cada iteración con respecto a la anterior. Una vez conseguida la convergencia, todo el proceso se repite para las sucesivas longitudes de grieta.

Entre las ventajas que tiene esta técnica, la más importante es que se puede estudiar cualquier geometría de sólido. Además, el análisis elástico del sólido en el escenario 1 resulta sencillo porque no existe grieta, por lo que no se tiene en cuenta la plasticidad en el borde de grieta. Por último, y no menos importante, la malla de la geometría, necesaria para resolver el problema del escenario 1 mediante elementos finitos, no tiene que ser modificada con el aumento de la longitud de grieta.

3.1. Cálculo del límite de fatiga

Debido a la descomposición del problema en varios escenarios, la tensión en la barrera que se extrae de los cálculos de cada resolución del escenario 2 corresponde al cuerpo entallado, $\sigma_3^{i,N}$. Al igual que en el caso de una grieta en medio infinito, la tensión externa que es necesario aplicar al sólido entallado del problema original para superar la barrera i , σ_{Li}^N , tienen relación mediante la ecuación 4. Por tanto, el límite de fatiga de un sólido entallado, σ_{FL}^N , se define como la tensión máxima de todas las σ_{Li}^N calculadas para cada longitud de grieta.

$$\sigma_{FL}^N = \max\{\sigma_{Li}^N\} \quad (7)$$

RESULTADOS

En esta sección se muestran las estimaciones de resistencia a fatiga para dos geometrías de entalla. Una de las geometrías se refiere a una placa plana con doble entalla en V y la otra a una barra cilíndrica con entalla circunferencial de perfil semicircular.

La geometría de las placas entalladas en V hace referencia a las probetas ensayadas por Frost [15], hechas de un acero al carbono cuyas propiedades mecánicas se detallan en la tabla 1. La placa posee un ancho 63.5 mm y el ángulo de la entalla es de 55°. Todas las entallas tienen una profundidad igual a 5.08 mm y el radio de fondo de entalla varía entre 0.1 mm y 7.62 mm. Las estimaciones realizadas con el método iterativo propuesto en este trabajo se han comparado con los resultados experimentales de Frost y con las estimaciones realizadas con la técnica del método del punto de Taylor [16] y la propuesta de Chaves et al. [6]. El método del punto, es el más simple de los métodos de distancia crítica desarrollados por Taylor y evalúa la resistencia a fatiga en presencia de una entalla a partir de una determinada distancia crítica medida desde la raíz de la entalla. Esta distancia crítica es igual a $L/2 = 0.04$ mm para el material analizado. La propuesta de Chaves [6], basada en el modelo NR, consiste en establecer

dislocaciones en el perfil de la entalla y en la grieta, ya que son las zonas donde deben cumplirse las condiciones de contorno.

En la figura 3 se han incluido los resultados experimentales de Frost [15] y las estimaciones teóricas obtenidas con los métodos mencionados en el párrafo anterior y con la técnica iterativa descrita en el presente trabajo. Los resultados experimentales y teóricos de límite de fatiga del sólido entallado están representados con respecto al factor de concentración de tensiones K , típica representación del diagrama de Frost. Los puntos hacen referencia a los datos experimentales y los diferentes tipos de líneas a las estimaciones teóricas de los tres métodos. La figura 3 muestra como la metodología iterativa desarrollada en este trabajo es capaz de representar fielmente la idea del diagrama de Frost. Es decir, en la zona de entallas muy agudas la resistencia a fatiga se mantiene prácticamente invariable por mucho que aumente el factor de concentración de tensiones, verificándose mediante su representación casi horizontal. En la zona de entallas más romas, se aprecia un descenso acusado de la resistencia a fatiga conforme se reduce el radio de fondo de entalla o, dicho de otro modo, conforme el factor de concentración de tensiones aumenta. Además, las estimaciones realizadas con el método propuesto aquí se aproximan a los resultados experimentales aportados por Frost [15] y a los resultados obtenidos usando la técnica de Chaves et al. [6].

Por otro lado, se han realizado las estimaciones de límite de fatiga de la geometría correspondiente a una barra cilíndrica con entalla circunferencial de perfil semicircular, geometría analizada en un trabajo anterior [17]. El material estudiado para esta geometría es el acero inoxidable comercial AISI 304L y sus propiedades mecánicas están detalladas en la tabla 2. Las barras tienen un diámetro de 8 mm y los radios de fondo de entalla, r , analizados varían entre 0.2 y 1.0 mm. La profundidad de la entalla es igual al radio de fondo de entalla en cada caso.

De nuevo, los resultados de resistencia a fatiga obtenidos con la técnica desarrollada en este trabajo se han comparado con las estimaciones teóricas obtenidas con el método del punto de Taylor, además de los ya conocidos métodos de Neuber [1] y Peterson [18]

Tabla 1. Propiedades mecánicas del acero al carbono [15].

Límite de fatiga, σ_{FL}	202 MPa
Tensión de rotura, σ_{UTS}	435 MPa
Umbral de crecimiento de grieta pequeña, K_{th}	6.5 MPa \sqrt{m}

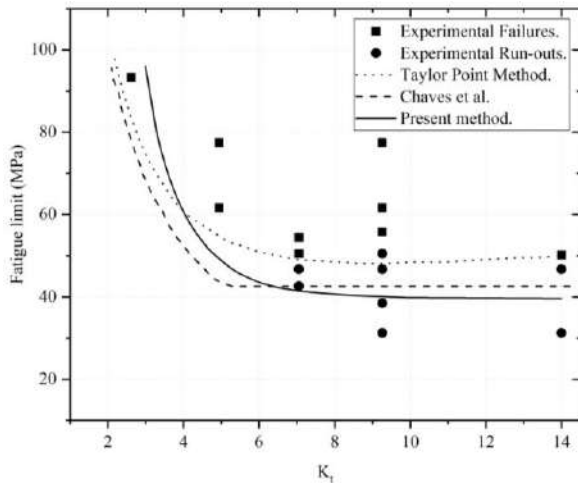


Figura 3. Límites de fatiga para el caso de entalla en V.

En la figura 4 se ha representado el límite de fatiga del sólido entallado frente al radio de entalla adimensionalizado con el tamaño medio de grano del material. Los valores de resistencia a fatiga obtenidos con la metodología aquí propuesta están representados por puntos individuales y las estimaciones realizadas con el resto de métodos se han representado mediante diferentes tipos de líneas.

Se aprecia como los resultados obtenidos mediante la metodología iterativa entre el modelo NR y los elementos finitos poseen la misma tendencia y se encuentran próximos a las estimaciones realizadas con los otros métodos representados. Es en la zona de radios de entalla pequeños donde existe una mayor diferencia entre los diferentes métodos comparados y se debe a la variación que existen entre el valor del factor de concentración de tensiones calculado por cada método en cada tamaño de entalla, tal y como se describe en un trabajo previo [17].

Sin embargo, conforme aumenta el radio de entalla, estas diferencias disminuyen considerablemente. En cuanto al valor de límite de fatiga, éste disminuye conforme aumenta el radio de entalla hasta alcanzar un mínimo. A partir de ese punto, de nuevo aumenta ligeramente con el radio de entalla. Se observa como la formulación iterativa descrita aquí sigue la tendencia de las predicciones realizadas con las otras técnicas.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del acero AISI 304L [17].

Límite de fatiga, σ_{FL}	316 MPa
Tensión de rotura, σ_{UTS}	654 MPa
Umbral de crecimiento de grieta pequeña, K_{th}	7.4 MPa \sqrt{m}

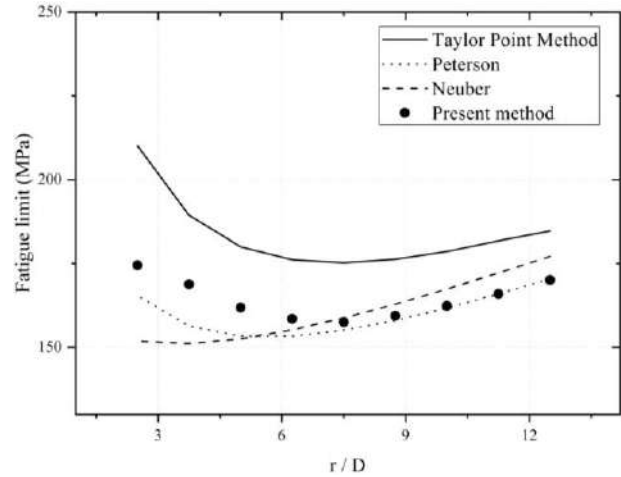


Figura 4. Límites de fatiga para el caso de entalla semicircular.

CONCLUSIONES

Este documento describe una herramienta, basada en la representación de una grieta mediante distribución de dislocaciones, para evaluar la resistencia a fatiga de componentes con entallas superficiales.

La descomposición de un problema real complejo en otros casos más simples mediante la combinación del modelo microestructural NR y el método de elementos finitos aporta estimaciones similares a otros métodos clásicos como los basados en la distancia crítica. La principal ventaja es que se puede analizar cualquier tipo de geometría de entalla sin necesidad de disponer de soluciones analíticas conocidas para cada caso particular.

Se han realizado comparaciones con resultados experimentales y métodos presentes en la literatura para diferentes geometrías de entalla.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Economía y Competitividad del Gobierno de España por la financiación del proyecto DPI2017-84788-P y a la Junta de Andalucía por el proyecto P18-FR-4306.

REFERENCIAS

- [1] H. Neuber, Kerbspannungslehre. Berlin; Heidelberg: Springer Verlag, 1937 (Trans. into English as Theory of notches stresses. Ann Arbor, MI: J. W. Edwards, 1946).

- [2] P. Lukás, L. Kuzk, B. Weiss, R. Stickler, Non-damaging notches in fatigue. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials* (1986) 9: 195-204.
- [3] D.L. DuQuesnay, M.T. Yu, T.H. Topper, The effect of notch radius on the fatigue notch factor and the propagation of short cracks. In: Miller KJ, de los Rios ER, editors. *The behaviour of short fatigue cracks* (1986). London: Mechanical Engineering Publications; 323–35.
- [4] A. Navarro, E.R. De los Ríos, An alternative model of the blocking of dislocations at grain boundaries. *Philosophical Magazine* (1988) 57: 37–42.
- [5] A. Navarro, E.R. De Los Ríos, Fatigue crack growth modelling by successive blocking of dislocations". *Proceedings of the Royal Society* (1992) 437 (1900): 375-390.
- [6] V. Chaves, A. Navarro, Fatigue limits for notches of arbitrary profile. *International Journal of Fatigue* (2013) 48: 68-79.
- [7] T.E. Kullgren, F.W. Smith, G.P. Ganong, Quarter elliptical cracks emanating from holes in plates. *Journal of Engineering Materials and Technology* (1978) 100(2): 144-9.
- [8] B.A. Bilby, A.H. Cottrell, K.H. Swinden, The spread of plastic yield from a notch. *Proceeding of the Royal Society* (1963) 272: 304-14.
- [9] V. Chaves, A. Navarro, Application of a microstructural model for predicting notch fatigue limits under mode I loading". *International Journal of Fatigue* (2009) 31(5): 943-951.
- [10] C. Vallellano, A. Navarro, J. Dominguez, Compact formulation for modelling cracks in infinite solids using distributed dislocations". *Philosophical Magazine* (2002) 82(1): 81-92.
- [11] H. Kitagawa, S. Takahashi, Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage". *Proc. 2nd International Conference of Mechanical Behavior of Materials* (1976): 627-631.
- [12] C. Vallellano, A. Navarro, J. Dominguez, Fatigue crack growth threshold conditions at notches. Part I: theory". *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* (2000) 23(2): 113-121.
- [13] M. E. Haddad, T. Topper, K. Smith, Prediction of non propagating cracks". *Engineering Fracture Mechanics* (1979) 11(3): 573- 584.
- [14] D.A. Hills, P.A. Kelly, D.N. Dai, A.M. Korsunsky, Solution of cracks problems, the distributed dislocation technique. Kluwer Academic Publishers; 1996.
- [15] N.E. Frost, A Relation between the Critical Alternating Propagation Stress and Crack Length for Mild Steel. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* (1959) 173(1): 811–836.
- [16] D. Taylor, *The theory of critical distances: a new perspective in fracture mechanics*. Elsevier; 2007.
- [17] J.A. Balbín, V. Chaves, A. Navarro, Effect of the notch-component relative size on the notch fatigue limit of AISI 304L specimens under push–pull tests. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design* (2019) 54(7–8): 379–389.
- [18] R.E. Peterson, Notch sensitivity, En: *Metal Fatigue* (Sines, G. y Waisman, J. L. editors), McGraw-Hill 1959, New York.

PARAMETRIC STUDY OF FATIGUE CRACK GROWTH

Luís D. C. Ramalho^{1,2,*}, Paulo M. S. T. de Castro²

¹ Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Rua Dr. Roberto Frias, 4200-465, Porto, Portugal

² Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial, Rua Dr. Roberto Frias, 4200-465, Porto, Portugal Portugal

* Persona de contacto: lramalho@inegi.up.pt

ABSTRACT

Systematic parametric studies of fatigue crack propagation laws are not commonly found in the technical literature. Nevertheless, such studies are interesting to make explicit the dependence of fatigue life with the variation of the constants that characterize the mechanical behaviour of the material, such as the Paris law constants, fracture toughness or the applied force/stress.

The parametric studies should contemplate the influence of several important aspects such as the various possible forms of the relationship $K = f(a, \dots)$. As concerns this aspect, while remote loading generally implies K increasing with a , point loading acting upon the crack faces and opening the crack imply that K increases with the reduction of a , assuming the remaining conditions constant. These circumstances led to the interest in broadening existing parametric analyses by including explicit treatment of aspects such as those mentioned above.

It is shown that C and m , the Paris' law parameters, are the most influential on life, followed by a_0 and last by K_c which has a small influence on life. This parametric study should help designers choose appropriate materials for their desired applications by considering their properties and the effect of those properties on fatigue crack propagation life, systematically shown in the communication.

KEYWORDS: Fracture, Fatigue, Micro-tests, Notches

INTRODUCTION

Engineers generally want to have durable structures, but in some applications, like cars and airplanes, they also need to be as lightweight as possible to reduce fuel consumption. Knowledge about fatigue is essential to achieve both those goals simultaneously, because it allows to determine how many loading cycles a given structure can support before it fails.

Fatigue mechanics can be traced back to the XIX century [1] to authors such as Albert [2] and Wohler [3]. Four different approaches can be taken to fatigue, namely, the stress-life ($S - N$) model, the strain life ($\varepsilon - N$) model, the fatigue crack growth model ($da/dN - \Delta K$), and the two stage model which combines the strain model and the crack growth model [4]. The present report focuses on the fatigue crack growth model, which combines the stress intensity factor (K) from Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM), proposed by Irwin [5], with fatigue using Paris' Law [6], [7].

Parametric studies of Paris' law were presented by Mínguez and his colleagues [8], [9]. These studies are interesting to make explicit the dependence of fatigue

life with the variation of the constants that characterize the mechanical behaviour of the material, such as the Paris' law constants and the critical stress intensity factor (K_c). But they do not contemplate the influence of several important aspects such as the various possible forms of the relationship $K = f(a, \dots)$. As concerns the latter aspect, recall that while remote loading generally implies K increasing with a , point loading acting upon the crack faces and opening the crack imply 'ceteris paribus' - i.e. assuming the remaining conditions constant - that K increases with the reduction of a . These circumstances led to the interest in broadening the previous work by [8], [9]. The main aim of this work is to determine the influence of various material parameters in the fatigue life of three different cases, namely, an infinite plate with a central crack subjected to a remote stress loading and an infinite plate under point loading at the crack centre.

FATIGUE

2.1. Infinite Plate Under Stress Loading

Even though crack propagation occurring under fatigue shows some yielding at the crack tip, it is small when compared to monotonic loading, even for materials with

significant plasticity [4], so crack growth in fatigue can be described similarly to Linear-Elastic Fracture Mechanics (LEFM), except on very high loads and low cycle fatigue cases [10]. The stress intensity factor range (ΔK) is defined as follows:

$$\Delta K = Y\Delta\sigma\sqrt{\pi a} \quad (1)$$

Y being the geometry factor of the problem, which is equal to 1 in the infinite plate, $\Delta\sigma$ is the stress range and a is the half-crack length. The critical half-crack size (a_c) is a crack for which K exceeds its critical value (K_c) for a given maximum stress σ_{max} , in the analysed case of $R = 0$ and $\sigma_{max} = \Delta\sigma$. So a_c is defined as:

$$a_c = \frac{K_c^2}{(Y\sigma_{max})^2\pi} \quad (2)$$

In the early 1960s Paris and his colleagues proposed what is now known as Paris' law [6], [7], which relates ΔK to the crack growth rate, being described as follows for the infinite plate problem:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (3)$$

This equation can be integrated for the infinite plate subjected to a remote stress loading. Its final form is commonly written as:

$$N = \frac{1}{\left(\frac{m}{2} - 1\right) C (\Delta\sigma\sqrt{\pi})^m} \left(\frac{1}{a_0^{m/2-1}} - \frac{1}{a^{m/2-1}} \right) = \frac{1}{B} \left(A - \frac{1}{a^M} \right) \quad (4)$$

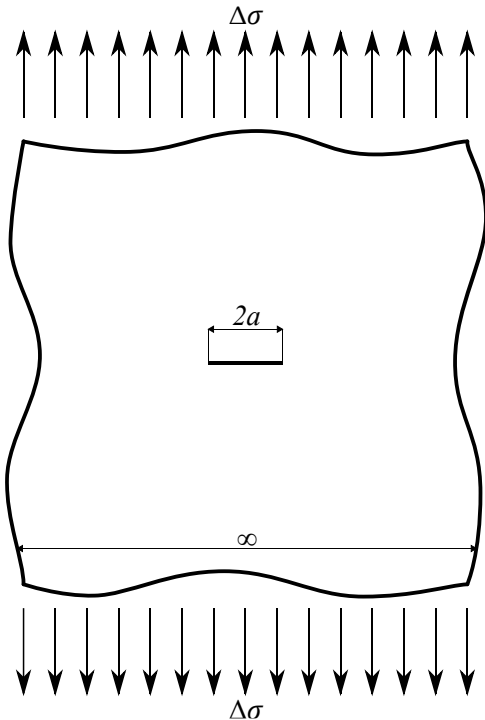


Figure 1. Infinite plate under remote stress loading

Substituting the critical crack size obtained from Eq. (1) into Eq. (4) it is possible to obtain the first critical number of cycles:

$$N_{c1} = \frac{1}{B} \left(A - \frac{1}{a_c^M} \right) \quad (5)$$

This integration can also be written with respect to a after some transformations:

$$a = \frac{1}{(A - BN)^{\frac{1}{M}}} \quad (6)$$

This means that the crack length will tend to infinity when the denominator tends to zero, so the second critical number of cycles is $N_{c2} = A/B$, which can also be considered as the number of cycles needed for the plate to fail, however N_{c1} is always lower than N_{c2} , and in reality a crack cannot propagate until infinity, so N_{c1} is a more correct failure assumption.

2.2. Infinite Plate Under Point Loading

A particular case in fracture mechanics is the infinite plate under point loading whose Westergaard function [11], can be written as [12]:

$$Z = \frac{P}{\pi z} \sqrt{\frac{a^2}{z^2 - a^2}} \quad (7)$$

Considering that the point load is located at the centre of the crack the stress intensity factor in this case can be used to obtain it according to the following equation, [12]:

$$K = \frac{P}{\sqrt{\pi a}} \quad (8)$$

this equation can be used to determine a_c by knowing the material K_c and P_{max} , which is equal to ΔP for $R = 0$ as in the present case:

$$a_c = \frac{P_{max}^2}{K_c^2\pi} \quad (9)$$

By substituting (8) into Paris' law:

$$\frac{da}{dN} = C \left(\frac{\Delta P}{\sqrt{\pi a}} \right)^m \quad (10)$$

Paris' law is then integrated similarly to the previous example to obtain the number of cycles needed to reach a particular crack length:

$$N = \frac{1}{\left(1 + \frac{m}{2}\right) C (\Delta P/\sqrt{\pi})^m} \left(a^{1+\frac{m}{2}} - a_0^{1+\frac{m}{2}} \right) \quad (11)$$

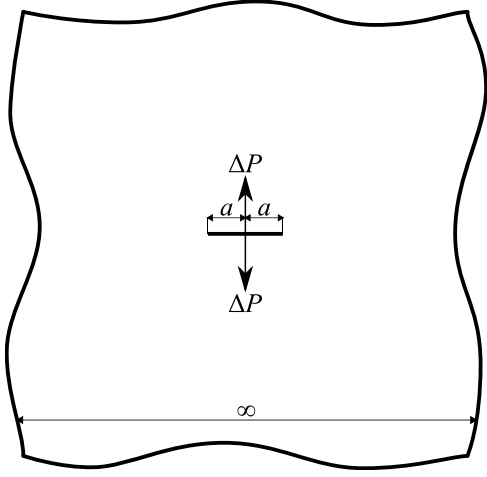


Figure 2. Infinite plate under point loading

PARAMETRIC STUDY

3.1. Infinite Plate Under Stress Loading

In the parametric study conducted for the infinite plate case the default values are: $\Delta\sigma = 100$ MPa; $m = 2.5$ mm/cycle; $C = 1 \times 10^{-11}$; $K_c = 3000$ N/mm^{3/2}; $a_0 = 10$ mm, one at a time, these values were changed to determine which ones have a greater influence on the number of cycles. The choice of default values was made based on the range of material properties of various metals presented in [4], being these values within that range.

The analysis of Figure 3 shows that m has the biggest influence in N_f when compared to the other parameters for high loads, low cycle life. However, C also greatly influences fatigue life, and for lower loads it is more influential than m . For both m and C smaller values result in higher N_f , and the inverse happens for higher values of m and C . This happens because m is the slope of the logarithmic plot of Paris' law [8], a lower slope leads to smaller crack growth rates per cycle, and C is the crack growth rate value close to the origin [8], so if it is lower the crack growth rate will remain lower throughout fatigue life.

In Figure 3 a $\Delta\sigma$ plateau is also visible, if $\Delta\sigma$ is higher than that the plateau the plate supports no load cycles, this plateau is increased by increasing K_c or decreasing a_0 , and it is decreased by the opposite changes to K_c and a_0 . This is due to Eq. (2), by replacing a_c with a_0 and rearranging it is possible to determine the $\Delta\sigma$ at which the plateau occurs ($\Delta\sigma_p$):

$$\Delta\sigma_p = \frac{K_c}{\sqrt{\pi a_0}} \quad (12)$$

which corresponds to a load that implies unstable crack propagation, causing failure after just one load, the monotonic load case. K_c has an influence in the number of cycles before failing only for $\Delta\sigma > 200$ MPa, having minimal effect for loads lower than that.

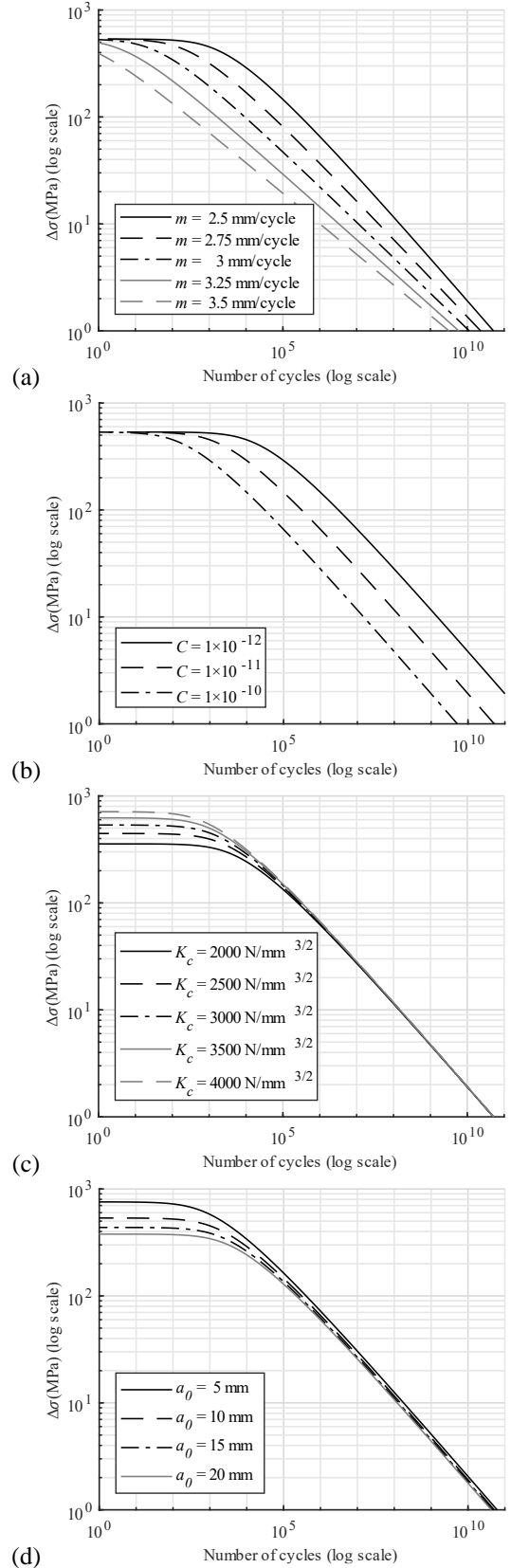


Figure 3. Number of cycles until failure as a function of the stress range, with varying (a) m , (b) C , (c) K_c , (d) a_0

3.2. Infinite Plate Under Point Loading

The second case studied in this work is the infinite plate under a concentrated load at the crack centre. When an infinite plate is subjected to a concentrated load at the crack's centre K tends to decrease with crack size, as shown in Figure 4, made using $P = 2 \times 10^4$ N and $\sigma = 20$ MPa. Therefore, unlike the case of Section 3.1 where after a_c is reached K would continue to increase beyond K_c and the crack propagates in an unstable manner which can be interpreted as complete failure of the plate; in the case of this section, since K decreases with crack length, when everything else remains the same, the interpretation that can be made is that the crack stops propagating unstably when a_c is equal to the K_c of the material, meaning that a_c is in fact the minimum crack length for a given load P and critical stress intensity factor K_c . Beyond a_c the crack grows only due to fatigue according to the Paris law.

In the parametric study conducted for the infinite plate under point loading case the default values are: $\Delta P = 2 \times 10^4$ N; $m = 2.5$ mm/cycle; $C = 1 \times 10^{-11}$; $K_c = 3000$ N/mm^{3/2}; $a_0 = 10$ mm, one at a time, these values were changed to assess their influence in the crack evolution, failure was not determined since this type of loading does not have a well-defined failure criterion. Initially, the difference between considering an arbitrary initial crack length or a_c as the initial crack was tested, Figure Figure 5a. It is observed that, as expected, starting from a lower crack length, in the initial cycles there is a difference between both approaches, but as the cycles increase that difference starts disappearing and after 10^5 cycles it is almost null.

In subsequent parametric analysis of this example the $a_0 = a_c$ approach was used because it is more logical in this example. With that in mind, the influence of K_c in crack growth was assessed, Figure 5b, showing that while it influences the initial crack length, it does not change crack length much when the number of cycles is 10^5 or more. The other parametric variations tested,

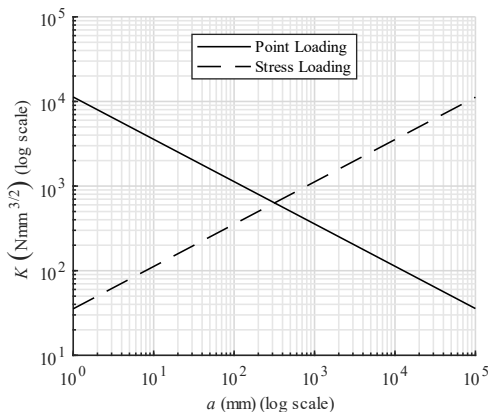


Figure 4. Relationship between crack length and stress intensity factor for the two loading cases

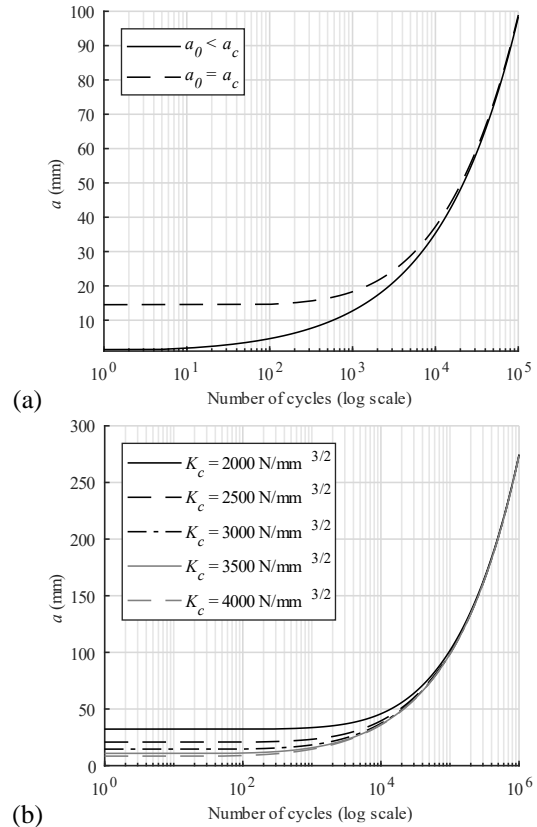


Figure 5. Influence in crack growth considering (a) that the initial crack length is a_c or and initially set crack, (b) different K_c which change a_c

Figure 6, show that m has the biggest influence on crack growth, with high values significantly increasing crack propagation speed. Also as expected, higher ΔP and C values result in accelerated crack propagation.

CONCLUSION

This work presents a parametric study of fatigue crack propagation and resulting life for two different loading cases of an idealized cracked infinite plate, a remote stress loading and a concentrated load at the crack centre.

These remote stress loading example shows a strong influence of the Paris' law parameters m and C on component life while K_c and a_0 have a comparatively smaller effect. However, the K_c and a_0 influence the $\Delta\sigma_p$ values, with it increasing with higher K_c values and lower a_0 values, while the opposite variations result in the opposite effect. The point loading at the crack centre present a very different behaviour when compared to the remote stress loading. In this case K tends to decrease with crack length instead of increasing, this is because as a increases the loading starts being further apart from the crack tip, so it will have a lesser effect there, leading to the lowering K . As K lowers, crack growth rate also lowers as the crack propagates further with each cycle.

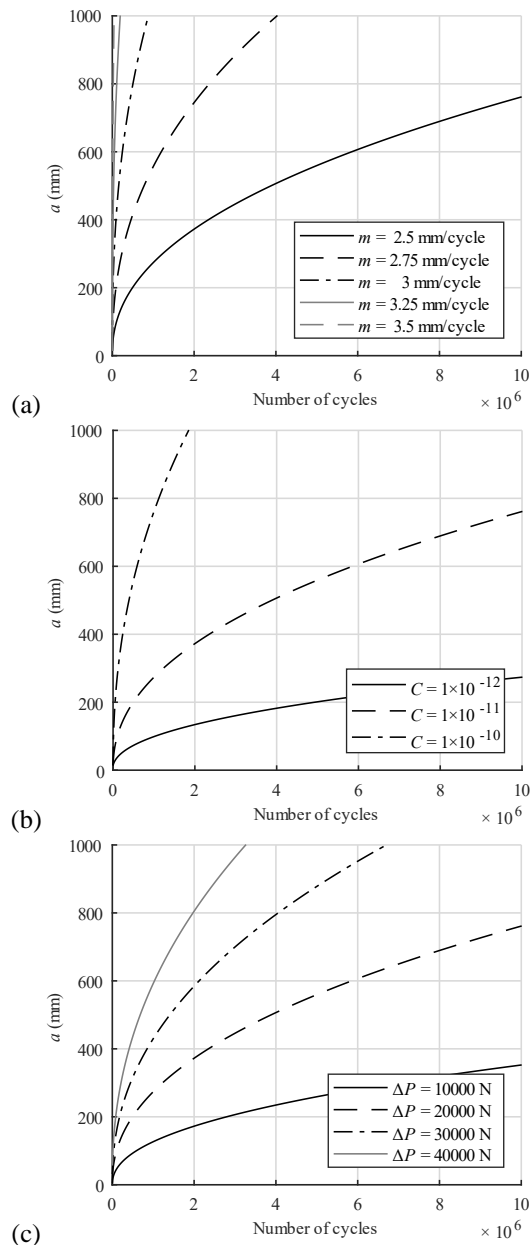


Figure 6. Crack growth with cycles changing (a) m , (b) C , (c) ΔP

In summation this work shows the effect of various parameters in fatigue life considering a fatigue crack growth model. It was shown that m and C , the Paris' law parameters, are the most influential on life. This parametric study should help designers choose appropriate materials for their desired applications by considering their properties and the effect of those properties on life shown here.

ACKNOWLEDGMENTS

The first author truly acknowledges the funding provided by Ministério da Ciência, Tecnologia e Ensino Superior – Fundação para a Ciência e a Tecnologia (Portugal), under project funding SFRH/BD/147628/2019.

REFERENCES

- [1] W. Schütz, "A history of fatigue," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 54, no. 2, pp. 263–300, 1996, doi: 10.1016/0013-7944(95)00178-6.
- [2] W. A. J. Albert, "Über Treibseile am Harz," *Arch. für Mineral. Georg. Bergbau und Huttenkd.*, vol. 10, pp. 215–234, 1838.
- [3] A. Wöhler, "Versuche zur Ermittlung der auf die Eisenbahnwagenachsen einwirkenden Kräfte und die Widerstandsfähigkeit der Wagen-Achsen," *Zeitschrift für Bauwes.*, vol. 10, no. 1860, pp. 583–614, 1860.
- [4] R. Stephens, A. Fatemi, R. R. Stephens, and H. Fuchs, *Metal Fatigue in Engineering*, Second. John Wiley & Sons, 2001.
- [5] G. R. Irwin, "Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate," *J. Appl. Mech.*, vol. 24, no. September, pp. 351–369, 1957, doi: no DOI.
- [6] P. C. Paris, M. P. Gomez, and W. E. Anderson, "A Rational Analytic Theory of Fatigue," *Trend Eng.*, vol. 13, pp. 9–14, 1961.
- [7] P. Paris and F. Erdogan, "A critical analysis of crack propagation laws," *J. Basic Eng.*, vol. 85, no. 4, pp. 528–533, 1963, doi: 10.1115/1.3656900.
- [8] S. Butler and J. M. M. Rodríguez, "Implications of fracture mechanics in engineering design," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 42, no. 2, pp. 339–346, 1992, doi: 10.1016/0013-7944(92)90224-3.
- [9] J. M. Mínguez and J. Vogwell, "Safe life of cracked structural elements," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 46, no. 1, pp. 143–150, Sep. 1993, doi: 10.1016/0013-7944(93)90311-F.
- [10] M. P. Weiss and E. Lavi, "Fatigue of metals - What the designer needs?," *Int. J. Fatigue*, vol. 84, pp. 80–90, 2016, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2015.11.013.
- [11] H. M. Westergaard, "Bearing pressures and cracks," *J. Appl. Mech.*, vol. 6, pp. A49–A53, 1939, doi: /publication/216756690.
- [12] C. T. Sun and Z.-H. Jin, "Chapter 3 - The Elastic Stress Field around a Crack Tip," in *Fracture Mechanics*, C. T. Sun and Z.-H. Jin, Eds. Boston: Academic Press, 2012, pp. 25–75.

RETROEXTRAPOLACIÓN DE CURVAS DE CRECIMIENTO DE GRIETA MEDIANTE MODELOS FENOMENOLÓGICOS BASADOS EN FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE LA FAMILIA GENERALIZADA DE VALORES EXTREMOS

¹S. Blasón, ¹A. Fernández Canteli, ¹C. Rodríguez, ²E. Castillo

¹ Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, Universidad de Oviedo, Campus de Gijón, 33203 Gijón

² Real Academia de Ingeniería de España, Real Academia de Ciencias de España

* Persona de contacto: afc@uniovi.es

RESUMEN

La evolución de las longitudes de grieta bajo carga de fatiga se interpreta como un proceso de daño que, una vez normalizado, permite un ajuste fenomenológico mediante funciones de distribución (fdds) de la familia generalizada de valores extremos (GVE). En este trabajo se aplica el método denominado 'retroextrapolación' para determinar la evolución completa de la curva a - N de crecimiento de grieta, a partir del fragmento final de la misma registrado durante el ensayo. La metodología propuesta confirma un excelente ajuste de curvas a - N , su conversión a curvas de velocidad de crecimiento de grietas (VCG) y con ello, el análisis de la transición de micro- a macrogrietas en el material ensayado, en función del tipo de transición y de los parámetros resultantes. Asimismo permite un análisis probabilista sobre la predicción de vida en fatiga originada a partir de tamaños iniciales aleatorios de grietas, menores o mayores que los adoptados en el programa experimental para determinar la curva a - N . De este modo, se proporciona una base estadísticamente fiable para la aplicación del principio de tolerancia al daño en el diseño práctico de componentes.

PALABRAS CLAVE: Curvas a - N , retroextrapolación, modelo de iniciación-propagación, diseño de tolerancia al daño

ABSTRACT

The evolution of crack lengths under fatigue load is interpreted as a damage process that, once normalized, allows a phenomenological fitting using cumulative distribution functions (cdfs) of the generalized extreme value family (GEV). In this work, the denoted "back-extrapolation" procedure is applied to determine the complete evolution of the a - N crack growth curve, from the final fragment of the curve recorded during the test. The proposed methodology ensures excellent fitting of a - N curves, its conversion to fatigue crack growth rate curves (CGR) and as a result, the analysis of the transition from micro- to macrocracks in the material tested, depending on the type of transition and of the resulting parameters. It also allows a probabilistic analysis on the prediction of fatigue life originated from random initial sizes of cracks, smaller or larger than those induced in the experimental program to determine the a - N curve. In this way, a statistically reliable basis is provided for the application of the damage tolerance concept to the practical component design.

KEYWORDS: a - N curves, retroextrapolation, initiation-propagation model, damage tolerance design

INTRODUCCIÓN Y MOTIVACIÓN

A pesar de la forma habitual y aparentemente simple de las curvas a - N que proporcionan la evolución del crecimiento de grietas bajo sollicitación de fatiga en función del número de ciclos [1-3], no se ha encontrado ningún modelo analítico general que proporcione un ajuste satisfactorio de este fenómeno de daño. Los ajustes obtenidos mediante leyes de tipo hiperbólico o potencial, ni garantizan un ajuste preciso de las curvas a - N con un número razonablemente bajo de parámetros, ni demuestran una aplicabilidad general de este tipo de propuestas. De hecho, los resultados de las campañas experimentales contradicen en algunas ocasiones el crecimiento uniformemente monótono de grietas,

evidenciando una tendencia cambiante, tal vez de tipo sigmoideal, en la fase inicial de la curva, que aparentemente corresponde a la de crecimiento de microgrietas (ver [4]). Ello podría indicar que los procesos de crecimiento de grieta por fatiga pueden presentar potencialmente diferente evolución, en función del peso diferencial recíproco que representan las fases de iniciación (microgrietas) y de propagación (macrogrietas) en dichos procesos. Por el contrario, en el ajuste de las curvas experimentales de velocidad de crecimiento de grieta (VCG), la aplicación de modelos fenomenológicos basados en el empleo de funciones de distribución (fdds) de la familia generalizada de valores extremos (GVE), en particular de Gumbel, propuesta por Castillo et al. [5], permite reproducir fielmente la

evolución completa del proceso de velocidad de crecimiento de grieta (VCG), es decir, de la curva $da/dN-\Delta K$, sin necesidad de recurrir a subterfugios para conseguir ajustes asintóticos de dudosa efectividad y carentes de justificación e interpretación física, como los proporcionados por modelos tipo NASGRO [6]. Sin embargo, la esperada correspondencia en la conversión entre ambas curvas relativas al crecimiento de grieta, es decir $a-N$ y VCG, no queda confirmada, lo que de nuevo demuestra la necesidad de buscar un modelo para la solución analítica de la curva $a-N$.

En este trabajo se propone una solución al problema basada en la aplicación de modelos fenomenológicos, representados por fdds de la familia GVE en el ajuste completo de la curva $a-N$, mediante la retroextrapolación a la fase inicial del proceso de crecimiento de grieta, cuya medida experimental resulta difícil o, tal vez, irrealizable. La calidad de los ajustes y la versatilidad del modelo que aquí se presenta demuestra la fiabilidad y universalidad de su aplicación al proceso de crecimiento de grieta permitiendo un avance en la comprensión y modelización de la transición entre los procesos de iniciación y propagación y de la deseada correspondencia entre las curvas $a-N$ y VCG [4,7].

MODELO DE RETROEXTRAPOLACIÓN DE LA CURVA $a-N$ DE CRECIMIENTO DE GRIETA

Al tratar de resolver la situación aparentemente contradictoria en la correspondencia entre los modelos de crecimiento y velocidad de crecimiento de grieta, cabe suponer que los resultados experimentales obtenidos en curvas $a-N$ de crecimiento de grieta bajo carga cíclica se pueden entender como un registro que representa solo un extracto o ventana de una hipotética curva completa $a-N$, similar al de otros procesos de diferente naturaleza observados en metales o en otros materiales [7]. Prescindiendo de las correspondientes particularidades de cada fenómeno, el crecimiento de grieta respondería a una “predeterminación” de la evolución de daño (o herencia genética) condicionada por las características microestructurales del material. Dichas particularidades condicionan la sucesión de roturas como fenómeno regido por una ley estadística de extremos, aplicable a un gran número de elementos primarios que constituyen el conjunto del material en la probeta o componente.

De esta perspectiva, la curva monotóna creciente $a-N$, solo representa un registro, de la fase final del proceso completo de daño. En base a todo ello, en este trabajo se propone reproducir el proceso completo de daño, es decir, de crecimiento de grieta, incluyendo la descripción de la fase correspondiente a la iniciación de la grieta, previa al registro propio de cada ensayo, de difícil o imposible monitorización, mediante extrapolación recursiva de los datos efectivamente registrados en los ensayos. Dado que en el caso de la modelización de la velocidad de crecimiento de grieta y

otros, ver [5,7], se ha podido constatar la idoneidad de una modelización basada en fdds de la familia GVE, se propone recurrir a una metodología semejante en la descripción de las curvas $a-N$, dada la naturaleza común del fenómeno de daño estudiado. El tipo de curvas $a-N$ completas que resultan del ajuste serán, o no, de tipo sigmoideal, en función del parámetro de forma, β , resultante en cada caso.

DEDUCCIÓN DEL MODELO

La evolución de las curvas $a-N$ obtenidas en diferentes ensayos de la misma muestra de material parece obedecer a una ley estadística, no suficientemente comprendida hasta ahora. Algunos trabajos recientes confirman, una alteración de la forma tradicional en la zona inicial de las curvas $a-N$, mientras otros autores señalan una posible evolución sigmoideal de este fenómeno de daño acumulado [4,6]. Si se introduce como variable normalizada el número de ciclos dividido por la vida de fatiga hasta la rotura, $N^* = N/N_F$, se acota su rango de variación entre 0 y 1, lo que unido a la evolución monótonamente creciente de la curva $a-N^*$, permite su identificación como una función de distribución. Si el fenómeno de crecimiento de grietas se entiende como un proceso de roturas sucesivas en el frente de grieta que afecta a un gran número de elementos primarios, cabe proponer tales funciones como las pertenecientes a la familia de extremos (GVE), es decir, Weibull, Gumbel o Fréchet [8] para ajustar las curvas $a-N^*$.

La justificación para identificar el problema como un caso de valores máximos o mínimos sigue aún pendiente. Sin embargo, dado que la etapa inicial del proceso de crecimiento de grietas parece ejercer la influencia más significativa en la vida de fatiga, se propone inicialmente a la familia de mínimos como la más adecuada para esta función. Entre las tres posibles familias GEV, la necesaria existencia de un límite inferior del tamaño de la grieta, que nunca puede ser negativo, respalda la opción de Weibull. Por otra parte, la distribución mínima de Weibull implica un dominio ilimitado de la variable analizada (en este caso, la longitud de la grieta) en la cola superior que podría hipotéticamente alcanzar un valor infinito. En la práctica, la longitud de la grieta nunca podrá superar los límites dimensionales de la pieza, por lo que el proceso se interrumpe prematuramente con una pequeña repercusión en cuanto al número real o teórico de ciclos hasta la rotura.

Previo al ensayo, las probetas se someten a un pre-agrietamiento adecuado para que en el frente de grieta de la entalla mecanizada se den unas condiciones iniciales similares a las existentes en el componente sometido a grietas de fatiga reales. En consecuencia, aunque el número inicial de ciclos asociados en el ensayo real sea teóricamente nulo, se requiere un número previo de ciclos, N_{add} , para promover la

progresión de la grieta desde un tamaño de grieta original retrospectivo de longitud inicial, $a_{i,t}$ (ver Fig. 1).

La ecuación general que se propone para modelizar las curvas a - N , ver Expr. (1), depende de los 3 parámetros de Weibull (localización, a_0 , escala, δ , y forma, β) más un parámetro adicional de normalización que representa el número total de ciclos virtual, N_{up} , que sería necesario aplicar para que la grieta creciera desde el estado original hipotético del material, caracterizado por el tamaño de grieta retrospectivo, a_0 , hasta el tamaño asintótico de grieta a_{up} , según la Expr. (1) (ver Fig. 1):

$$N_{up} = N_{add} + N_{test} + \Delta N_{up} = N_t + \Delta N_{up} \quad (1)$$

donde N_{add} representa el número ciclos predecible que habría que aplicar para que la grieta creciera virtualmente desde el tamaño inicial retrospectivo, a_0 , hasta el tamaño de pregrieta, $a_{i,t}$; N_{test} , es el número de ciclos asociado al crecimiento de grieta desde $a_{i,t}$ hasta alcanzar el tamaño crítico de grieta en rotura, a_c , y $\Delta N_{up} = N_{up} - N_t$, representa el número de ciclos que sería necesario aplicar a la grieta para su crecimiento hipotético desde a_c hasta el tamaño asintótico de grieta (virtual) a_{up} , en consonancia con el modelo asintótico VCG, ver [13]. Obsérvese que N_{add} al igual que ΔN_{up} no son verificables a partir del ensayo, sino que se determinan mediante el modelo de Weibull propuesto con el ajuste de los resultados del ensayo. Igualmente, la curva de ensayo a - N registrada, aunque proporciona solo una información parcial de la evolución del crecimiento de la grieta, permite determinar todo el proceso completo virtual de crecimiento de ésta.

Según lo anterior, el número de ciclos normalizado, N^* , se representa mediante la fdd de Weibull de la Expr. (2), que una vez ajustada permite deducir la evolución total del crecimiento de grieta:

$$N^* = \frac{N}{N_{up}} = 1 - \exp \left\{ - \left[\frac{(a - a_0)}{\delta} \right]^\beta \right\}, \quad (2)$$

donde N representa el número de ciclos virtual aplicado al material original para $N < N_{add}$, mientras que representa N_{add} más el número de ciclos en un cierto instante del ensayo para $N > N_{add}$. Obsérvese que la adimensionalización de la longitud de la grieta resulta superflua dada la coherencia entre las unidades de longitud de la grieta y los parámetros de localización y escala, así como la adimensionalidad del parámetro de forma.

En consecuencia, el ajuste de la Ec. (2) proporciona el crecimiento de grieta El modelo general a - N , depende de cuatro parámetros físicamente interpretables: a_0 , δ , β y N_{up} , este último, a su vez, dependiente de dos parámetros a determinar, N_{add} y ΔN_{up} , y del resultado del ensayo, N_{test} ,

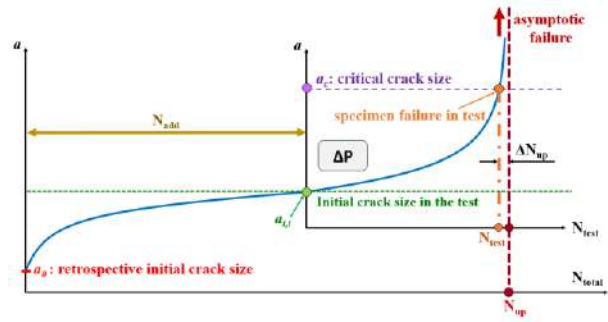


Figura 1. Deducción, por retroextrapolación, de la curva completa a - N de crecimiento de grieta a partir del tamaño inicial retrospectivo de grieta a_i .

La interpretación física de los parámetros del modelo de ajuste representa un avance significativo sobre cualquier alternativa basada en expresiones empíricas, cuyos parámetros no pueden ser identificados como variables físicas. En principio, un planteamiento convencional del modelo conllevaría las siguientes interpretaciones de las variables:

- a_0 es el parámetro de localización, identificado como tamaño inicial de grieta “retrospectivo” (es decir natural, no inducido) de la muestra analizada no identificable con la pregrieta inducida previamente al inicio de cada ensayo. Así pues, el crecimiento de grieta determinado por la curva extendida solo tendría lugar a partir de un cierto tamaño inicial de grieta, a_0 , bajo las condiciones de carga aplicadas, ΔP . La existencia de un límite inferior del valor del tamaño de la grieta es físicamente aceptable, ya que no es posible asignar valores negativos al tamaño de la grieta.
- N_{test} , es el número de ciclos aplicados en el ensayo hasta el fallo del componente. Su valor depende necesariamente de a_0 , y de la carga aplicada.
- δ es el factor de escala relacionado con la geometría y el tamaño de la muestra, igualmente influenciado por el valor de la carga a través de la distribución tensional o deformacional.
- β es el parámetro de forma, relacionado con el mecanismo de crecimiento de grietas. Depende del tipo de defecto que caracteriza el mecanismo dominante de crecimiento de grietas por fatiga para las condiciones de carga dadas. De acuerdo con la distribución propuesta en la Eq. (1), la evolución de la curva a - N extendida sería: sigmoideal para $\beta > 1$ y monótonamente creciente, sin cambio de curvatura, para $\beta < 1$. Cuando $\beta = 1$, la solución corresponde a la distribución exponencial.

En definitiva, las consideraciones anteriores implican que la curva experimental a - N registrada durante el ensayo solo refleja el registro de un fragmento final de la curva virtualmente de crecimiento de grieta extendida, como se muestra en la Fig. 1. Ésta correspondería a una curva a - N característica del material para las condiciones de carga aplicadas y el tamaño de grieta retrospectivo inicial, a_0 . Este último

representa la evolución de una grieta teóricamente plausible y destaca la disparidad entre la curva extendida registrada durante el ensayo y el proceso total de crecimiento de grieta predicho.

EJEMPLO DE APLICACIÓN

En este apartado se comprueba la idoneidad del modelo propuesto evaluando los resultados de la extensa campaña experimental de Winkler et al. [1] sobre crecimientos de grieta realizados con probetas MT (Middle Tensión) de una aleación de aluminio AA 2024-T3. La evaluación se aplica igualmente a los resultados de las campañas experimentales de Wu y Ni [2] y Ghonem y Dore [3] para diferentes aleaciones de aluminio, diferente tipo de probeta (MT y CT) y diferentes valores de R (ver análisis en [7]), que no se exponen por falta de espacio, ver Tabla 1.

Tabla 1. Resumen de las curvas a - N experimentales de las campañas de Virkler [1], Wu [2], Ghonem [3].

Autor	Material	Tipo de probetas	W [mm]	a_0 [mm]	ΔP [kN]	R = P_{min}/P_{max}
Virkler	AA 2024-T3	MT	152.4	9	18.69	0.2
Wu	AA 2024-T351	CT	50.0	18	3.6	0.2
Wu	AA 2024-T351	CT	50.0	18	2.24	0.63
Ghonem	AA 7075-T6	MT	101.6	9	17.65	0.6
Ghonem	AA 7075-T6	MT	101.6	9	21.60	0.5
Ghonem	AA 7075-T6	MT	101.6	9	18.60	0.4

En esas campañas, tras inducir el mismo tamaño inicial de grieta, $a_{i,t}$, se procedió al ensayo monitorizado. La evolución típica de la curva de crecimiento de grieta en función del tiempo, bajo condiciones constantes de carga, se muestra en las Figuras 2 a 4, que resumen los resultados correspondientes al extenso trabajo experimental de Virkler et al. [1].

En la Fig. 2 se constata la notable dispersión de los resultados de crecimiento de grieta por fatiga de las diferentes probetas, a pesar de la homogeneidad de la muestra del material y de la igualdad del tamaño inicial de la grieta, $a_{i,t}$, en el ensayo. En consecuencia, la variabilidad en las vidas de fatiga por crecimiento de grieta en probetas del mismo cupo de material y fabricadas homogéneamente se atribuye a dos factores: el tamaño inicial retrospectivo de grieta, a_0 , deducible a partir del fragmento de curva a - N monitorizada en cada probeta para el tamaño inicial de grieta en el ensayo, $a_{i,t}$, presuntamente idéntico, y la influencia de las peculiaridades microestructurales de cada probeta. De ahí el interés de deducir la curva a - N extendida, es decir, la evolución completa de la grieta desde ese estado primigenio de la probeta, previo a la prefisuración, a_0 , hasta el tamaño crítico de la grieta en rotura, a_c mediante retroextrapolación con el modelo de la Expr. (2) a partir del registro parcial realizado durante el ensayo. La geometría de la probeta y las condiciones de carga se suponen constantes.

Los excelentes resultados, mostrados en las Figs. 3-5, que se obtienen al ajustar el modelo a - N propuesto, ver

Expr. (2), a los datos experimentales de Virkler [1], evidencian la calidad del ajuste para cada probeta, medida como coeficiente de correlación R^2 (superior a 0,999 en la mayoría de las evaluaciones), así como una mínima variación de los parámetros de cada muestra y, con ello, la idoneidad del modelo propuesto basado en una fdd de la familia GVE, para describir el proceso de daño desde el tamaño retrospectivo inicial de grieta.

La figura 4 resume los valores de los parámetros de ajuste (a_0 , δ , β) y los valores de R^2 correspondientes a cada muestra (los cuales se han representado en una escala muy cercana a la unidad para resaltar la bondad del ajuste).

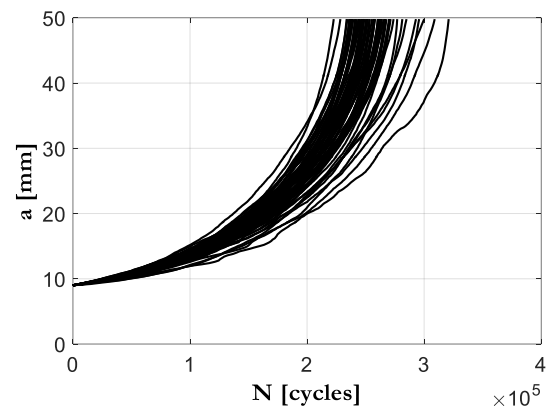


Figure 2. Curvas experimentales a - N obtenidas en el programa de Virkler para AA 2024-T3 (De [1]).

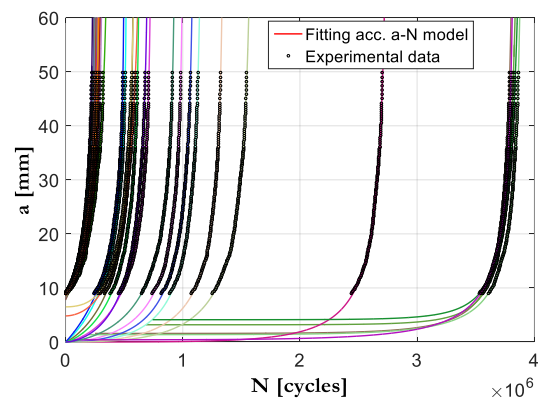


Figure 3. Curvas de los ensayos de Virkler para AA 2024-T3 (De [1]) ajustadas con el modelo propuesto.

Como se observa, las curvas a - N mantienen una ley prácticamente predefinida desde el principio. En ausencia de una justificación estadísticamente sólida, se alude a una presunta "herencia microestructural" para explicar esta evolución predeterminada de la grieta, desde el tamaño inicial retrospectivo, en cada muestra analizada. Esa "herencia microestructural" resultaría del comportamiento probabilístico en rotura (como función de Weibull de mínimos) de un conjunto constituido por un alto número de elementos primarios con propiedades de fractura distribuidas aleatoriamente en cada probeta, como resultado del complejo y único estado de la

microestructura de cada probeta (tamaño y distribución de grano, dislocaciones, inclusiones, etc.). Este comportamiento básico, igualmente aplicable en el ajuste de las curvas de VCG, permanece inmutable durante todo el proceso de crecimiento de grieta y explica la diferencia conceptual entre el enfoque fenomenológico y el ajuste empírico.

La importancia del parámetro designado como N_{add} , queda enfatizada por su papel fundamental en la reproducción del proceso global de crecimiento de grieta, es decir, de la curva a - N extendida desde su origen a_0 . Al analizar el resto de los parámetros de ajuste asociados con cada curva experimental, se observa una variación moderada en sus valores para la misma muestra, lo que confirma la consistencia en sus valores.

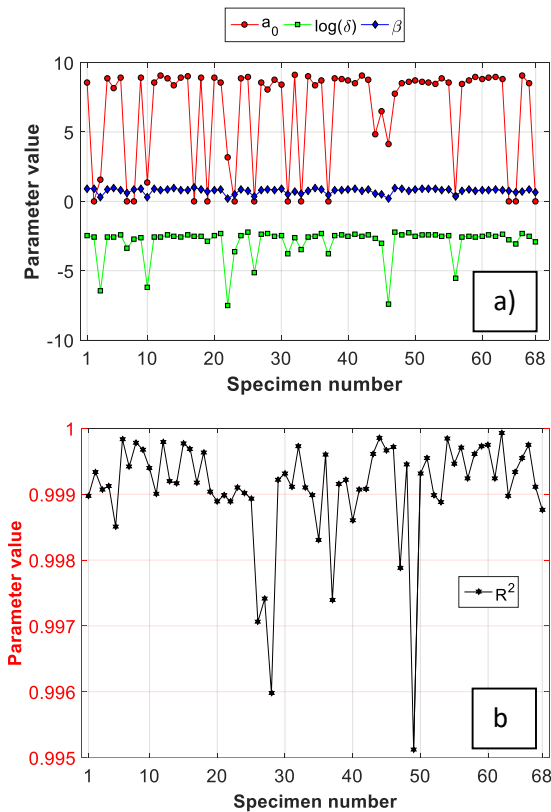


Figura 4. Resultados del ajuste aplicado a los ensayos de Virkler para AA 2024-T3 (De [1]): a) Valores de los parámetros de Weibull; b) Valores de R^2 .

Una vez realizado el ajuste de todas las probetas de la muestra es posible proceder al análisis de la vida útil en fatiga de la misma y, de ahí, a la determinación de las correspondientes dispersiones del ensayo real desde el tamaño inicial de grieta inducida, a_i o de un ensayo virtual desde el tamaño inicial retrospectivo de grieta, a_0 así como de cualquier otra hipotética condición de tamaño inicial de grieta prefisurada, $a_{i,hip}$, menor o mayor que el realmente adoptado en el ensayo, $a_{i,t}$. Esto tiene una directa aplicación en el diseño de tolerancia al daño, dado que permite predecir vidas en fatiga y

estimar dispersiones en el supuesto práctico y real de tamaños iniciales de grieta menores o mayores que las ensayados. Por otro lado, una vez reconvertidos los resultados al campo da/dN - ΔK es posible proceder al análisis de variabilidad del valor umbral del rango del factor de intensidad de tensiones (FIT), ΔK_{th} (o preferentemente del de $K_{max,th}$) a partir de los valores de a_0 y de su distribución, para las condiciones de carga utilizadas.

La razón estadística de fondo queda corroborada por el estrecho margen de valores en el que se mantienen los parámetros del modelo en cada una de la muestra de Vinkler [1]. El análisis de las muestras de Wu y Ni [2] y Ghonem y Dore [3], ver [7], confirman aún más si cabe la validez del modelo, teniendo en cuenta la diversidad de las características del ensayo y de los resultados experimentales en cada caso, a la vez que enfatizan la sensibilidad y generalidad del modelo, independientemente de las características distintivas de cada muestra. La posible interdependencia entre los valores anómalos de los parámetros de ajuste refuerza la validez del modelo. El parámetro de forma, β , se acepta como factor significativo de la influencia de las características microestructurales y del tipo del particular defecto responsable del fallo del subsiguiente eslabón en la probeta.

RELACIÓN ENTRE LAS PROPUESTAS DE AJUSTE DE LAS CURVAS a - N Y VCG

La necesidad de correspondencia entre las curvas a - N y VCG es evidente como representación del mismo fenómeno desde diferentes perspectivas. El análisis de esta relación podría ayudar a aclarar la transición entre micro- y macro-grietas y, en consecuencia, entre las fases de iniciación y propagación. La Expr. (3), deducida de (2), permite expresar el tamaño de la grieta en función del número de ciclos, N , y su derivada con respecto a N , y conduce a la definición de la ley de velocidad de crecimiento de grietas en función del número de ciclos, ver Expr. (4).

$$a = a_0 + \delta \left[-\log \left(1 - \frac{N}{N_{up}} \right) \right]^{1/\beta} \quad (3)$$

$$\frac{da}{dN} = \frac{\delta [-\log(1 - N^*)]^{1/\beta - 1}}{N_{up} \beta (1 - N^*)} \quad (4)$$

Paralelamente, cada valor de longitud de grieta, a , puede relacionarse analíticamente con el rango del FIT, ΔK , una vez conocidas la geometría de probeta y la carga aplicada, $\Delta K = f(\Delta P, a, g(a/W))$. De esta forma, se llega a la formulación analítica de la VCG a partir del modelo a - N propuesto.

En las curvas VCG obtenidas, pueden observarse velocidades de crecimiento pequeñas por debajo de ΔK_{th} , típicas de microgrietas, como en el caso de los datos de Virkler en la Fig. 5, así como reducción de las

velocidades de crecimiento, para valores crecientes de ΔK , hasta alcanzar un mínimo a partir del cual la tendencia se invierte y el crecimiento de grieta va propendiendo hacia la curva sigmoideal VCG de las macrogrietas, como se comprueba en la evaluación de los datos de Wu y Ni [2,3] no reflejada aquí por razones de espacio (ver análisis extendido en [7]).

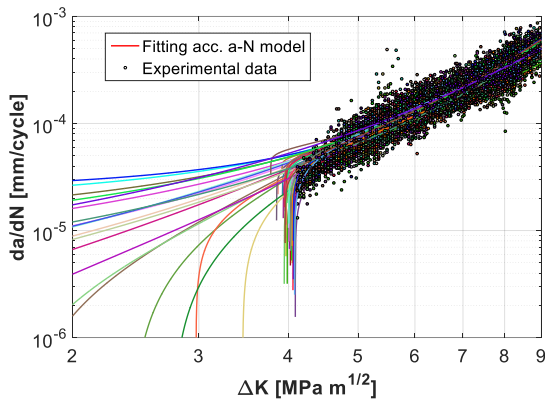


Figure 5. Curvas VCG deducidas de las curvas a - N de los ensayos de Virkler para AA 2024-T3 (De [1]).

Se constata así que el ajuste de curvas a - N con el modelo basado en la Eq. (2) permite deducir analíticamente estas curvas, interpretar la influencia del valor del parámetro de forma, que decide la forma sigmoideal o no de la curva a - N , y definir las curvas VCG. En función de su tipo de evolución, es posible determinar el valor ΔK_{th} del material ensayado en el supuesto de macrogrietas, o en su caso, el proceso de transición iniciación-propagación en el crecimiento de grieta.

CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se derivan del presente trabajo son las siguientes:

- Se propone un modelo fenomenológico para la definición analítica de curvas a - N , basado en la normalización de éstas y consiguiente ajuste mediante fdds de la familia GVE, a partir únicamente del registro parcial en el ensayo de crecimiento de grieta.
- El proceso, denominado retroextrapolación, permite deducir el hipotético tamaño primigenio de la grieta predominante en la probeta, independientemente del tamaño de la grieta prefisurada empleada en el ensayo.
- La extraordinaria calidad del ajuste y la uniformidad de los parámetros demostradas en la aplicación del modelo a una extensa campaña experimental sobre una aleación de aluminio (y extensión a otros programas con otras aleaciones y geometrías, no reflejada aquí) y la versatilidad del modelo en el ajuste de variados tipos de curvas a - N , acorde con el material ensayado, corroboran su idoneidad.
- La congruente correspondencia confirmada entre las curvas a - N y VCG, la interpretación de la evolución de estas últimas y un avance en la modelización de la

transición entre las fases de iniciación y propagación avalan el interés del modelo en el análisis de la transición entre las fases de iniciación y propagación de grietas.

AGRADECIMIENTOS

A los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Energía y Competitividad en el marco del proyecto MAT2014-58738-C3-1-R. Asimismo, S. Blasón agradece al Ministerio la concesión de la beca FPI en el marco de este proyecto.

REFERENCIAS

- [1] D.A. Virkler, B.M. Hillberry, P.K. Goel, The statistical nature of fatigue crack propagation. *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME* (1979) 101:148–53.
- [2] W.F. Wu, C.C. Ni, Statistical aspects of some fatigue crack growth data. *Engineering Fracture Mechanics* (2007) 74:2952–63.
- [3] H. Ghonem, S. Dore, Experimental study of the constant-probability crack growth curves under constant amplitude loading. *Engineering Fracture Mechanics* (1987); 27:1–25.
- [4] S.E. Stanzl-Tschegg, When do small fatigue cracks propagate and when are they arrested?, *Corros Review* <https://doi.org/10.1515/corrrev-2019-0023>.
- [5] E. Castillo, A. Fernández-Canteli, D. Siegele, Obtaining S-N curves from crack growth curves. An alternative to self-similarity, *Int. J. of Fracture*, 187(1), 159-172, 2014.
- [6] NASGRO. Fatigue Crack Growth Computer Program NASGRO Version 3.0- Reference Manual 2000.
- [7] S. Blasón, Tesis Doctoral, Phenomenological approach to probabilistic models of damage accumulation application to the analysis and prediction of fatigue crack growth, Universidad de Oviedo, 2019.
- [8] E. Castillo, A.S. Hadi, N. Balakrishnan, J.M. Sarabia, Extreme value and related models with applications in engineering and science. New York: Wiley, 2005.

EQUILIBRIUM VALIDITY FOR HYDROGEN TRAPPING CHARACTERISATION IN METALS USING THERMAL DESORPTION ANALYSIS

A. Díaz¹, J.M. Alegre¹, I.I. Cuesta¹

¹Structural Integrity Group, Escuela Politécnica Superior, Universidad de Burgos. Avda. Cantabria s/n, 09006, Burgos-España

*Persona de contacto: adportugal@ubu.es

RESUMEN

Los fallos por fragilización por hidrógeno son un fenómeno habitual en diversas aleaciones por lo que se necesita una mejor comprensión de los micromecanismos de difusión y daño. Las concentraciones locales dependen de los fenómenos de transporte, incluidos los efectos de atrapamiento, que generalmente son caracterizados mediante una desorción térmica programada, denominada aquí *Thermal Desorption Analysis* (TDA). Durante la salida de hidrógeno de la muestra durante el calentamiento programado, se observan algunos picos de desorción que se relacionan habitualmente con las energías de des-atrapamiento mediante un procedimiento analítico. En este trabajo se revisan las limitaciones de este enfoque, destacando la subestimación de las energías y la omisión de algunos factores importantes como la concentración inicial y la densidad de trampas. Se implementa un modelo de transporte cinético en un código de elementos finitos considerando un tipo de trampa y discutiendo la aplicabilidad del equilibrio termodinámico. Además, la influencia de las condiciones de carga se evalúa teniendo en cuenta tanto la carga a diferentes temperaturas.

PALABRAS CLAVE: fragilización por hidrógeno, difusión de hidrógeno, caracterización de trampas, Thermal Desorption Analysis

ABSTRACT

Failures attributed to hydrogen embrittlement are a major concern for metals and alloys in different sectors. Thus, a better understanding of damage micro-mechanisms and hydrogen diffusion within the metal is needed. Local concentrations depend on transport phenomena including trapping effects, which are usually characterised by a thermally programmed desorption named here as *Thermal Desorption Analysis* (TDA). During hydrogen exit from the specimen during the programmed heating, some desorption peaks are observed that are commonly related to detrapping energies by means of an analytical procedure. The limitations of this approach are revisited here, highlighting the underestimation of energies and the neglect of some important factors as initial concentration and trap density. In order to establish a numerical methodology to overcome the analytic limitations, a kinetic transport model is implemented in a Finite Element framework considering one type of traps and discussing the applicability of thermodynamic equilibrium. Additionally, the influence of charging conditions is assessed taking into account different initial concentrations.

KEYWORDS: hydrogen embrittlement, hydrogen diffusion, trapping characterisation, Thermal Desorption Analysis

1. INTRODUCTION

Trapping characterisation is one of the main focus of hydrogen embrittlement research for defects as dislocations, inclusions or grain boundaries play a critical role in plasticity and fracture. Even though hydrogen localisation is challenging, several tests are useful for hydrogen mapping within the metal microstructure at a high or very high spatial resolution [1]. Two classical methods of hydrogen measurement are by far the most popular tests for characterising trapping phenomena: electrochemical permeation (EP) and thermal desorption analysis (TDA). Even though this latter method is usually also referred to as TDS (Thermal Desorption Spectroscopy), the term TDA is preferred throughout this work. Both EP and TDA tests

are unable to explicitly determine hydrogen segregation in different metal defects since hydrogen desorption is measured over the entire specimen. However, the evolution of exit fluxes can be related to trapping features with the help of numerical approaches. This is where modelling gains its importance: the analysis of hydrogen trapping without spatial resolution requires modifying transport models to realistically reproduce trapping effects. In the present work, TDA modelling is revisited and different conditions are simulated with the aim of improving the characterisation of traps.

The particular objective of the present paper is to revise the hydrogen trapping characterisation by means of thermal desorption. The analytic approach commonly used to analyse desorption spectra is revisited in Section 2.1. and its limitations discussed. In contrast, a

physically-based kinetic approach, which was first presented by McNabb and Foster [2], is described in Section 2.2. The description of the finite element implementation is given in Section 3. The choice of diffusion parameters, aiming at reproducing hydrogen transport in bcc iron, is also discussed. The validity of thermodynamic equilibrium and its equivalence to the general kinetic approach for high vibration frequencies of hydrogen within the metal lattice is demonstrated in Section 4. In addition to frequency effects, the influence of initial concentration is discussed in Section 5 with the aim of assessing a possible bias during trapping energy determination depending on the charging conditions.

2. NUMERICAL MODELS

2.1. Kissinger's expression

Analytical regression is the most usual mean to find trapping energies, specifically detrapping activation energies E_d , as depicted in Figure 1. It is based on the reaction-diffusion equation proposed by Kissinger [3] which, for a temperature T , gas constant R and time t reads:

$$\frac{dX}{dt} = A(1 - X)^n \exp\left(-\frac{E_d}{RT}\right) \quad (1)$$

Here, n is the reaction order (usually taken as one) and X is the fraction of trapped hydrogen that has escaped, i.e. $X = (C_{T,0} - C_T)/C_{T,0}$, being $C_{T,0}$ the initial hydrogen concentration in traps and C_T the uniform hydrogen concentration in traps at each moment. Figure 1 clarifies the distinct definition of detrapping activation energy and binding energy E_b . The definition of a potential landscape for hydrogen 1D walk is fundamental for diffusion and trapping modelling. Different schemes might be considered but the definition of a two-level system (L: lattice and T: trapping) is a common strategy. More details of potential energy landscapes for hydrogen diffusion might be found in Refs. [4–8].

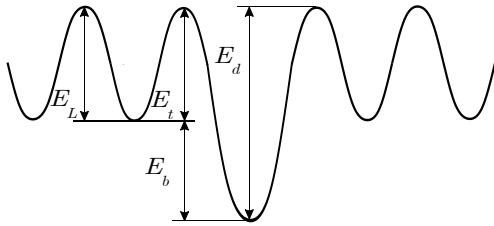


Figure 1. Schematic definition of trapping, detrapping, binding and lattice energy in a 1D diffusion path.

Equation (1) assumes that hydrogen concentration in trapping sites is uniform during the entire desorption process, i.e. $C_T(t) = C_T(x, t)$. Analytical regression does not focus on X evolution but on the temperature T_p at which maximum desorption occurs. A temperature ramp is defined for a constant heating rate ϕ such that $T = T_0 + \phi t$. Substituting this ramp in Eq. (1) and differentiating, the following expression is obtained:

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_p^2}\right) = -\frac{E_d}{R}\left(\frac{1}{T_p}\right) + \ln\left(A\frac{R}{E_d}\right) \quad (2)$$

This expression might be linearly fitted plotting $\ln(\phi/T_p^2)$ versus $1/T_p$. Assuming this behaviour, detrapping energies are commonly determined by locating desorption peaks at different heating rates. This fitting procedure, first proposed by Kissinger [3], assumes some simplifications and does not take into account the following effects: thickness influence, trapping densities or initial hydrogen concentration. An extensive comparison to the McNabb and Foster's predictions can be found in the work by Wei *et al.* [9].

Various authors have shown that Kissinger's fitting approach underestimates detrapping energies. Legrand *et al.* [10] showed that this underestimation can be profound for thick specimens. In the present work, a cylindrical specimen with a diameter of 10 mm is considered.

2.2. McNabb and Foster's formulation

With the aim of overcoming the limitations exposed in the previous subsection regarding reaction-diffusion regression, a more general model can be established considering a modified mass balance and including a thermodynamic or kinetic relationship between hydrogen concentration in lattice and trapping sites. Neglecting hydrostatic stress-drifted diffusion and thermophoresis, mass balance or Fick's second law might be expressed as [11]:

$$\frac{\partial C_L}{\partial t} + \frac{\partial C_T}{\partial t} = \nabla \cdot \left[D_{L,0} \exp\left(-\frac{E_L}{RT}\right) \nabla C_L \right] \quad (3)$$

where the trapping influence has been explicitly considered by including the term $\partial C_T/\partial t$. Hence, an extra equation must be defined in which a physically based relationship between C_L and C_T is considered. A general kinetic formulation is first presented, and then thermodynamic equilibrium is derived as a particular case.

Kinetic expressions for the variation of hydrogen concentration, or occupancy, in traps might be found through a stochastic analysis of the "hops" from traps to lattice sites and vice versa [2,8].

$$\begin{aligned} \frac{\partial \theta_T}{\partial t} = & \nu_{t,0} \exp\left(-\frac{E_t}{RT}\right) (1 - \theta_T) \theta_L \\ & - \nu_{d,0} \exp\left(-\frac{E_d}{RT}\right) \theta_T \end{aligned} \quad (4)$$

The first right-term in Eq. (4) represents the trapping process while the second term reproduces detrapping. Here, $\theta_L = C_L/N_L$ and $\theta_T = C_T/N_T$ are the occupancies in lattice and trapping sites, respectively, N_T is the trap density, and N_L is the lattice site density. Frequencies of "hop" attempting from a lattice site to a trap ($\nu_{t,0}$: trapping process) or from a trap to a lattice site ($\nu_{d,0}$: detrapping process) are related to the vibration

frequency of the hydrogen atom. Eq. (4) assumes low occupancy in lattice sites, i.e. $\theta_L \ll 1$ and a trap density much smaller than the density of ideal lattice sites, i.e. $N_T \ll N_L$.

When equilibrium is reached, hydrogen ‘‘hops’’ between different types of sites are almost negligible, and the variation in trap occupancy almost zero: $\partial\theta_T/\partial t \approx 0$. Operating in Eq. (4), a relationship between occupancies is found:

$$\frac{\theta_T}{1 - \theta_T} = \theta_L \frac{\nu_{t,0}}{\nu_{d,0}} \exp\left(\frac{E_d - E_t}{RT}\right) \quad (5)$$

This is equivalent to the thermodynamic equilibrium condition, in which the chemical potential of hydrogen in lattice sites is equal to that in traps, as first proposed by Oriani [12]. For $\nu_{t,0} = \nu_{d,0}$, the relationship between occupancies depends only on the equilibrium constant $K_T = \exp(E_b/RT)$, where E_b represents the binding energy defined in Figure 1. In the present paper, a one-type trap scenario is considered for the sake of simplicity.

3. FINITE ELEMENT MODEL

A 1D axisymmetric model with a radius a is considered with the aim of simulating cylindric specimens that are commonly used for hydrogen charging, TDA and concentration measurements. The partial differential equations that have been presented in the preceding section are implemented in a finite element framework and solved for θ_L and θ_T as dependent variables through a backward Euler scheme. A total of 1000 elements are used with a maximum element size of $a/10^4$ in the revolution axis and a minimum size of $a/10^8$ in the exit node.

Desorption at the exit surface is modelled, as in most numerical works, through a Dirichlet boundary condition imposing a zero concentration for lattice sites during the thermally programmed heating. Only a half of the specimen is modelled so a zero-flux boundary condition is assigned to the node in the symmetry plane ($j_x = -D_L dC_L/dx = 0$ at $x = 0$), whereas at the exit node lattice concentration is fixed ($C_L = 0$ at $x = a$). Instantaneous uniform temperature is assumed for all material points; this simplification is only valid for high thermal diffusivities.

Sections 4 and 5 discuss the equilibrium validity and the influence of charging conditions. For this discussion, diffusion parameters related to bcc iron have been considered to investigate the desorption of ferritic steels. The pre-exponential diffusivity, $D_{L,0}$, and the activation energy for lattice diffusion E_L are extracted from [13]. Two assumptions are made: (i) the trapping barrier from a lattice site is equal to the barrier for lattice diffusion, as shown in Figure 1, i.e. $E_L = E_t$; and (ii) the number of lattice sites, N_L , corresponds to the preferred tetrahedral sites in bcc iron [8]. The fixed parameters in sections 4 and 5 are thus:

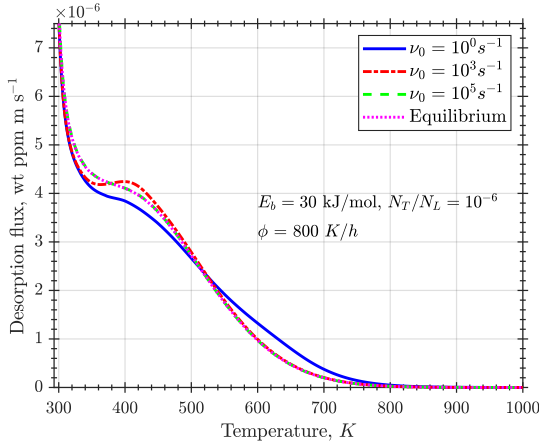
Pre-exponential diffusivity	$D_{L,0}$ (m ² /s)	1.98×10^{-7}
Barrier for lattice diffusion	$E_L = E_t$ (kJ/mol)	8.49
Number of lattice sites	N_L (sites/m ³)	5.095×10^{29}
Specimen radius	a (mm)	5.0

Table 1. Fixed parameters for every TDA simulation.

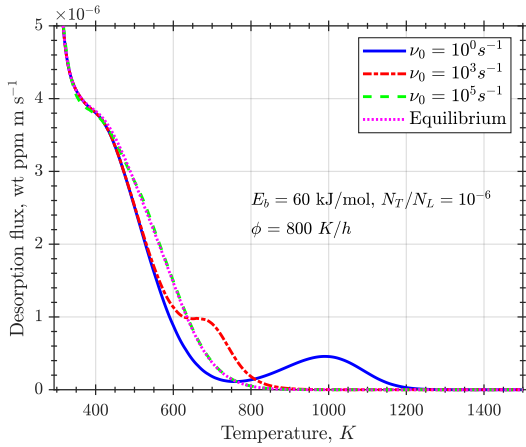
4. EQUILIBRIUM VALIDITY

Considering thermodynamic equilibrium between lattice and trapping sites is a common assumption in hydrogen diffusion modelling. McNabb and Foster’s equation is equivalent to Oriani’s equilibrium when kinetic trapping and detrapping processes occur very fast [12]. Thus, vibration frequencies are very influential parameters. In the present work, it is assumed that the hydrogen atom vibrates at the same frequency independently of its location site. Hydrogen vibration frequency is usually taken to be equal to the Debye frequency (10^{13} s⁻¹) [8,14]; calculations based on harmonic transition state theory also give frequency values near the THz range [15] ($10^{12} - 10^{13}$ s⁻¹). However, Turnbull *et al.* state that the capture and release constants p_0 and k_0 ‘‘are assumed to be fast and only the ratio is considered important’’ [16]; these authors found that p_0/N_L and k_0 , higher than 10^5 s⁻¹ result in a lack of dependence of desorption peaks or the corresponding peak temperatures. Hurley *et al.* [17] showed that results converged for frequencies p_0 and k_0 higher than 10^7 s⁻¹. The limiting value that indicates independence of frequency and equilibrium validity might depend on other factors such as trapping features or hydrogen concentration, so it is evaluated here.

In this section, an initially uniform hydrogen concentration is simulated with $C_{L,0}$ imposed as a numerical initial value, $C_L(x, t = 0) = C_{L,0} = 1.0$ wt ppm, and with the corresponding equilibrium C_T . The range in which frequency dependency is valid is investigated firstly considering weak traps with a binding energy of 30 kJ/mol and low-density traps: $N_T = 10^{-6}N_L$. Figure 2.a shows that hydrogen flux rapidly decreases at the beginning of the 800 K/h temperature ramp for the considered low trapping influence and only a small peak is observed at 400 K. A very similar flux drop is also found when strong traps ($E_b = 60$ kJ/mol) are simulated for the low trap density (Figure 2.b); however, a small peak appears at 700 K for $\nu_0 = 10^3$ s⁻¹ and at 1000 K for $\nu_0 = 10^5$ s⁻¹. These desorption spectra associated with almost pure lattice diffusion are hardly found in experimental TDA tests. Nevertheless, these simulations demonstrate a small frequency influence only for extremely low ν_0 values.



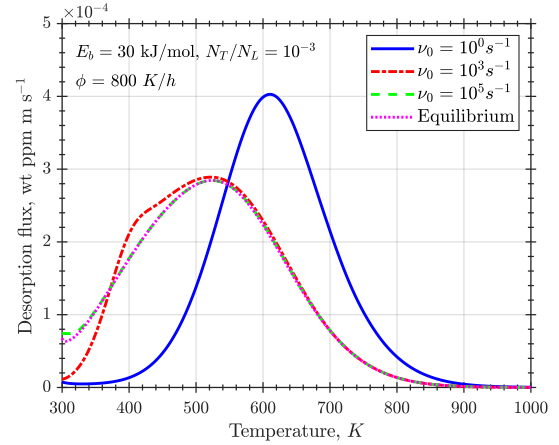
(a)



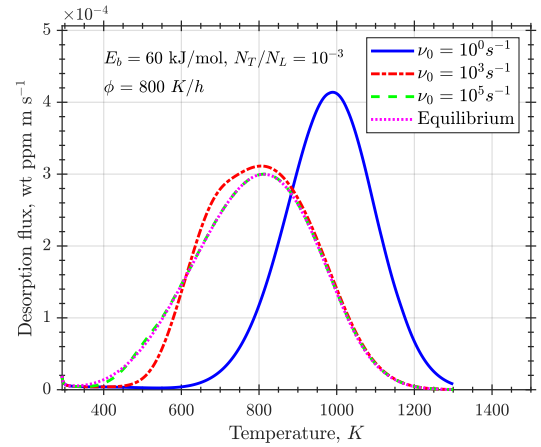
(b)

Figure 2. Influence of ν_0 on desorption flux at 800 K/h for $N_T = 10^{-6}N_L$ and (a) $E_b = 30$ kJ/mol, (b) $E_b = 60$ kJ/mol.

Weak traps (30 kJ/mol) can produce desorption peaks at certain temperatures during heating, when a higher defect density is simulated ($N_T = 10^{-3}N_L$) and very low ν_0 values are considered, as shown in Figure 3.a. A decrease in ν_0 promotes a shift to higher temperatures of the detrapping peak. This result is attributed to the slower kinetic exchange and the consequent delay in detrapping process. In this case, the initial flux rapidly increases since the amount of trapped hydrogen is much higher, but it is weakly bound to defect sites. Strong traps (60 kJ/mol) are also simulated for a high trap density and the same heating ramp (800 K/h), resulting in a very similar behaviour but shifted to higher temperatures – see Figure 3.b. For both Figures 3.a and 3.b, a hump-backed curve is obtained for the frequency value of $\nu_0 = 10^3$ s $^{-1}$. Comparing Figures 2 and 3, it might be deduced that the peak temperature is associated with the binding energy independently of the trap density; this latter magnitude influences the peak size. This result was also found by other authors [16,18]. However, for multi-trapping phenomena, coupled hydrogen exchanges could invalidate this assertion.



(a)



(b)

Figure 3. Influence of ν_0 on desorption flux at 800 K/h for $N_T = 10^{-3}N_L$ and (a) $E_b = 30$ kJ/mol, (b) $E_b = 60$ kJ/mol,

There appears to be a consensus on the high values of capture and release pre-exponential constants or, equivalently, the hydrogen vibration frequencies; frequencies lower than 10^5 s $^{-1}$ seem to lack physical significance. Accordingly, the present results demonstrate that Oriani's equilibrium is a valid assumption.

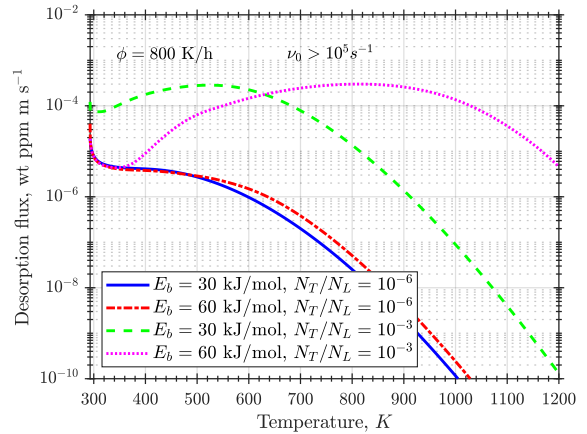


Figure 4. Influence of trapping parameters on desorption flux at 800 K/h and high ν_0 .

We show that, for the fixed parameters here simulated (Table 2) and the range of heating rates that are usually employed for TDA tests, thermodynamic equilibrium can be assumed. Therefore, the influence of trapping features (density N_T and binding energy E_b) during thermally programmed desorption at 800 K/h is summarised in Figure 4 considering high vibration frequencies, i.e. equilibrium validity. It must be noted that these results have been obtained for an input concentration of 1 wt ppm, which represents a typical order of magnitude for hydrogen in bcc iron or other low-solubility hydrogen-metal systems.

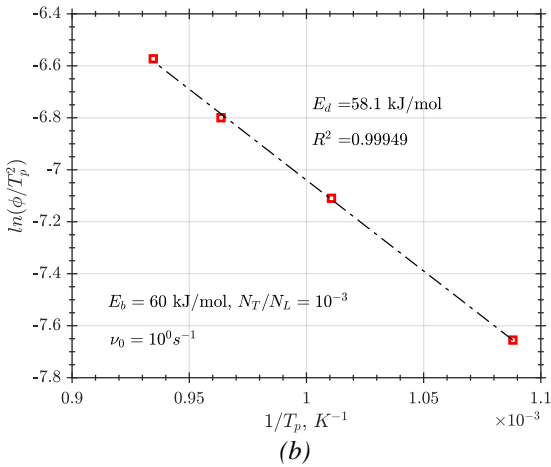
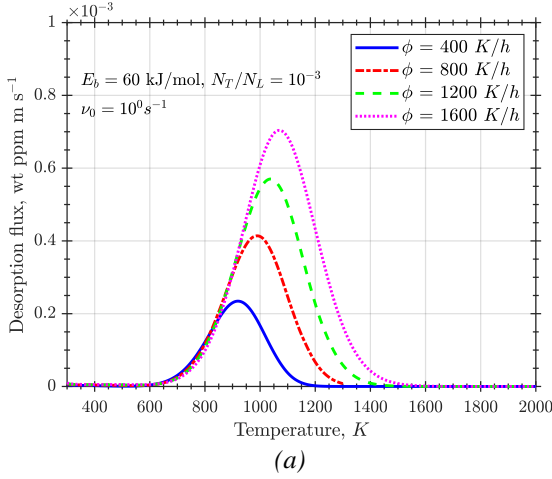


Figure 5. Results for low ν_0 , $E_b = 60$ kJ/mol and $N_T = 10^{-3}N_L$. (a) Desorption flux at different ϕ ; (b) detrapping energy determination.

In order to extend this conclusion to more heating rates; 400, 800, 1200 and 1600 K/h temperature ramps are simulated considering strong traps (60 kJ/mol) and high trap densities ($N_T/N_L = 10^{-3}$). Desorption flux versus temperature is plotted in Figure 5 for a low vibration frequency ($\nu_0 = 1$ s $^{-1}$) and four heating rates. For fast heating, the desorption peak is shifted towards higher temperatures whereas the maximum value increases as desorption is occurring in a narrow time interval. It must be noted that the coincidence of curves during the first flux rising, i.e. the left side of the curve, is not

observed if desorption flux is plotted against time instead of temperature.

Following Kissinger's approach exposed in Section 2.1., a linear regression considering expression (3) is performed taking peak temperatures that have been obtained in FE simulations and their corresponding heating rates. This regression is plotted in Figure 5.b. and the fitted slope ($-E_d/R$) is used to calculate the detrapping energy: $E_d = 58.1$ kJ/mol. Since the trapping energy has been fixed as 8.49 kJ/mol, a binding energy might be retrieved as: $E_b = E_d - E_t = 49.6$ kJ/mol, which is 10.4 kJ/mol lower than the input binding energy in the simulation. This fact confirms the expected result that Kissinger's approach underestimates binding energies. For the higher vibration frequency, desorption curves at the same heating rates (400, 800, 1200 and 1600 K/h) are smaller and located at lower temperatures, as shown in Figure 6.b. Linear regression gives a slightly higher detrapping energy ($E_d = 58.7$ kJ/mol) but still significantly underestimates the imposed binding energy.

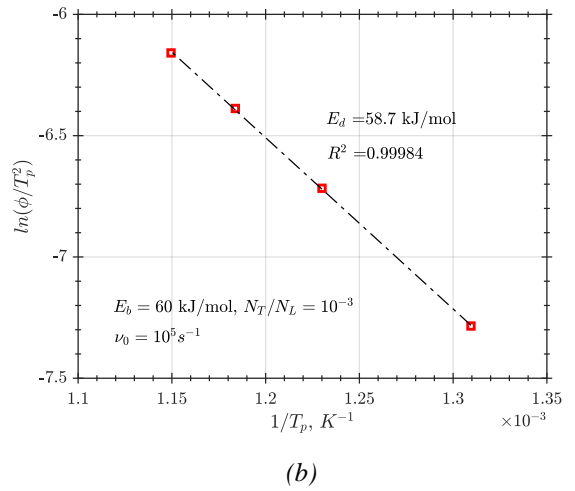
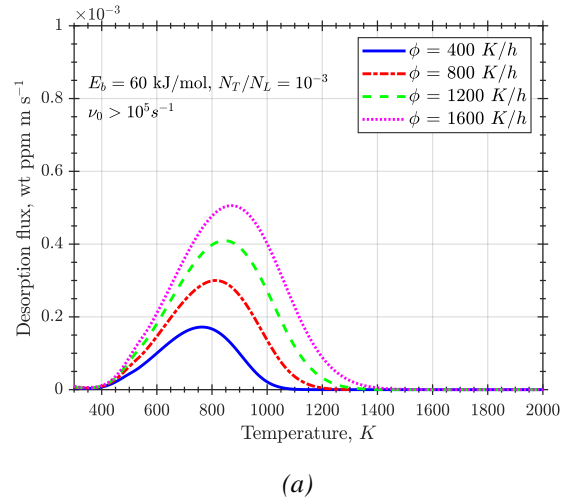


Figure 6. Results for high ν_0 , strong traps ($E_b = 60$ kJ/mol) and high trap densities ($N_T = 10^{-3}N_L$). (a) Desorption flux at different ϕ ; (b) detrapping energy determination.

6. CONCLUSIONS

Modelling hydrogen transport within metals is essential to understand the coupled diffusion – damage phenomena operating during embrittlement. To characterise trapping effects, thermally programmed desorption is the most common technique due to its simplicity for obtaining detrapping energies. The generic formulation first proposed by McNabb and Foster must be used to model these complexities, as the commonly used analytic approach based on Kissinger's expression is too simplistic. In the present paper, charging conditions for gaseous hydrogen entry at high temperatures are investigated within the McNabb-Foster modelling context with the objective of achieving a better understanding of TDA spectra. The governing equation of hydrogen diffusion is solved in a finite element code in which the generic kinetic expression modelling trapping – detrapping has been also included. The equilibrium validity of Oriani has been verified for different vibration frequencies. It has been concluded that frequency effects are only visible for very low values ($< 10^5 \text{ s}^{-1}$); thus, frequencies of the order of Debye frequency (10^{13} s^{-1}) produce a behaviour, for the heating rates and diffusivity values here considered, completely equivalent to thermodynamic equilibrium between hydrogen in lattice and trapping sites. This observation is verified for both weak and strong traps.

Future research should focus on the inverse problem of trapping parameter determination with the aim of accurately characterising the binding energies of traps and, if possible, other features such as trapping densities or lattice diffusion parameters.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge financial support from the Ministry of Economy and Competitiveness of Spain through grants MAT2014-58738 and RTI2018-096070-B-C33.

REFERENCES

[1] M. Koyama, M. Rohwerder, C.C. Tasan, A. Bashir, E. Akiyama, K. Takai, D. Raabe, K. Tsuzaki, Recent progress in microstructural hydrogen mapping in steels: quantification, kinetic analysis, and multi-scale characterisation, *Mater. Sci. Technol.* 33 (2017) 1481–1496. doi:10.1080/02670836.2017.1299276.

[2] A. McNabb, P.K. Foster, A new analysis of the diffusion of hydrogen in iron and ferritic steels, *Trans. Metall. Soc. AIME.* 227 (1963) 618–627. doi:citeulike-article-id:4956272.

[3] H.E. Kissinger, Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis, *Anal. Chem.* 29 (1957) 1702–1706. doi:10.1021/ac60131a045.

[4] B.O. Hoch, A. Metsue, J. Bouhattate, X. Feaugas, Effects of grain-boundary networks on the macroscopic diffusivity of hydrogen in polycrystalline

materials, *Comput. Mater. Sci.* 97 (2015) 276–284.

[5] B.O. Hoch, Modelling of hydrogen diffusion in heterogeneous materials: implications of the grain boundary connectivity, (2015).

[6] R. Kirchheim, Monte-carlo simulations of interstitial diffusion and trapping—I. One type of traps and dislocations, *Acta Metall.* 35 (1987) 271–280. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(87)90235-5.

[7] R. Kirchheim, U. Stolz, Monte-carlo simulations of interstitial diffusion and trapping—II. Amorphous metals, *Acta Metall.* 35 (1987) 281–291. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(87)90236-7.

[8] A.M. Krom, A. Bakker, Hydrogen trapping models in steel, *Metall. Mater. Trans. B.* 31 (2000) 1475–1482. doi:10.1007/s11663-000-0032-0.

[9] F.-G. Wei, M. Enomoto, K. Tsuzaki, Applicability of the Kissinger's formula and comparison with the McNabb-Foster model in simulation of thermal desorption spectrum, *Comput. Mater. Sci.* 51 (2012) 322–330. doi:10.1016/J.COMMATSCI.2011.07.009.

[10] E. Legrand, A. Oudriss, C. Savall, J. Bouhattate, X. Feaugas, Towards a better understanding of hydrogen measurements obtained by thermal desorption spectroscopy using FEM modeling, *Int. J. Hydrogen Energy.* 40 (2015) 2871–2881. doi:10.1016/J.IJHYDENE.2014.12.069.

[11] P. Sofronis, R.M. McMeeking, Numerical analysis of hydrogen transport near a blunting crack tip, *J. Mech. Phys. Solids.* 37 (1989) 317–350. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0022-5096(89)90002-1.

[12] R.A. Oriani, The diffusion and trapping of hydrogen in steel, *Acta Metall.* 18 (1970) 147–157. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(70)90078-7.

[13] K. Hirata, S. Iikubo, M. Koyama, K. Tsuzaki, H. Ohtani, First-Principles Study on Hydrogen Diffusivity in BCC, FCC, and HCP Iron, *Metall. Mater. Trans. A.* 49 (2018) 5015–5022. doi:10.1007/s11661-018-4815-9.

[14] J. Hirth, Effects of hydrogen on the properties of iron and steel, *Metall. Trans. A.* 11 (1980) 861–890. doi:10.1007/BF02654700.

[15] Y. Zhang, C. Jiang, X. Bai, Anisotropic hydrogen diffusion in α -Zr and Zircaloy predicted by accelerated kinetic Monte Carlo simulations, *Sci. Rep.* 7 (2017) 41033. doi:10.1038/srep41033.

[16] A. Turnbull, R.B. Hutchings, D.H. Ferriss, Modelling of thermal desorption of hydrogen from metals, *Mater. Sci. Eng. A.* 238 (1997) 317–328. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00426-7.

[17] C. Hurley, F. Martin, L. Marchetti, J. Chêne, C. Blanc, E. Andrieu, Numerical modeling of thermal desorption mass spectroscopy (TDS) for the study of hydrogen diffusion and trapping interactions in metals, *Int. J. Hydrogen Energy.* 40 (2015) 3402–3414. doi:10.1016/J.IJHYDENE.2015.01.001.

[18] E.J. Song, D.-W. Suh, H.K.D.H. Bhadeshia, Theory for hydrogen desorption in ferritic steel, *Comput. Mater. Sci.* 79 (2013) 36–44. doi:10.1016/J.COMMATSCI.2013.06.008.

FINITE ELEMENT SIMULATION AND EXPERIMENTAL MEASUREMENT OF RESIDUAL STRESSES IN COLD-FORMED STEEL MEMBERS

A. Díaz¹, I.I. Cuesta¹, J.M. Alegre¹, V. Gomes³, A.M.P. de Jesus³, J.M. Manso²

¹Structural Integrity Group, Escuela Politécnica Superior, Universidad de Burgos.
Avda. Cantabria s/n, 09006, Burgos-España

²Sustainable Construction Group, Escuela Politécnica Superior, Universidad de Burgos.
Calle Villadiego s/n, 09001, Burgos-España

³Mechanical Engineering Department, SMPT, Faculty of Engineering, University of Porto.
Rua Dr.Roberto Frias, s/n, 4200-465 Porto, Portugal

* Persona de contacto: adportugal@ubu.es

RESUMEN

El perfilado en frío (*Roll Forming*) es un proceso de fabricación que condiciona el comportamiento de los perfiles metálicos ya que éstos, generalmente, muestran tensiones residuales que afectan a su respuesta a fractura y fatiga. En el presente trabajo se utilizan dos técnicas experimentales para analizar la distribución de tensiones residuales cerca de las esquinas de una sección de acero en forma de omega: el método de Hole-Drilling y la difracción de rayos X. Debido al acceso limitado a las esquinas internas, donde se espera el inicio de la fatiga, se sigue un enfoque numérico-experimental. Los modelos de Roll Forming se calibran usando los resultados de Hole-Drilling y difracción de rayos X en las esquinas exteriores de los perfiles. Las simulaciones mediante Elementos Finitos permiten predecir las tensiones residuales a lo largo del perímetro de la sección tanto para la superficie interior como la exterior. Los resultados de Hole-Drilling se comparan con las tensiones halladas numéricamente en la región plana cerca de la esquina. A pesar de la dispersión numérica y experimental, un buen ajuste entre los resultados de simulación y los de Hole-Drilling se aprecia en la parte central del espesor mientras que los resultados superficiales son mejor capturados por las medidas de rayos X. Para las tensiones transversales halladas mediante este modelo calibrado en la zona interior de la esquina, donde se espera que aumenten o disminuyan la propagación de grietas bajo cargas cíclicas, se han encontrado tensiones residuales más bajas que las tracciones propias de una flexión plástica pura. La discrepancia entre las curvas numéricas y experimentales también se atribuye a la limitación de ambos métodos de medida cuando la deformación plástica es significativa.

PALABRAS CLAVE: Tensiones Residuales, Roll Forming, Hole Drilling, Difracción por Rayos X, Simulación por Elementos Finitos

ABSTRACT

Roll Forming is a manufacturing process that influences the final performance of steel members. Cold-formed profiles usually show high residual stresses that affect fracture and fatigue behaviour. Two techniques are used in the present work to analyse experimentally residual stress distribution near corners of an omega-shape steel section: Hole-Drilling and X-Ray diffraction methods. Due to the limited access to inner corners, where fatigue initiation is expected, a numerical-experimental approach is followed. Roll Forming models are calibrated using Hole-Drilling and X-Ray Diffraction results in the outer corners of the samples. Finite Element simulations facilitate residual stress prediction along the perimeter of the section both for the inner and the outers surfaces. Hole-Drilling results are compared with the numerical stressed found on the flat region near the corner. Despite the numerical and experimental scatter, it can be seen that there is a good agreement between numerical and Hole-Drilling results in the centre of the thickness while the surface results are better fitted using the X-Ray Diffraction measurements. Transversal residual stresses found in the inner corner, which are likely to enhance or delay crack propagation when the steel member is subjected to cyclic loads, are lower than the tensile stress expected due to the pure plastic bending. Deviation of numerical results from experimental curves is attributed to some limitations that have been found for both measurement methods when plastic deformation is significant.

KEYWORDS: Residual Stresses, Roll Forming, Hole Drilling, X-Ray Diffraction, Finite Element Simulation

1. INTRODUCTION

Steel sections are usually shaped using different cold-forming manufacturing processes due to the advantages associated to forming at room temperature conditions. Despite the widespread use of cold-formed steel

sections, European fatigue design rules for these profiles are completely missing. The Eurocode 3 part dealing with fatigue design, i.e. EN1993-1-9, does not cover the design and classification of thin cold-formed details. However, cold-formed steel members are increasingly adopted in racking systems installed in logistic

warehouses where "storage and retrieval" (S/R) machines demand increasing working speeds and loads to satisfy industrial needs. The automatized S/R systems involve dynamic loading states rather than quasi-static and suffer from fatigue problems.

Additionally, the problem is characterised by the high residual stresses associated to cold forming manufacturing methods. Thus, the objective of this work is to study the residual stress distribution of a thin-walled steel member that has been produced by Roll Forming. This research has to be understood as a first step in the fatigue evaluation of cold-formed details.

The determination of residual stress distributions due Roll-Forming is usually performed through a combination of numerical and experimental studies. Finite Element simulations are a common tool for the machine design and the optimisation of rolls, number of passes, distance between stations, etc [1]. Experimentally, the measurement of residual stresses can be carried out by different techniques, which are usually divided according to their destructive or non-destructive nature. In the first category, methods are based on the cut of the studied piece and the subsequent analysis of the relieved deformation. The most common destructive method is sectioning, especially in metal profiles, in which a cut is made, either mechanically or by electro-erosion, and the relieved deformations registered by strain gauges are analysed [2]. In the category of non-destructive methods, X-ray diffraction and neutron diffraction might be included [3]. In these techniques, elastic deformation is obtained from the distance between crystallographic planes; from this magnitude, residual stresses can be obtained. Finally, there is a family of techniques based on the drilling of the surface to be analysed, which are usually classified as semi-destructive since, even if there is some material removal, the drill hole is usually small in relation to the dimensions of the piece. The Hole-Drilling method is classified in this last category, basically consisting in the drilling of a hole in a defined number of steps and the corresponding measurement of the deformation relieved after each depth increase by means of a strain gauge rosette [4].

In the present work, the study of residual stresses of a thin-walled steel member is carried out using a Finite Element framework specific for Roll Forming and two experimental methods: Hole-Drilling and X-Ray Diffraction.

2. SAMPLES AND MATERIALS

Residual stress determination is carried out in a thin section (1.5 mm of thickness) with a "omega-shape", as shown in Figure 1 and 5, made of a S350GD steel. The members of 600 mm of length are provided by the manufacturer whereas the material characterisation through two tensile tests gives a yield strength of 430

MPa, an ultimate tensile strength of 611 MPa, and an elongation at this ultimate stress of 22.3 %. The elastic constants have been considered as usual for steels: Young's modulus $E = 210000$ MPa and a Poisson's coefficient of 0.3.

3. ROLL FORMING FEM MODELLING

3.1 Flower and machine design

The forming angle method, as explained by Lindgren [5], must be considered for defining the bend combination required to get the final shape. The design of rolls and forming tools is based on the following backward procedure:

- The desired final section geometry is designed.
- The cross section is divided in straight entities and arc entities.
- A number of steps for the folding of each arc entity from the initially flat sheet is determined.
- The number of stations required for the folding of every section corner is selected.
- The obtained flower defines the required roll geometry for each station.

Figure 1 shows the unfolding pattern from the final shape to the flat sheet, also called "flower" design. A number of 14 stations has been considered. It must be highlighted that the final step (13 to 14 station) accounts for the elastic springback that occurs after bending.

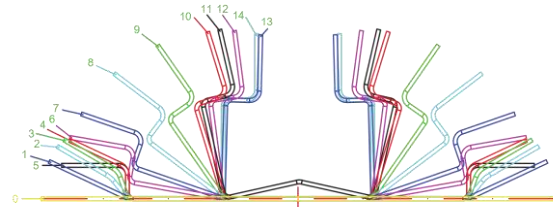


Figure 1. Folding pattern during 15 stations.

3.2. Mesh and material

Roll forming simulations are characterised by a high computational cost due to the large amount of contacts and number of passes [6,7]. In the present simulation, the real machine, as provided by the profile supplier, is implemented in the software COPRA RF, which is a specific code for Roll Forming simulations built within the MSC Marc Finite Element solver.

The simulated sheet must be longer than the distance between stations for stability reasons; here, the sheet length is 1.5 times the distance between consecutive rolling stations. The mesh is refined in the arc entities whereas the straight regions are meshed with slender elements, as shown in the node distribution near the main corner depicted in Figure 9. However, the most influential mesh parameter is the number of layers through the thickness. In the present work, 5 elements in

the thickness are simulated in order to get enough comparison points. This procedure results in 92500 elements (8-node hexahedral solid elements with trilinear interpolation). Due to the high number of elements and contact surfaces, the running time using 4 CPUs was 803 hours.

4. EXPERIMENTAL METHODS

4.1. Hole-Drilling (HD)

This procedure is based on the relationship between the relieved strains around a drilled hole and the presence of residual stresses. Three steps are required for the determination of residual stresses:

- Positioning of strain gauge rosette and drill alignment
- Incremental drilling in 20 steps of 0.05 mm and registering of relieved strains.
- Determination of residual stress distributions in a 1 mm of depth.

The strain gauge rosettes that have been used here are type-B rosettes following the configuration indicated in the ASTM E837-13a Standard [8], i.e. with the gauges positioned in the same quadrant, as show in Figure 2. A type-B rosette has been chosen because Hole-Drilling measurements must be made near rounded ends in the metallic profiles, where the higher residual stresses are expected.



Figure 2. Strain gague rosette centering and Hole-Drilling equipment.

For the determination of residual stresses from relieved strains, a matricial algorithm must be solved considering calibration coefficients that have been calculated through finite element simulations reproducing a flat situation. However, in this study the approach proposed by Alegre *et al.* [9,10] is followed to widen the applicability range of the procedure established in ASTM E837-13a [8]. Matrices of calibration coefficients are re-evaluated here considering the thin member ($t = 1.5$ mm) and the influence of rounded surfaces near the measuring point.

4.2. X-Ray Diffraction (XRD)

In contrast to the HDM, this is a non-destructive method. However, the main limitation is that a single

measure gives only the surface stress state. To get an in-depth stress distribution, the target piece is usually electropolished. In this work, only surface measurements are performed with the aim of evaluating possible bias of HDM and FEM results.



Figure 3. X-Ray diffraction equipment.

Three directions are measured for each point (-45° , 0° , and $+45^\circ$ respect the longitudinal axis) and nine tilt angles ψ are considered for the fitting procedure. The $\sin^2 \psi$ method is used to fit the residual stress in each direction.

5. RESULTS

The cutting operation after Roll Forming is also simulated in order to reproduce the possible stress relaxation due to the cut of a certain profile length for experimental measurement. Figure 4 shows the plastic strain evolution during the 12 forming station. The rolls are considered as rigid surface and the contact with the sheet is frictionless.

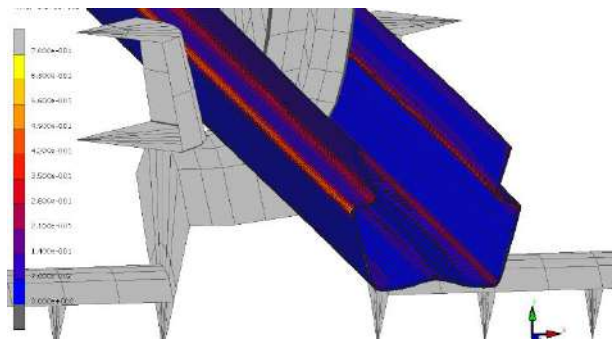


Figure 4. Plastic strain contour map at the 12 forming station.

Selecting the midsection of the steel member, where the experimental results have also been measured, residual stresses are firstly plotted along two perimeter paths (inner and outer). Then, the focus is put on the through-thickness evaluation and the comparison with experimental results.

5.1. Results along perimeter

X-Ray diffraction measurements are carried out in 8 points along the perimeter; only a half of the specimen is evaluated because symmetry is assumed. As shown in Figure 5, tensile longitudinal stresses appear (tensile in red; negative in blue) along the perimeter while the transversal stress presents a high variation between traction and compression.

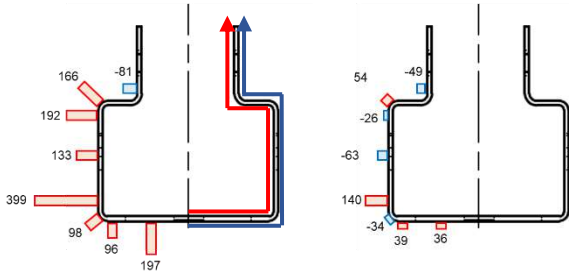


Figure 5. Residual stress measurements by X-Ray Diffraction in 8 locations on the outer surface. (a) Longitudinal stress. (b) Transversal stress.

FEM results (Figure 6) might be compared to the experimental XRD only for the outer perimeter. Longitudinal stresses show also a numerical scatter, but the tensile nature confirms the experimental findings in the outer surface. As expected, residual stresses are higher near the main corner (around 30 mm of path coordinate) and at the top secondary corners (between 60 and 80 mm). The equivalent plastic strain distribution (Figure 7) clearly indicates the plastic localisation near these three corners.

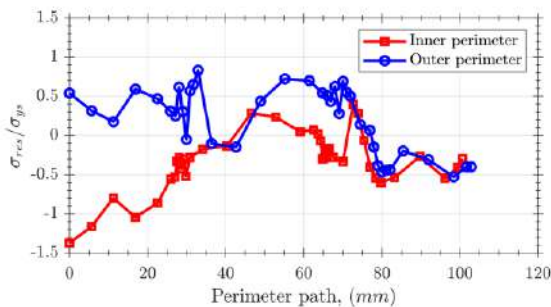


Figure 6. Longitudinal stress distribution along inner and outer perimeters.

It must be noted that the longitudinal stress (Figure 6) are very negative, i.e. highly compressive, in the central strip of the bottom specimen inner surface. This is attributed to the symmetric folding of this region, shown in Figure 4, that produces a plastic strip band.

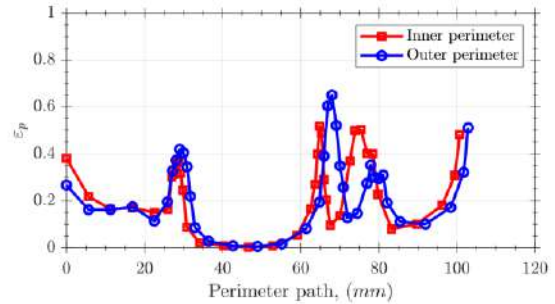


Figure 7. Equivalent plastic strain along inner and outer perimeter.

5.2. Results through thickness

The curves showing the stress variation through the section thickness are extracted from the FEM output with the aim of comparing these results with the experimental observations with the Hole-Drilling method.

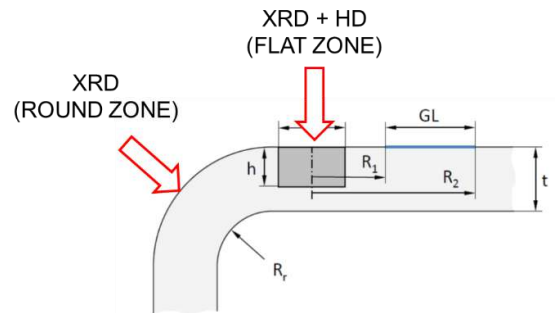


Figure 8. Scheme of measurement locations for Hole-Drilling (HD) and X-Ray Diffraction (XRD).

The following approach is considered: Hole-Drilling results are compared to the through-thickness residual stress in the Path 3 (as defined in Figure 9), i.e. on the flat bottom outer surface of the simulated sample because this is the approximate location of the strain gauge rosette centre. On the other hand, X-Ray Diffraction measurements have been performed both in that flat zone and in the round area of the corner, as depicted in the Figure 8.

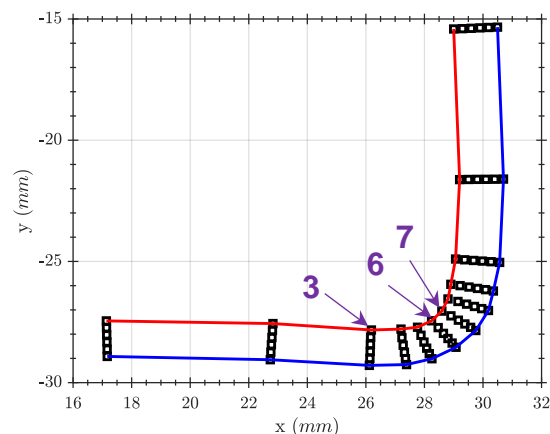


Figure 9. Definition of through-thickness paths.

The paths located near the main corner (6 and 7) should be compared to the XRD results on surface blue squares) whereas the in-depth experimental stresses found by Hole-Drilling are comparable to the numerical results in path 3. The decrease in transversal stress near the surface, i.e. the shift to compressive values, is not captured by the FEM simulation in path 6 or 7.

Within the context of residual stress influence on the fatigue behaviour of steel members, the focus should be put on the inner surface, i.e. $y/(t/2) = 1$ in the figures. FEM results on these locations for transversal stresses, which are expected to govern propagation of longitudinal cracks, show low residual tensile stresses, approximately the 20-30 % of the yield stress for the path 3 and path 6. Moreover, for path 7 a compressive stress is found on the inner side. Since paths 6 and 7 are closely located, this stress gradient might explain the experimental scatter, especially in XRD results. Nevertheless, the trend to compressive regions near the inner surface could mitigate the fatigue damage and should be corroborated by cyclic tests of cold-formed details.

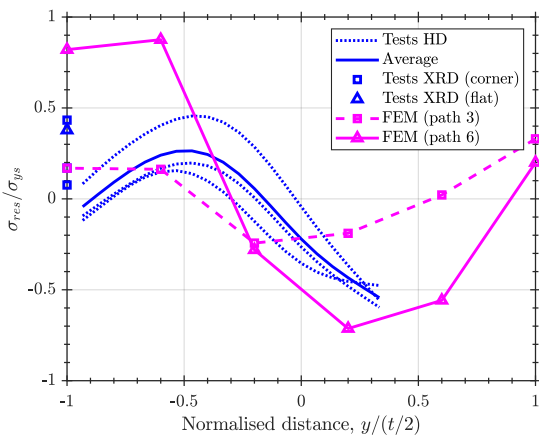


Figure 10. Transversal stress: experimental versus FEM results for path 3 (flat zone) and path 6 (corner).

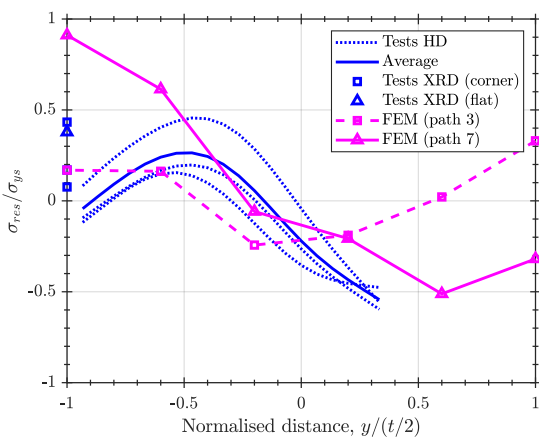


Figure 11. Transversal stress: experimental versus FEM results for path 3 (flat zone) and path 7 (corner).

For the longitudinal stresses, a better agreement is obtained for the centre of the specimen. In this case, the results of FEM in path 3 are very similar to the Hole-Drilling distributions, which show a very low scatter. However, in the surface, the XRD method seems more reliable because the coincidence with FEM predictions is better.

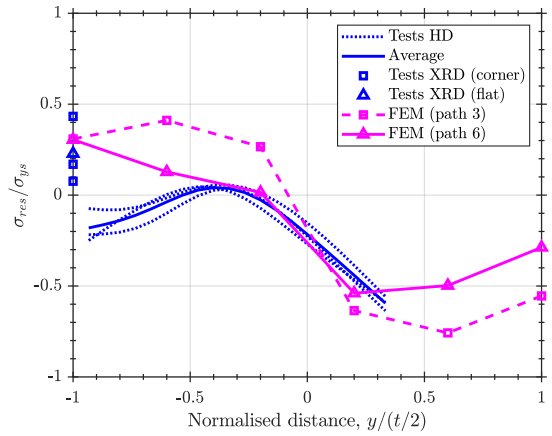


Figure 12. Longitudinal stress: experimental versus FEM results for path 3 (flat zone) and path 6 (corner).

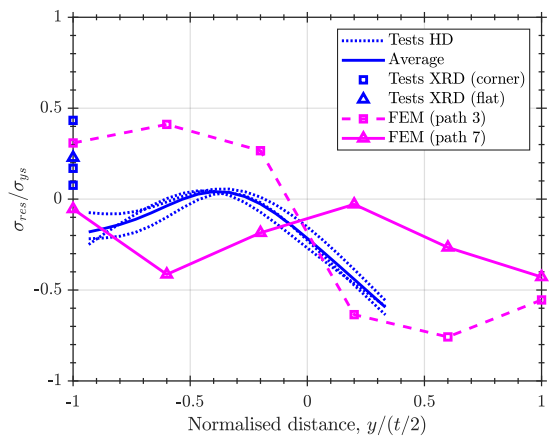


Figure 13. Longitudinal stress: experimental versus FEM results for path 3 (flat zone) and path 7 (corner).

With the aim of evaluation the influence of progressive bending and the role of contacts during Roll Forming, analytic residual stresses for pure bending, following Moen *et al.* [11], are plotted in Figure 14. Coiling influence is also taken into account including results for 5 different coiling radii. The plasticization due to coiling – uncoiling operations results in a deviation from the theoretical “zig-zag” distribution that is produced by the pure plastic bending and the subsequent elastic springback. Comparing Figures 10 and 11 with the curves shown in Figure 14, it must be concluded that Roll Forming promotes a shift of the transversal component towards tensile stresses on the outer surface, i.e. on $y/(t/2) = -1$. Even though part of this shift can be explained by the coiling effects, more

efforts must be put on the understanding of residual stresses caused by Roll Forming.

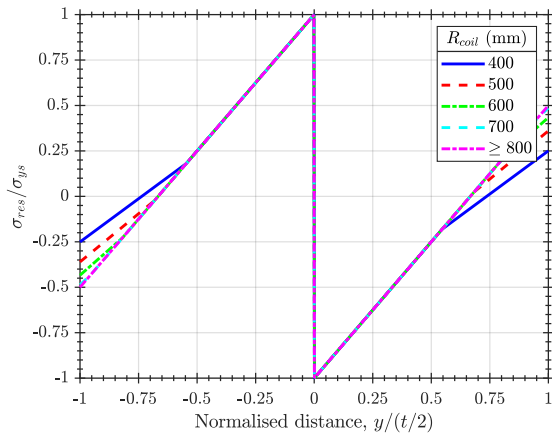


Figure 14. Transversal stress following analytic expressions for pure bending and coiling effect [11].

6. CONCLUSIONS

The following conclusions can summarise the results obtained for the numerical determination of residual stresses for the thin-walled roll-formed steel section:

- The high computational cost of Roll Forming simulation is caused by the large number of contacts that must be solved by the FE code. In this work, COPRA software, i.e. a specialized Roll Forming commercial module, has been used. The finer mesh has been simulated with 5 layers of elements throughout the thickness of the section.
- A high value of longitudinal stress has been found for the centre of the specimen (far from the corners) whereas the higher equivalent plastic strain (0.4 to 0.6) is obtained in the corners. As expected, the bended corners are highly plasticized.
- On the surface, the X-Ray diffraction points are considered more accurate and the simulations are in agreement with that stress range.
- Performing a through-thickness comparison between experimental and numerical results, it can be concluded that in the mid-layer of the section Hole-Drilling method is able to predict the tendency of both transversal and longitudinal stresses. However, FEM results deviate from the Hole-Drilling predictions near the outer surface. A better contact modelling might be the cause of this deviation; additionally, the Hole-Drilling method is less accurate for high residual stresses due to possible non-linear plasticity effects.
- Within the context of fatigue evaluation of cold-formed thin steel members, the numerical-experimental methodology here proposed is found to be a powerful tool in the understanding of mechanical phenomena involved in Roll Forming processes and in the estimation of residual stress distributions near corners.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was funded by the Research Fund for Coal and Steel (RFCS) of the European Commission through the FASTCOLD project (Ref. 745982-2017).

REFERENCES

- [1] G.T. Halmos, Roll forming handbook, Crc Press, 2005.
- [2] M. Jandera, L. Gardner, J. Machacek, Residual stresses in cold-rolled stainless steel hollow sections, *J. Constr. Steel Res.* 64 (2008) 1255–1263. doi:10.1016/J.JCSR.2008.07.022.
- [3] L. Tong, G. Hou, Y. Chen, F. Zhou, K. Shen, A. Yang, Experimental investigation on longitudinal residual stresses for cold-formed thick-walled square hollow sections, *J. Constr. Steel Res.* 73 (2012) 105–116. doi:https://doi.org/10.1016/j.jcsr.2012.02.004.
- [4] N.S. Rossini, M. Dassisti, K.Y. Benyounis, A.G. Olabi, Methods of measuring residual stresses in components, *Mater. Des.* 35 (2012) 572–588. doi:10.1016/J.MATDES.2011.08.022.
- [5] M. Lindgren, Experimental and computational investigation of the roll forming process, (2009).
- [6] Q. V Bui, J.P. Ponthot, Numerical simulation of cold roll-forming processes, *J. Mater. Process. Technol.* 202 (2008) 275–282. doi:https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.08.073.
- [7] A. Alsamhan, P. Hartely, I. Pillinger, The computer simulation of cold-roll-forming using FE methods and applied real time re-meshing techniques, *J. Mater. Process. Technol.* 142 (2003) 102–111. doi:https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00468-0.
- [8] ASTM E837 - 13a, Standard Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method, (2013). https://www.astm.org/Standards/E837.
- [9] J.M. Alegre, A. Díaz, I.I. Cuesta, J.M. Manso, Analysis of the Influence of the Thickness and the Hole Radius on the Calibration Coefficients in the Hole-Drilling Method for the Determination of Non-uniform Residual Stresses, *Exp. Mech.* 59 (2019). doi:10.1007/s11340-018-0433-0.
- [10] J.M. Alegre, A. Díaz, I.I. Cuesta, J.M. Manso, Application of the hole-drilling method for the evaluation of residual stresses near rounded ends, *J. Strain Anal. Eng. Des.* 54 (2019) 424–430. doi:10.1177/0309324719833227.
- [11] C.D. Moen, T. Igusa, B.W. Schafer, Prediction of residual stresses and strains in cold-formed steel members, *Thin-Walled Struct.* 46 (2008) 1274–1289. doi:10.1016/J.TWS.2008.02.002.

**CRACK GROWTH IN SIMULATED RESIDUAL STRESS FIELDS ON TUNGSTEN INERT GAS DRESSED
WELDED JOINTS – A 2D APPROACH
5th IBERIAN CONFERENCE ON STRUCTURAL INTEGRITY**

A.L. Ramalho^{1,2,*}, F. Antunes², J.A.M. Ferreira²

¹ Polytechnic Institute of Castelo Branco, 6000-767 Castelo Branco, Portugal.

² CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, 3004-516 Coimbra, Portugal.

* Persona de contacto: aramalho@ipcb.pt

RESUMEN

En este artículo se presenta un modelo 2D de elementos finitos para predecir las tensiones residuales generadas por soldadura de gas inerte de tungsteno (TIG) en la punta de soldadura de una junta en T. Las juntas en T soldadas, hechas de acero S355AR, se obtienen mediante un proceso de electrodo cubierto y se mejoran con fusión TIG. El análisis se desarrolló con el código de elementos finitos MSC.Marc. El campo de tensión estimado se valida con resultados de tensión experimentales obtenidos mediante difracción de rayos X.

Sobre el campo de tensión residual estimado se simula el crecimiento de grietas. La simulación se realiza con la técnica de cierre virtual de grietas, implementada en el software MSC.Marc. Los resultados obtenidos se comparan con las soluciones de integración de la ley de París-Erdogan, sin influencia de tensiones residuales, donde el factor de intensidad de tensión se obtiene utilizando el factor M_k propuesto por Bowness y Lee, incluido en el estándar BS 7910. Los resultados obtenidos también se comparan con los valores experimentales.

PALABRAS CLAVE: Tensiones residuales, simulación de soldadura, crecimiento de grietas por fatiga, grietas de soldadura, MEF

ABSTRACT

In this paper is presented a 2D finite element model to predict the residual stresses generated by Tungsten Inert Gas (TIG) dressing at the weld toe of a T-joint. The welded T-joints, made of S355AR steel, are obtained by covered electrode process and improved with TIG dressing. The analysis was developed with the MSC.Marc finite element code. The estimated stress field is validated with experimental stress results obtained using X-ray diffraction.

Over the estimated residual stress field is simulated the growth of fatigue cracks. The simulation is performed with the virtual crack closure technique, implemented in the MSC.Marc software. The obtained results are compared with the integration solutions of the Paris-Erdogan law, without influence of residual stresses, where the stress intensity factor is obtained using the M_k factor proposed by Bowness and Lee, included in BS 7910 standard. The numerical predictions are also compared with experimental results.

KEYWORDS: Residual stresses, welding simulation, fatigue crack growth, weld cracking, FEM

INTRODUCTION

The presence of flaws, stress concentration and residual stresses at the weld toe affect the fatigue strength of welded joints. TIG dressing is an important post weld technique used to improve the fatigue behavior of such joints. This treatment is also used as a repair process of cracked welds [1]. The benefits obtained by the dressing techniques are attributed to the removal of flaws and the smoothing of the weld toe radius. The dressing techniques also modify the residual stress field in the weld toe section.

The finite element welding simulations are frequently used to predict the residual stresses and distortions that occur in welded structures. This work upgrades a previous 2D model, used to predict the residual stress field induced by TIG dressing, in T-welded joints. The fatigue life of pre-existing cracks at the weld toe is estimated by the integration of the Paris-Erdogan law. The stress intensity factor (SIF) is obtained by the virtual crack closure technique (VCCT), implemented in the MSC.Marc software. The VCCT enables a local approach, considering the effect of the residual stress field on the stress intensity factor. A preliminary study is carried out, about the effect of the residual stress field

generated by the TIG dressing, on the fatigue life of welded joints. The predicted fatigue lives are compared with experimental values, and with estimations presented in [1], where the stress intensity factor is obtained using the M_k factor proposed by Bowness and Lee [2].

NUMERICAL MODEL

2.1. Welding residual stress

A numerical model was built to simulate the TIG dressing process in the weld toe of an as weld T-Joint. The 2D finite element model (FEM) used in [3, 4] was updated, including the investigations about the material properties of the parent material [5], and the TIG welding efficiency [6, 7].

The base material used in this study was a medium strength steel, S355, in the form of plates with 12.5mm thickness. The welds were made by covered electrode process with weld metal in overmatching condition. T-joints weld specimens were produced from the main plates with low penetration fillet welded with an attachment of equal thickness. From this plate, specimens with 70 mm width and 270 mm length were cut. The weld leg length presented a medium value of 9 mm. Post-weld improvement and rehabilitation treatment of weld T-joints with fatigue cracks at the weld toe were performed by TIG dressing technique. Figure 1 shows the geometry corresponding to half of a T welded joint specimen. The specimens were loaded in fatigue, by three points bending.

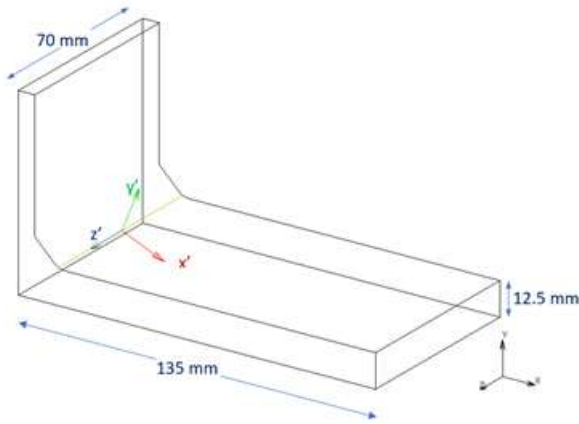


Figure 1. Geometrical model of the welded joint.

The simulation was performed in a Workstation with an intel i7 processor and the Windows 10 operating system, using a FEM model developed in the finite element software MSC.Marc 2018. The mesh consists of 458 nodes and 381 quadrilateral full integration linear elements. The element class was chosen considering the posterior use of the model to simulate the generation and growth of cracks. The mesh was generated with an automatic algorithm in MSC.Marc 2018 software, ensuring refinement in the weld toe. The mesh is represented in figure 2.

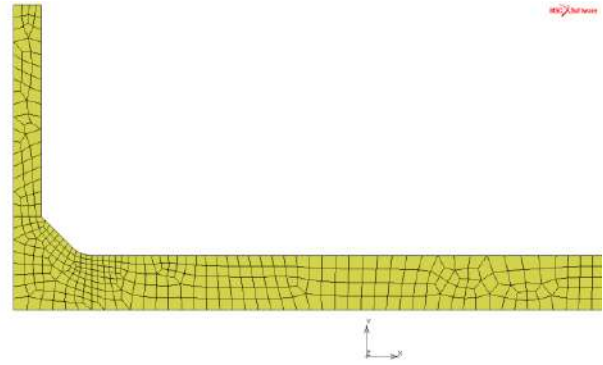


Figure 2. Mesh of the finite element model

2.2. Thermal analysis

In the middle plane of the geometrical model presented in Figure 1, a 2D transient non-linear heat flow finite element analysis was carried out. The MSC.Marc Quad 39 element type was used. It's a four-node, quadrilateral, isoparametric, linear element. This element uses linear interpolation functions and the thermal gradients are constant throughout the element. Adiabatic boundary conditions were considered in the symmetry plane of the joint. In all the others surfaces, convective-radiative conditions were used [8].

For the convective and radiative boundary conditions, a combined heat transfer coefficient was calculated using equation (1), [9].

$$h = 24.1 \times 10^{-4} \varepsilon T^{1.61}, \quad (1)$$

where T unit is $^{\circ}\text{C}$, h unit is $\text{Wm}^{-2} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$ and ε is the emissivity of the surface of the body. From [4] a value of 0.9 was assumed for ε . The variation of the thermal conductivity with the temperature, K , was obtained from [3]. To take account the influence of convection, caused by the fluid flow in the weld pool, the thermal conductivity was artificially increased for temperatures above the melting point. The variation of the specific heat with the temperature, C_p , was obtained from [5]. A latent heat of fusion of 247 kJkg^{-1} was assumed to be absorbed/released between the solidus and liquidus temperatures. These temperatures were assumed equal to 1470°C and 1520°C respectively [3]. A constant density of $7860 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ was assumed.

The heat generated by the arc welding was inputted using the double ellipsoid heat source model [8]. In this model it is assumed a Gaussian distribution of the power density in the two half ellipsoids, with centre at point $(0,0,0)$ and semi-axes a , b and c , parallel to the coordinate axes x' , y' , z' , with origin at the beginning of the weld path as indicated in figure 1. With this model, the temperature gradient in the front of the heat source is steeper than the one that occurs at the rear half of the ellipsoid. The geometry of the double ellipsoid model is presented at figure 3, and its dimensions were obtained from the macrography of the weld bead [4]. This model

is adapted to the 2D finite element analysis, using the width of the specimen (70 mm).

The power density distribution in this model is done by equation (2).

$$q(x, y, z, t) = \frac{6\sqrt{3}f Q}{abc\pi\sqrt{\pi}} e^{-3x'^2/a^2} e^{-3y'^2/b^2} e^{-3z'^2/c^2}, \quad (2)$$

where Q is the heat input, $Q=\eta VI$, η is the efficiency of the weld process, V is the voltage, and I the amperage. From [6, 7] was assumed an efficiency of $\eta=0.6$. From [4], $V=110$ V and $I=22$ A. For the frontal semi-ellipsoid $f=0.6$, $c=c_1=3$ mm, $a=2.4$ mm and $b=1.4$ mm. For the rear semi-ellipsoid $f=1.4$ $c=c_2=6$ mm. In the z' direction is assumed a welding speed, $v = 1,08$ mms⁻¹, [4].

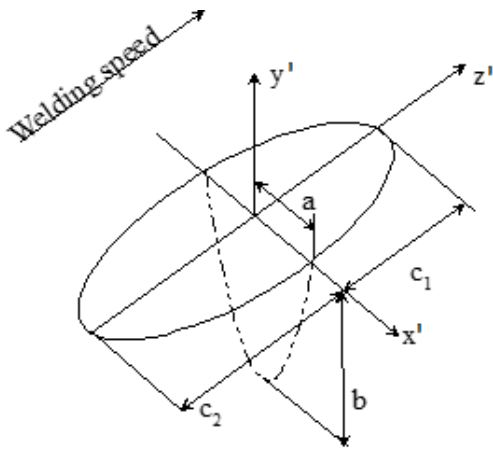


Figure 3. Geometry of the double ellipsoid heat source model.

2.3. Mechanical analysis

A 2D quasi-static finite element analysis was carried out with the same mesh that was used in the thermal analysis. The MSC.Marc Quad 11 element type was used. This is a four-node, quadrilateral, isoparametric, linear element. This element uses linear interpolation functions and the strains are constant throughout the element.

In the symmetry plane, horizontal displacement restriction was performed. In the lower right node a spring, with despicable stiffness, was added, in order to restrict the rigid body movement. The material was modelled as elasto-plastic, with a rate independent von Mises plasticity, using a combined hardening rule. The effect of microstructural changes on the residual stresses generation was not considered [10, 11]. The temperature-dependent mechanical properties were obtained from [5].

The loading was performed by gradually imposing the deformation field originated by the temperature field

obtained in the preceding thermal analysis, with a state variable boundary condition.

2.4. Fatigue crack propagation

The fatigue life of welded joints is conditioned by the previous existence of cracks in the weld bead toe, inherent to the welding processes used in the construction of steel structures. The presence of these defects and the existence of stress concentration are the main responsible for the relatively low fatigue resistance of the welded joints. The crack initiation period, responsible for most of the fatigue life of other details, is practically non-existent in welded joints. In this way, the fatigue life is practically equal to the propagation period. The prediction of the life spent in the propagation period can be made using fracture mechanics parameters. For this purpose, it is necessary to evaluate the stress intensity factor associated with the crack, from its initial to its final state.

For the same T-welded joints analysed in the present study [1], in a nominal approach, were used the M_k factors [2], to evaluate the stress intensity factor for the T-welded joint, under three-point bending and sinusoidal loading, with the equation (3).

$$K = M_k \sigma \sqrt{\pi a}, \quad (3)$$

The estimation of the fatigue life for the propagation period was carried out by integrating the Paris-Erdogan law, equation (4).

$$\int_{a_i}^{a_f} \frac{da}{(M_k \sqrt{\pi a})^m} = \int_{N_i}^{N_f} C \Delta \sigma^m dN, \quad (4)$$

For the material propagation constants were used the values, $C = 1.2288 \times 10^{-8}$ and $m = 2.6$, with da/dN in mm/cycle and ΔK in MPa.m^{1/2}.

In the present study, the three-point bending with sinusoidal loading and the material propagation constants were maintained. A local approach was used for the evaluation of the stress intensity factor, through the calculation of the strain energy release rate (G). This model is valid in the elastic domain. The propagation of a crack occurs when the energy released equals the fracture toughness of the material. In the VCCT is assumed that, for an infinitesimal crack opening, the strain energy released equals the amount of the work required to close the crack. To simplify the evaluation of this work, is assumed that an infinitesimal crack extension has negligible effects on the crack front, therefore the stress and displacement fields can be evaluated at the same configuration [12, 13]. In the mode I of fracture, opening mode, G is evaluated by equation (5).

$$G_I = \lim_{\Delta a \rightarrow 0} \frac{1}{2\Delta a} \left(\int_0^{\Delta a} \sigma_{yy}^{(a)} \delta u_y^{(a)}(x - \Delta a) dx + \int_0^{\Delta a} \sigma_{yx}^{(a)} \delta u_x^{(a)}(x - \Delta a) dx + \int_0^{\Delta a} \sigma_{yz}^{(a)} \delta u_z^{(a)}(x - \Delta a) dx \right) \quad (5)$$

where the superscript (a) means that displacements and stress are evaluated in the model with the crack length a, as shown in figure 4, [13].

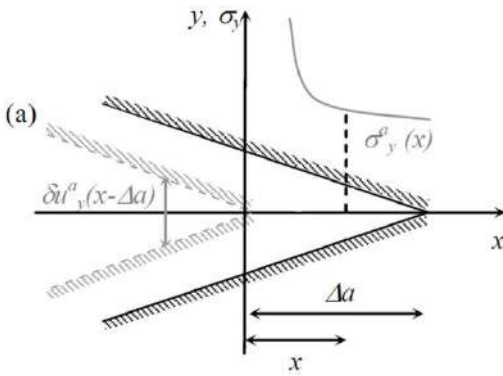


Figure 4. Schema of virtual crack closure technique: evaluation within the same configuration.

Equation (5) can be adapted to the mode II and III of fracture. For plane strain analysis the stress intensity factors can be found by equations (6).

$$G_I = (1 - \nu^2) \frac{K_I^2}{E}, \quad G_{II} = (1 - \nu^2) \frac{K_{II}^2}{E}, \quad G_{III} = (1 + \nu) \frac{K_{III}^2}{E}, \quad (6)$$

Equations (5) and (6) permit the evaluation of stress intensity factors, in the presence of stress residual fields. The initial crack is generated by automatic remeshing using a faceted surface. This initial crack is propagated by fatigue. In fatigue crack propagation, a load sequence is repeated a number of times. After each sequence, cracks are grown. For high cycle fatigue, a maximum growth increment was specified. A maximum crack growth increment of $\Delta a_0 = 0.25$ mm was considered. In this approach the crack length increment, Δa_0 , was prescribed and the corresponding number of fatigue cycles, N, was calculated by the integration of Paris-Erdogan Law (4), assuming a linear variation of the stress intensity factors K along the increment of the crack.

RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Predicted residual stresses

In figures 5(a) and 5(b) are presented the von Mises stress and the total equivalent plastic strain fields, respectively, generated by TIG dressing. There is a well defined peak of stresses and strains at the root of weld toe, induced by the thermal process. The maximum von Mises stresses are lower than 450 MPa. The stress and deformation fields are similar and in good agreement with the results presented by others authors, [11, 14].

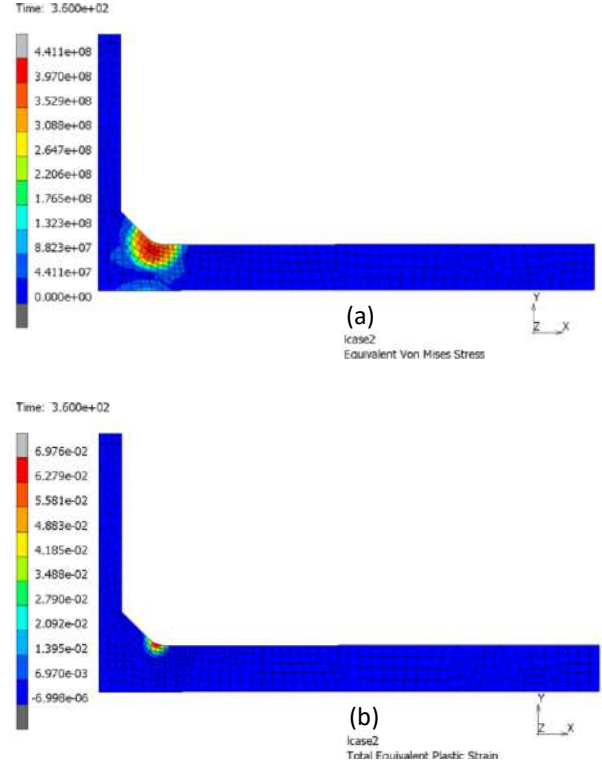


Figure 5. (a) Estimated von Mises residual stress field [Pa]; (b) Estimated total equivalent plastic strain field.

The estimated residual stresses, σ_{xx} , near the weld toe were compared with experimental values obtained by X-ray diffraction and hole drilling technique. Figure 6 presents the variation of σ_{xx} residual stresses versus the distance x.

The increase of x distance produces an increase of residual stresses up to a peak, followed by a progressive decrease. A good agreement is observed between the numerical predictions and experimental values obtained by X-ray diffraction and hole drilling technique. “ x_{toe} ” corresponds to the position of the weld toe, being used to allow comparison of the stress fields that occurs in different specimens.

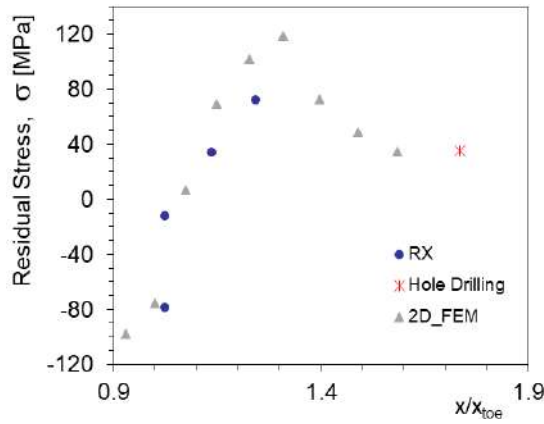


Figure 6. Comparison between the estimated residual stresses and those obtained experimentally.

3.2. Crack propagation

Figure 7 shows the energy release rate, G , obtained by the VCCT technique, in a 2D model, without initial residual stress field. This picture were obtained in the initial phase of propagation, when the crack was not yet reached the surface of the material, and it is clear that the value of G , corresponding to the propagation of the crack at the top, in the TIG remelting area, is much higher than that seen in lower part. Therefore, at this stage, the crack propagation occurs predominantly in the upper part of the specimen, in the TIG remelting zone.

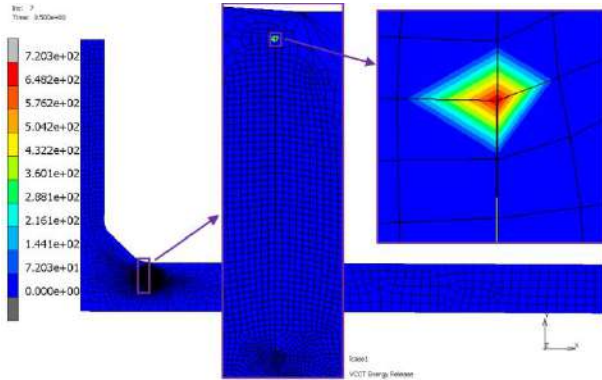


Figure 7. Energy release rate – initial fase of propagation; model without initial residual stress field.

Figure 8 presents the energy release rate of a crack propagated in a 2D model, with the initial residual stress field generated by TIG dressing. The presented configuration was obtained after the crack reached the surface. After the fracture of the upper part of the fissure, the value of G in the lower part of the crack increases greatly, causing its rapid growth.

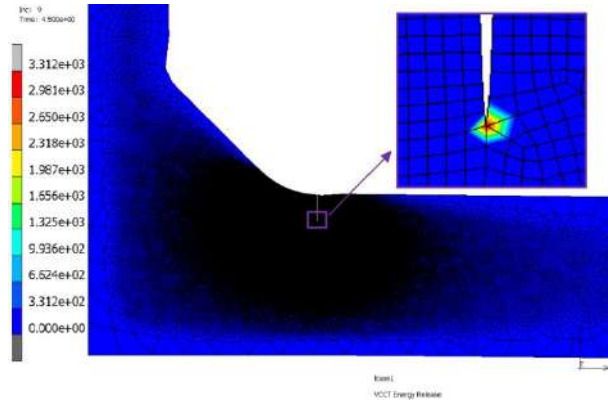


Figure 8. Energy release rate – final fase of propagation; model with initial residual stress field.

In table 1, the estimated lives are compared with those obtained in [1]. From this study, the TDR8 specimen was selected. It is a T-welded joint, which was loaded in fatigue, by three points bending, with a nominal stress range of $\Delta\sigma_1 = 518$ MPa, until a macro crack with a 4.35 mm depth, a_{reab} , was developed on the weld toe. This joint was then repaired using a TIG remelting process. Subsequently, the specimen was again loaded in fatigue, by three point bending, with a nominal stress range of $\Delta\sigma_2 = 182.8$ MPa, until it develops a crack, on the weld toe, a_f , with a depth of 7.35 mm. The final fractured section of the TDR8 specimen is presented in figure 9. In [1] were presented results of life prediction by integration of the Paris-Erdogan law, using the Mk factors to estimate the stress intensity factors.

Table 1. Experimental and predicted values of fatigue lives for the TDR8 specimen

Specimen	a_{reab}	$\Delta\sigma_1$	a_f	$\Delta\sigma_2$
TDR8	4.35	518	7.35	182.8

Specimen	N_{p1Mk}	N_{p2Mk}	N_{p1VCCT}	N_{p2VCCT}
TDR8	19623	2535	82765	312003

Specimen	$N_{p1VCCTR}$	$N_{p2VCCTR}$	N_{reab}
TDR8	100960	231426	521075

From the results presented in table 1, it appears that the fatigue life estimation, N_{p1Mk} and N_{p2Mk} , using the model proposed in [2] to calculate the stress intensity factor, SIF, is much more conservative than when the SIF is calculated by the VCCT method, N_{p1VCCT} and N_{p2VCCT} . The disparity between the two techniques for determining the SIF is much greater in the second stage of propagation, after repair of the crack, N_{p2} . This disparity is due to the fact that the estimation of life, using the model proposed in [2] for calculating the SIF, neglected the initial phase of propagation at that stage, corresponding to the rupture of the TIG melting cord. Although this cord has a small average thickness, about 1.4 mm, the propagation of the crack in the TIG cord, corresponding to the representation shown in figure 7, represents about 90% of the fatigue life estimated by the

VCCT technique for this post repair stage. The life estimated by the VCCT technique is close to the experimental values, N_{reab} .



Figure 9. Fractured section of TDR8 Specimen.

The residual stress field, in the propagation stage after repair, causes a decrease in fatigue life, $N_{p2VCCTR}$, while in the propagation stage of the initial crack, $N_{p1VCCTR}$, it has the opposite effect. This phenomenon is due to the fact that in the surface area next to the weld toe, the residual stress field generated by the TIG remelting is predominantly tensile, while in the interior parts of the specimen there are compression stresses. Thus, the global influence of residual stress field increases the fatigue life at the opening of the crack that will be repaired, while the fatigue life after repair decreases. Note that in the period after repair, propagation in the remelted zone constitutes more than 90% of the fatigue life, and it is precisely in that area that residual tensile stresses occur.

CONCLUSIONS

A two-step thermo mechanical finite element analysis was applied to predict residual stress field, induced by TIG dressing at the weld toe of a T-joint, using a 2D transient non-linear thermal analysis followed by a 2D plane strain quasi-static elasto-plastic one.

Predicted and experimental surface residual stresses obtained by the X-ray diffraction method, were compared and a very good agreement was obtained.

A numerical model for estimating fatigue life using the VCCT was developed and presented. Fatigue life estimates were conducted in 2D models. The numerical model was successfully applied to estimate the fatigue life of cracks propagating in the residual stress field generated by the TIG remelting.

REFERENCES

[1] A.L. Ramalho, J.A.M. Ferreira, C.M. Branco. Fatigue Behaviour of T Welded Joints Rehabilitated by Tungsten Inert Gas and Plasma Dressing. *Materials and Design* (2011) 32(10): 4705-4713.

[2] D. Bowness, M.M.K. Lee. Prediction of weld toe magnification factors for semi-elliptical cracks in T butt joints. *International Journal of Fatigue* (2000) 22:5, 369-387.

[3] A.L. Ramalho, J.A.M. Ferreira, C.M. Branco. Residual stresses analysis in plasma dressed welded joints - a simplified finite element

approach. XIII Portuguese Conference On Fracture, Coimbra 2012.

[4] A.L. Ramalho, J.A.M. Ferreira, C.M. Branco. Residual stresses analysis in TIG dressed welded joints, The 8th Portuguese Conference on Fracture, Vila Real 2002.

[5] A.L. Ramalho, F. Antunes, T. Nobre, J.A.M. Ferreira. Caracterização Mecânica do Aço S 355 a Temperatura Elevada, TEMM2018 – 1st Iberic Conference on Theoretical and Experimental Mechanics and Materials, Porto 2018.

[6] N. Stenbacka, I. Choquet, K. Hurtig. Review of Arc Efficiency Values for Gas Tungsten Arc Welding, IIW Commission IV-XII-SG212 Intermediate Meeting BAM. Berlin 2012. Doc. XII-2070-12/212-1229-12.

[7] T.J. Donegá, T.F. Costa, V.A. Rosenda, L.O. Vilarinho. Comparison of thermal efficiency between A-TIG and conventional TIG welding. *Welding International* (2016), 30(4): 255-267.

[8] J. Goldak, A. Chakravarti, M. Bibby. A New Finite Element Model for Welding Heat Sources. *Metallurgical Transactions B* (1984) 15B: 299-305.

[9] R.R. Rykalin. Energy Sources for Welding. Houdrement Lecture, International Institute of Welding, London 1974.

[10] L. Börgesson, L-E. Lindgren. Simulation of Multipass Welding With Simultaneous Computation of Material Properties. *Journal of Engineering Materials and Technology* (2001) 123(1): 106-111.

[11] Z. Barsoum, I. Barsoum. (2009). Residual stress effects on fatigue life of welded structures using LEFM. *Engineering Failure Analysis* (2009) 16(1): 449-467.

[12] R. Krueger. Virtual crack closure technique: History, approach and applications. *Applied Mechanics Reviews* (2004) 57(2): 109-143.

[13] P. Elisa. Virtual Crack Closure Technique and Finite Element Method for Predicting the Delamination Growth Initiation in “Composite Structures Advances in Composite Materials: Analysis of Natural and Man-Made Materials”. In: Tesinova, P. (Ed.). In Tech, Rijeca, Croatia 2011, pp. 463.

[14] K. Yuan, Y. Sumi. Welding residual stress and its effect on fatigue crack propagation after overloading in “Analysis and Design of Marine Structures”. In: – Guedes Soares & Romanoff, J., Soares, C. G. (eds). Taylor & Francis Group, London 2013, pp. 447.

NEUBER'S RULE: A NUMERICAL ANALYSIS

Lucas F. R. C. da Silva^{1*}, Paulo M. S. T. de Castro¹

¹ Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, R. Dr. Roberto Frias, Porto, 4200-465, Portugal

*Corresponding author: lucasfrc_silva@hotmail.com

ABSTRACT

The history of deformation at critical points is of paramount importance in low cycle fatigue. In parts with sudden changes in geometry, due to the stress concentration effect plasticity may occur close to the notches even under nominal stress much lower than the yield strength of the material. This paper aims to analyze the stress and strain state near the notches using the Neuber rule and the Ramberg-Osgood description of the stress/strain relationship.

MATLAB software routines were developed to analyze theoretical results, and these results will be compared with finite element method results using Abaqus software.

In order to evaluate Neuber's rule both analytically and numerically, a plate with a central circular hole, subjected to monotonic and cyclic loading, was analyzed to evaluate the behavior near the notch. Two different materials were considered. One of the materials has no hardening, i.e., elastic perfectly plastic material; the other material was the S355 steel, displaying substantial hardening.

While the stress concentration factor K_σ and the strain concentration factor K_ϵ have the same value in elastic regime, in the elasto-plastic regime the stress concentration factor K_σ tends to decrease and the strain concentration factor K_ϵ tends to increase with increase in plastic deformation.

For the cases analyzed, Neuber's rule gives accurate results for stresses and deformations near notches for $\sigma/\sigma_y < 0.6$. The errors for stress and strain resulting from the use of Neuber's rule, taking as reference the non-linear Abaqus analyses, are discussed and presented in this article.

KEYWORDS: Neuber rule; Ramberg-Osgood; stress concentration factor; strain concentration factor; Abaqus

INTRODUCTION

The history of deformation at critical points is of paramount importance in low cycle fatigue. In parts with sudden changes in geometry, due to the stress concentration effect, plasticity may occur close to the notches even under nominal stress much lower than the yield strength of the material. This paper aims to analyze the stress and strain state near the notches using the Neuber's rule and the Ramberg-Osgood description of the stress/strain relationship. MATLAB software routines were developed to analyze theoretical results, and these results were compared with finite element method results using Abaqus software.

In order to evaluate Neuber's rule both analytically and numerically, a plate with a central circular hole, subjected to monotonic and cyclic loading, was analyzed to evaluate the behavior near the notch. Two different materials were considered. One of the materials has no hardening, i.e., elastic perfectly plastic material; the other material was the S355 steel, displaying substantial hardening.

RAMBERG-OSGOOD

Ramberg-Osgood equation aims to evaluate the non-linear relationship between stress and strain in plastic regime. In other words, Ramberg-Osgood is useful to model material hardening. Deformations can be divided in elastic and plastic deformation. Elastic deformation is the one that once the load is removed the deformation disappears while the plastic deformation remains. According to Ramberg-Osgood the relation between total deformation, elastic and plastic deformations can be analyzed from equation (1).

$$\epsilon = \epsilon_e + \epsilon_p = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K}\right)^{\frac{1}{n}} \quad (1)$$

NEUBER'S RULE

In uniaxial linear elastic case Neuber verified that $K_t = K_\epsilon = K_\sigma$. After the material's yield stress, the relation between stress/strain is no longer linear. On plastic regime for elastic-perfectly plastic materials equation (2) is used.

$$K_\sigma \cdot \sigma_n = \sigma_y; K_t > K_\sigma \quad (2)$$

It becomes important to highlight that the effect of the stress concentration factor during fracture depends on material behaviour. In ductile materials will occur deformation on notches decreasing the value of the stress concentration factor while fragile materials will break. High resistance materials are harder to deform next to notches, thus the stress concentration factors will remain high while in low resistance materials deformation will occur. The notches on low resistance materials will become less sharp decreasing the stress concentration. Further explanations can be found, for e.g., in de Castro and Meggiolaro [1].

In ductile parts is possible to analyze that the relation between $\frac{K_\sigma}{K_t}$ tends to decrease while the relation between $\frac{K_\varepsilon}{K_t}$ tends to increase.

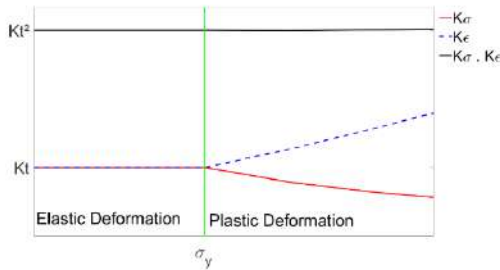


Figure 1. Schematic figure of K_σ , K_ε and product of $K_\sigma \cdot K_\varepsilon$ behaviour.

Neuber, while investigating strain concentration in plastic regime in prismatic parts of non-linear material under torsion and low deformation, proved that:

$$K_t^2 = \frac{\sigma \cdot \varepsilon}{\sigma_n \cdot \varepsilon_n} \quad (3)$$

It became common to generalize the effect of stress concentration to any kind of part or load under plane stress. This relation became known as Neuber's Rule.

3.1. Monotonic Loading

According to previously shown equations becomes possible to evaluate stress and strains next to notches as function of nominal stress. Combining equations (1) and (3) is possible to obtain the relation between nominal and real stress under monotonic loading

$$K_t^2 \cdot \sigma_n \left(\frac{\sigma_n}{E} + \left(\frac{\sigma_n}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \right) = \sigma \left(\frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \right) \quad (4)$$

Since the left-hand side of the equation is known is possible to calculate local stress. Strains for monotonic loading can be evaluated from equation (1).

3.2. Cyclic Loading

In cyclic loading cases turns out to be necessary to use nominal stress amplitude $\Delta\sigma_n$ instead of nominal stress. Ramberg-Osgood equation will become:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \left(\frac{\Delta\sigma}{2K} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (5)$$

And Neuber's Rule for cyclic loading will become:

$$K_t^2 = \frac{\Delta\sigma \cdot \Delta\varepsilon}{\Delta\sigma_n \cdot \Delta\varepsilon_n} \quad (6)$$

Combining equations (5) and (6) makes possible to obtain an equation that relates nominal stress and stress and strain next to notches.

$$K_t^2 \cdot \Delta\sigma_n \left(\frac{\Delta\sigma_n}{E} + \left(\frac{\Delta\sigma_n}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \right) = \Delta\sigma \left(\frac{\Delta\sigma}{E} + \left(\frac{\Delta\sigma}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \right) \quad (7)$$

ANALYZED MODEL

In order to analyze Neuber's rule numerically and analytically was developed a finite element model of a plate with a hole loaded remotely. The plate is squared with dimensions 100 mm and a center hole with radius of 10mm. The plate will be submitted to different monotonic loadings of up to 350 MPa. It will also be submitted to a cyclic loading in order to analyze the behaviour next to the notch.

Two different materials were studied. One of them will have no hardening and will be considered as an elastic perfectly plastic material, EPP. The other will be steel S355 with great hardening. Mechanical properties can be analyzed on table 1.

Table 1. Mechanical Properties of elastic perfectly plastic material and Steel S355

	Elastic Perfectly Plastic	S355
Young's Modulus (GPa)	200	207
Yield Strength (MPa)	400	460

The plate geometry was modelled on software Abaqus in a 2D model of 1/4 of the plate. Symmetry condition was applied in axis X and Y. The loading was applied as a pressure. A structured mesh with refining next to the notch was used. Quadratic elements with reduced integration and plane stress CPS8R were applied to the model. Boundary conditions and mesh can be analyzed from figure 2.

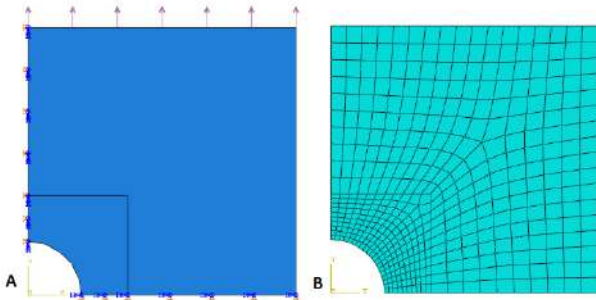


Figure 2. (A) Boundary conditions applied to the model; (B) Mesh used in Abaqus.

4.1. Evaluation of K_t

The proposed geometry has a stress concentration factor $K_t=3$. In order to estimate K_t numerically in elastic regime was applied a 100 MPa load to EPP material. The 100 MPa load was chosen because theoretically should not have any plastic strain, thus $K_t=K_\sigma =K_\epsilon$. Figure 3 shows that the maximum stress is 299.9 MPa on the hole border. The K_t evaluated as 3 has an error of 0.033%.

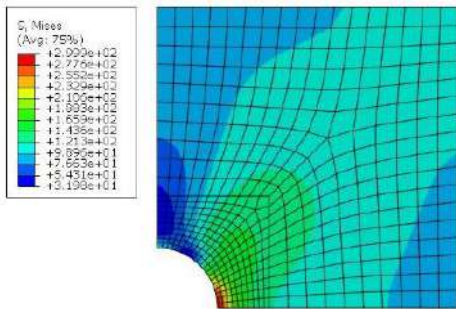


Figure 3. Numerical results for material EPP and load of 100 MPa.

3.2. Ramberg-Osgood Modelling

In order to model material hardening Ramberg-Osgood was used. Parameters for material S355 were extracted from a work made by Jesus et al. [2]. Figure 5 shows the comparison between experimental and Ramberg-Osgood results. Parameters K and n can be evaluated from table 2.

Table 2. Parameter used in Ramberg-Osgood model

	Elastic Perfectly Plastic	S355
K	401	595.85
n	0.001	0.0757

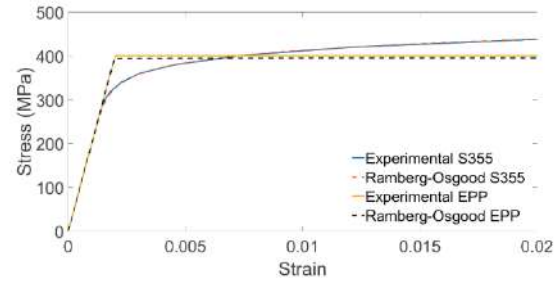


Figure 4. Comparison between experimental and Ramberg-Osgood modelling.

It is important to highlight that the results are so precise that in part of the domain the curves superimpose each other.

MONOTONIC LOADING RESULTS

5.1. Material Elastic Perfectly Plastic

Figure 6 shows the graphic results of Neuber's rule for different loadings applied on EPP material obtained in software MATLAB. Tables 3 and 4 shows the comparison between results obtained from ABAQUS and MATLAB and the error.

Table 3. Overview of stress results for ABAQUS simulations and Neuber's rule on MATLAB routine for material EPP

Load (MPa)	Abaqus stress (MPa)	Neuber's rule stress (MPa)	Error (%)
100	299.9	300	0.033
150	400.93	400	0.23
200	400.70	400	0.175
250	400.72	400	0.18
300	400.74	400	0.185

Table 4. Overview of strain results for ABAQUS simulations and Neuber's rule on MATLAB routine for material EPP

Load (MPa)	Abaqus strain	Neuber's rule strain	Error (%)
100	0.0015	0.0015	0
150	0.00283	0.00254	10.24
200	0.00458	0.0045	1.74
250	0.00818	0.00703	14.06
300	0.0184	0.01013	44.94

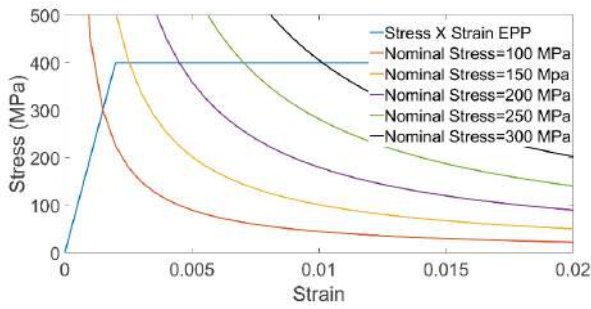


Figure 5. Graphic analysis for stress and strain for Neuber's Rule. Material EPP

Figure 6 shows values for K_ϵ , K_σ and the product $K_\epsilon \cdot K_\sigma$ in function of normalized yield strength. It is possible to see that the product of $K_\epsilon \cdot K_\sigma$ is constant up to $\frac{\sigma}{\sigma_Y} \leq 0.6$.

For values of $\frac{\sigma}{\sigma_Y} > 0.6$ the product of $K_\epsilon \cdot K_\sigma$ explodes. In other words, Neuber's rule seems not to be valid for $\frac{\sigma}{\sigma_Y} > 0.6$.

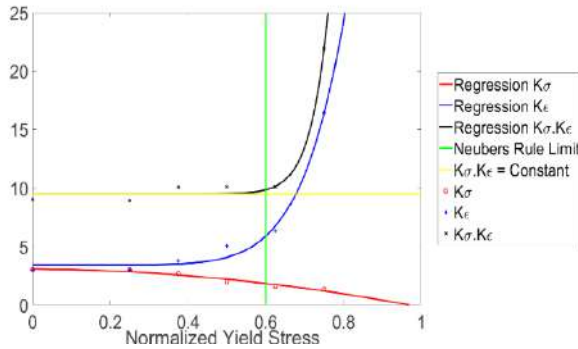


Figure 6. Graphic analysis for stress and strain for Neuber's Rule. Material EPP

5.2. Material S355

Figure 7 shows the graphic results of Neuber's rule for different loadings applied on steel S355 obtained in software MATLAB. Table 5 and 6 shows the comparison between results obtained from ABAQUS and MATLAB and the error.

Table 5. Overview of stress results for ABAQUS simulations and Neuber's rule on MATLAB routine for material S355

Load (MPa)	Abaqus stress (MPa)	Neuber's rule stress (MPa)	Error (%)
100	267.3	291	8.98
150	324.2	354	9.25
200	380.6	381	0.26
250	426.9	398	6.57
300	460.9	414	10.0
350	519.1	436	15.9

Table 6. Overview of strain results for ABAQUS simulations and Neuber's rule on MATLAB routine for material S355

Load (MPa)	Abaqus strain	Neuber's rule strain	Error (%)
100	0.001792	0.001499	16.35
150	0.003437	0.00276	19.69
200	0.006351	0.00456	28.20
250	0.01679	0.00687	59.08
300	0.0372	0.0102	72.58
350	0.166	0.0185	88.85

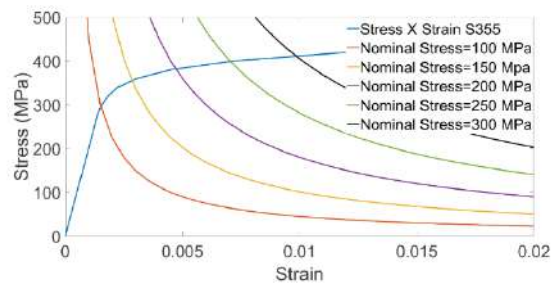


Figure 7. Graphic analysis for stress and strain for Neuber's Rule. Material EPP

Figure 8 shows values for K_ϵ , K_σ and the product $K_\epsilon \cdot K_\sigma$ as a function of normalized yield strength. It is possible to see that the product of $K_\epsilon \cdot K_\sigma$ is constant up to $\frac{\sigma}{\sigma_Y} \leq 0.9$.

For values of $\frac{\sigma}{\sigma_Y} \leq 0.9$ the product of $K_\epsilon \cdot K_\sigma$. In other words, Neuber's rule seems not to be valid for $\frac{\sigma}{\sigma_Y} \leq 0.9$.

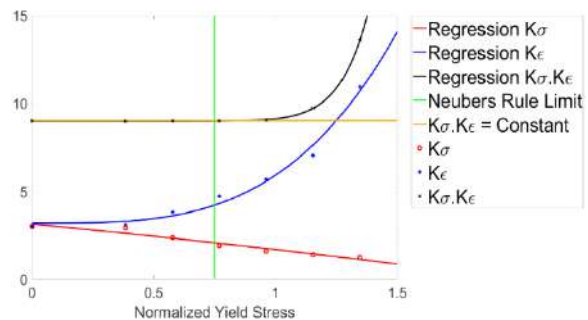


Figure 8. Graphic analysis for stress and strain for Neuber's Rule. Material EPP

CYCLIC LOADING RESULTS

In this section will be presented the results to cyclic loading applied to the plate. For material EPP the applied load block was (0 → 200 → -200 → 200 → -200 → 200) MPa and for S355 the applied loading block was (0 → 150 → -150 → 150 → -150 → 150) MPa. Both cases were analyzed under R=-1. The loading magnitudes were selected in order to be lower than 60% of the materials yield stress.

Table 7 shows the results for $\Delta\varepsilon$ and $\Delta\sigma$ and its errors for material EPP. The obtained results were analyzed in function of $\Delta\varepsilon$ and $\Delta\sigma$ since those are the main driving forces of low cycle fatigue.

Table 7. Comparison between hysteresis loop for material elastic perfectly plastic

	Abaqus	Neuber's rule	Error (%)
$\Delta\varepsilon$	0.0099999	0.009	9.90
$\Delta\sigma$ (MPa)	873	800	8.36

Figures 9 and 10 shows hysteresis loop for load blocks applied to both materials.

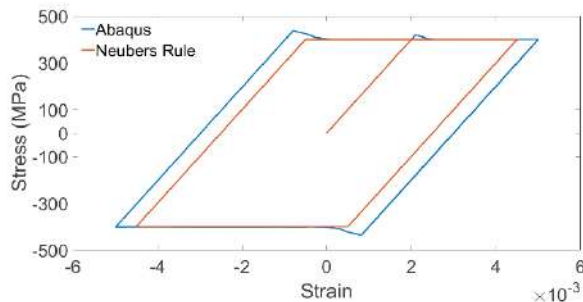


Figure 9. Comparison between Stress-Strain obtained from Abaqus and Neuber's rule for material EPP

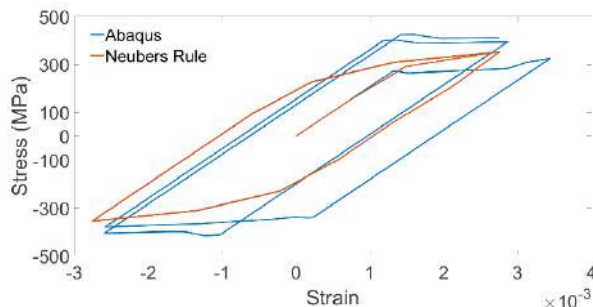


Figure 10. Comparison between Stress-Strain obtained from Abaqus and Neuber's rule for material S355

It is important to highlight that the hysteresis loop obtained through Abaqus shows material hardening. This phenomenon can be observed through the fact that besides same stress range applied the strains on the second loop will become smaller.

Since the material behaviour changes from one loop to another the errors will be calculated to each loop individually. The results shown on table 6 show good convergence with those obtained through Neuber's Rule and Ramberg-Osgood.

Table 8. Comparison between hysteresis loop 1 for material S355

	Abaqus	Neuber's rule	Error (%)
$\Delta\varepsilon$	0.005448	0.00552	1.32
$\Delta\sigma$ (MPa)	774	709.82	8.29

Table 9. Comparison between hysteresis loop 2 for material S355

	Abaqus	Neuber's rule	Error (%)
$\Delta\varepsilon$	0.005336	0.00552	3.45
$\Delta\sigma$ (MPa)	815	709.82	12.9

CONCLUSIONS

From the results obtained in this work is possible to reach to some conclusions. The stress concentration factor K_σ and strain concentration factor K_ε have the same value in elastic regime. When plasticity occurs the stress concentration factor tends to decrease while the strain concentration factor tends to increase.

Neuber's rule showed good accuracy for loads lower than 60% of the materials yield stress. For loads $\frac{\sigma}{\sigma_Y} > 0.6$ on monotonic loadings Neuber's rule leads to wrong calculations.

REFERENCES

- [1] de Castro J.T.P, Meggiolaro, M.A., 2016. "Fadiga: Técnicas e Práticas de Dimensionamento Estrutural sob Cargas Reais de Serviço", Createspace Independent Publishing Platform
- [2] de Jesus, A.M.P., Matos, R., Fontoura, B.F.C., Rebelo, C., da Silva, L. S., Veljkovic, M.O., 2012. "A comparison of the fatigue behavior between S355 and S690 steel grades". Journal of Constructional Steel Research, 79, 140-150.

AN OCTREE-BASED ADAPTIVE MESH REFINEMENT FOR ADDITIVE MANUFACTURING

B.M. Marques^{1*}, D.M. Neto¹, M.C. Oliveira¹

¹ University of Coimbra, CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering,
Rua Luís Reis Santos, Pinhal de Marrocos, 3030-788 Coimbra, Portugal

* Contact person: bruno.marques@uc.pt

RESUMEN

Se ha prestado cada vez más atención a los procesos de fabricación aditiva (AM) debido a su capacidad para producir piezas complejas y personalizadas. Con el fin de evitar la lenta y costosa experimentación física de ensayo y error, se ha adoptado un modelado numérico para comprender los fenómenos involucrados en el proceso. Sin embargo, el costo de las simulaciones numéricas es muy alto debido a la naturaleza multifísica y multiescala. Con el fin de reducir el tiempo computacional del análisis de elementos finitos, se puede adoptar el refinamiento de malla adaptable (AMR), lo que permite reducir significativamente el número de elementos finitos sin pérdida de precisión. Este estudio presenta un nuevo algoritmo AMR basado en octree, desarrollado específicamente para la simulación AM, donde las mallas no conformes generadas están compuestas por elementos finitos hexaédricos lineales. Los criterios utilizados para el refinamiento/engrosamiento de cada zona se basan en la trayectoria del láser, particularmente la región alrededor del láser, que se caracteriza por grandes gradientes de temperatura. El algoritmo propuesto garantiza un equilibrio 2:1 entre los elementos vecinos y permite la deposición multicapa por la estrategia de activación de elementos, que divide el dominio en elementos finitos activos e inactivos. Los resultados muestran que el procedimiento propuesto permite la generación de mallas no conformes con un número total de elementos un 99% inferior a una malla conformante.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva, Elementos finitos, Refinamiento de malla adaptable, Malla octree

ABSTRACT

Increasing attention has been given to additive manufacturing (AM) processes due to their ability to produce complex and customized parts. In order to avoid the slow and expensive trial-and-error physical experimentation, numerical modelling has been adopted to understand the phenomena involved in the process. However, the cost of the numerical simulations is very high due to the multi-physics and multi-scale nature. In order to reduce the computational time of the finite element analysis, the adaptive mesh refinement (AMR) can be adopted, allowing to significantly reduce the number of finite elements without loss of accuracy. This study presents a new octree-based AMR algorithm, specifically developed for AM simulation, where the generated non-conforming meshes are composed by linear hexahedral finite elements. The criteria used for the refinement/coarsening of each zone is based on the laser path, particularly the region around the laser spot, which is characterized by large temperature gradients. The proposed algorithm guarantees a 2:1 balance between neighbouring elements and allows multi-layer deposition by element activation strategy, which divides the domain into active and inactive finite elements. The results show that the proposed procedure enables the generation of non-conformal meshes with a total number of elements 99% lower than a conformal mesh with similar minimum element size.

KEYWORDS: Additive manufacturing; Finite element simulation; Adaptive mesh refinement; Octree mesh

INTRODUCTION

In the last decade, additive manufacturing (AM) processes have received increasing attention to produce highly customized and complex components, particularly the powder bed fusion technology for metallic components [1]. Nevertheless, the unwanted residual stresses and distortions of the final component are unresolved issues associated with the AM process [2, 3]. Indeed, the part distortion yields low dimensional accuracy, while the presence of residual stresses can

deteriorate the fatigue strength of the component [4]. Therefore, the optimization of the process parameters is vital for the AM success, which is very expensive and time consuming using exclusively trial-and-error experiments [5]. On the other hand, numerical simulation can provide a better understanding of the AM process, increases the predictability of the component properties and establishes optimization guidelines for the manufacturing process. However, the computational cost of numerical simulations can be very high due to the multi-physics and multi-scale nature of the AM

process. Indeed, the numerical modelling of AM processes requires a very high computational effort, particularly when combined with the need for the simulation of the entire thermo-mechanical history [6].

Both the accuracy of the numerical solution and the computational time are strongly dependent of the finite element mesh adopted in the numerical analysis. Regarding the generation of the finite element mesh, the meshes can be divided into two groups: conforming and non-conforming. Although most of the finite element analysis resort to conforming meshes, the numerical simulation of AM processes takes advantage of non-conforming meshes due to the high degree of flexibility for discretizing the region where a fine mesh is required [7]. The main drawback of non-conforming meshes is the presence of hanging nodes, which require a special treatment to enforce the continuity. The adoption of non-conforming structured meshes to refine the region of interest is called Adaptive Mesh Refinement (AMR), which is used to enrich the region around the laser with a much denser mesh. Besides, the AMR can be further divided into static AMR and dynamic AMR [8]. The static AMR uses the same finite element mesh during the entire simulation process, while the dynamic AMR updates the refined region accordingly to either the laser position or the state variables (temperature gradients). Since the powder bed fusion AM processes present extremely high-temperature gradients near the (moving) melt pool, the adoption of a dynamic AMR approach in the simulation process allows to reduce the computational time in comparison with the static AMR approach [9]. However, the dynamic AMR approach requires the update of the finite element mesh, which is a time-consuming task due to the generation/elimination of elements and remapping of the state variables between meshes.

Considering the use of non-conforming meshes, the mesh refinement is achieved by element split, i.e. the bisection procedure is applied to each parent element, which is replaced by eight (assuming a hexahedral element) children elements. On the other hand, the coarsening is obtained by recovering parent element from the corresponding children elements. Since a fast and easy access to the hierarchical information is required for computational efficiency, a tree data structure (called octree) is usually adopted, which establishes the hierarchical information between parent and children elements through the element level. The octree is analogous to a binary tree (maximum of two children per element) in one dimension and to a quadtree (maximum of four children per element) in two dimensions. The simple Cartesian structure and embedded hierarchy, make octree-based mesh adaptation, reconstruction and data access fairly fast and easy [10] which is ideal for dynamic AMR.

In this paper, an octree-based AMR algorithm is presented with additive manufacturing applications in mind. The algorithm uses an enrichment h-refinement procedure to produce corner balanced refinements for local portions of the mesh. Moreover, multi-layer deposition is integrated in the proposed algorithm, based on the element activation strategy [11].

ADAPTIVE MESH REFINEMENT ALGORITHM

An octree-based data structure [12] is used to store mesh-related information required for the mesh refinement/coarsening procedure. This provides easy and fast access to all finite element's information, allowing to achieve fast computational times for dynamic AMR. The root of the tree is the initial mesh, composed by hexahedral finite elements in the present study, which is also the coarser mesh used in the dynamic AMR procedure. The level 0 is assigned to this initial mesh, while the level of the children is one level higher than its parent [13]. Figure 1 (a) presents an example illustrating the relationship between the mesh domain and the corresponding octree-based hierarchical data structure. The initial mesh was composed by a single hexahedral finite element (level 0). Due to the bisection procedure, this element was replaced by eight children elements of level 1 (cyan). In order to generate a gradient in the mesh refinement, only a single child element of level 1 was replaced by the corresponding children elements of level 2 (orange). Finally, only a single child element of level 2 was replaced by the corresponding children elements of level 3 (red). The final mesh is composed by finite elements of three different sizes, corresponding to the level 1 up to level 3. This information is stored in an octree-based structure schematically presented in Figure 1 (b), where the empty squares represent the parent elements, which are disabled and replaced by their respective enabled children. This type of data structure is very efficient for storing the required information, allowing to develop efficient algorithms for mesh refinement/coarsening.

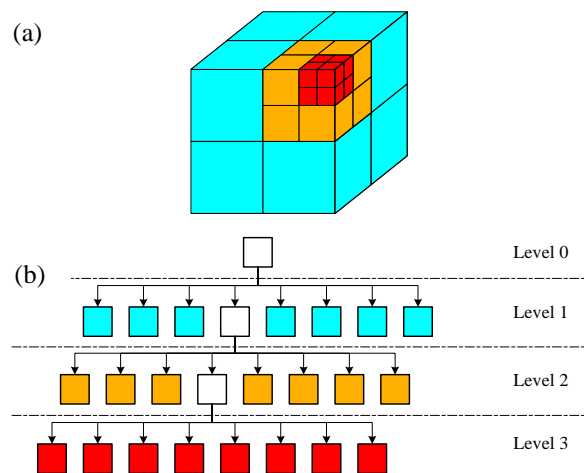


Figure 1. Three-dimensional adaptive mesh refinement: (a) generated cartesian mesh of the block; (b) corresponding octree-based hierarchical data structure.

2.1. Mesh refinement procedure

The proposed mesh refinement procedure takes into account the laser path, since this location requires a fine mesh to capture the severe temperature gradients. Moreover, the volume around the laser beam containing the fine mesh is defined taking into account the volumetric heat source adopted in the finite element model, which in this work was the double ellipsoidal heat source [14]. In order to avoid the presence of hanging nodes in this region of interest, the finite elements with maximum level of refinement (user defined) are contained within an amplified size of the volumetric heat source. The update of the finite element mesh in each time step of the simulation according to the current position of the laser is very time consuming, while the refinement of the entire laser path leads to excessive finite elements. Accordingly, the laser path is divided into a finite number of stages, which are refined sequentially through the movement of the amplified heat source volume. Each stage of the laser path covers the current and the forthcoming position of the laser beam.

Figure 2 presents the flowchart of the proposed mesh refinement procedure adopted in the AMR. The volume to be refined is defined by the movement of the amplified heat source volume over the initial mesh (level 0). The first step comprises a cycle over the finite elements of level 0 to identify which of them are contained (totally or partially) by this volume. Then, the elements identified as been contained by this volume are disabled and replaced by the corresponding children (eight for each parent), which are finite elements of level 1, to be used in the next cycle. This procedure is recursively repeated until the entire amplified heat source volume is discretized with finite element of the maximum level (defined by the user).

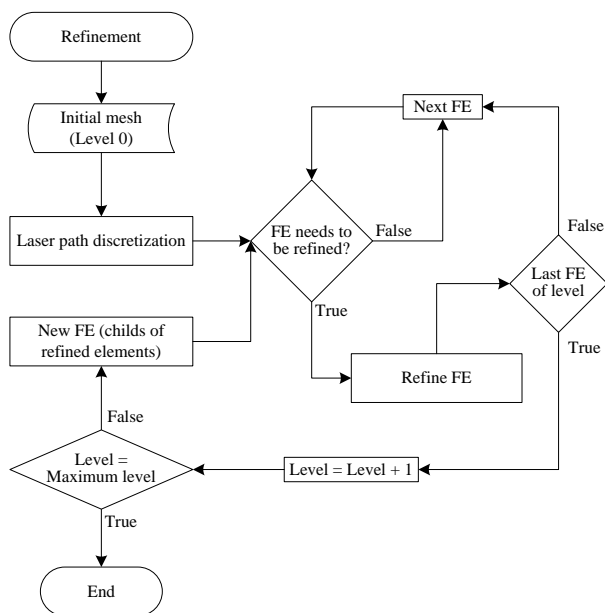


Figure 2. Flowchart of the mesh refinement procedure adopted in the AMR.

2.2. Mesh coarsening procedure

The main purpose of the mesh coarsening procedure is to recover the initial coarse mesh once the laser moves away. This allows to reduce the total number of finite elements present in the mesh and, consequently, the simulation time. Figure 3 presents the flowchart of the proposed mesh coarsening procedure adopted in the AMR. The first step comprises a cycle over the finite elements with the maximum level, which are selected for coarsening, i.e. the refinement level will decrease by enabling the parent elements and disabling their children. This procedure is performed recursively ($Level = Level - 1$) until level 0 is reached or the element size is restricted by the powder layer thickness. This way the developed algorithm guarantees that the element size (element level) is enough to describe appropriately the thickness of the powder layer.

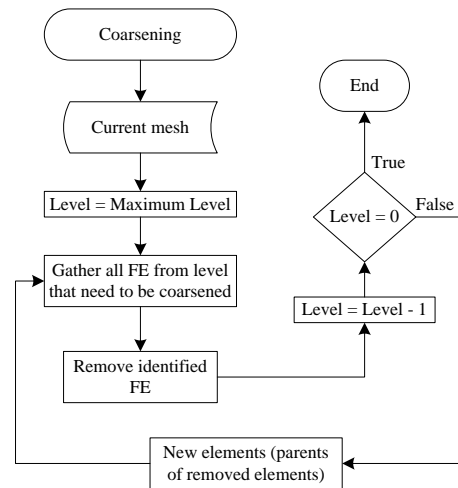


Figure 3. Flowchart of the mesh coarsening procedure adopted in the AMR.

2.3. Balancing rule across finite elements

In order to ensure that there is at most one hanging node on any edge or face, the 2:1 balance constraint is imposed to the octree-based hexahedral meshes. The balance refinement is a nonlocal and inherently iterative process [13]. The corner balanced refinement occurs when the difference in the level of all finite elements sharing the same node is at most one. In order to ensure this, the balancing rule is applied during the refinement and the coarsening procedures, previously described. In case of refinement, the balancing algorithm guarantees that all nodes of the selected element present a level with the shared elements at least equal to the level of the selected element. On the other hand, in the coarsening procedure, the balancing algorithm guarantees that all nodes of the selected element present a level with the shared elements at most equal to the level of the selected element. Figure 4 presents the flowchart of the proposed balancing procedure adopted in the AMR. If the refinement/coarsening of a finite element leads to

corner unbalance, the neighbour elements responsible by creating the unbalance are selected for refinement/coarsening. This process is applied recursively until the corner balance is achieved. However, due to the nature of the coarsening process, the coarsening of a given element might not be possible due to the surrounding elements. Therefore, the coarsening criterion is verified when applying the balancing rule across finite elements.

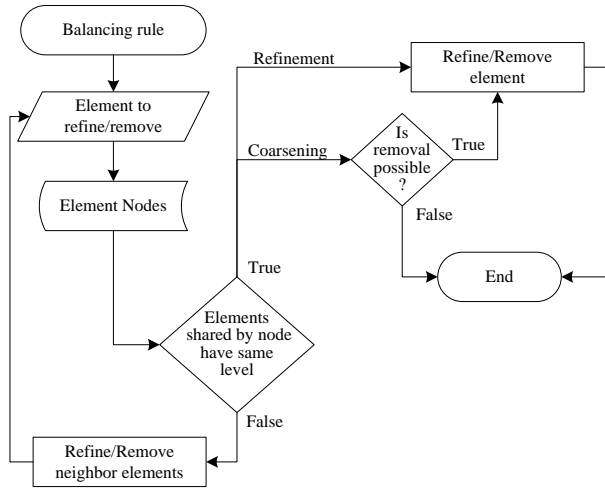


Figure 4. Flowchart of the balancing algorithm adopted in the AMR.

2.4. Powder layer deposition

Since the parts are built layer-by-layer in the AM processes, the modelling of the material deposition is required in the numerical simulation. Therefore, the proposed algorithm considers the multi-layer deposition. This is achieved by adopting the element activation strategy proposed by [11], which divides the domain into active and inactive finite elements. Finite elements above the top powder layer plane (ghost elements) are considered inactive, while finite elements below are considered active. The first step of the layer deposition algorithm is to determine the element level that yields a finite element size identical to the powder layer thickness, called layer level. Then, the mesh refinement procedure is applied until achieving a uniform mesh in the layer domain, i.e. the level of each element is the same as the layer level.

Figure 5 presents the flowchart of the proposed powder layer deposition procedure adopted in the AMR. The intersection of the upper surface of the powder layer with the initial mesh is performed in order to identify the set of parent finite elements (level 0), which are replaced by the corresponding children elements if not yet enabled. This process is repeated until all enabled elements intersected by the upper surface of the powder layer present the same level as the layer level.

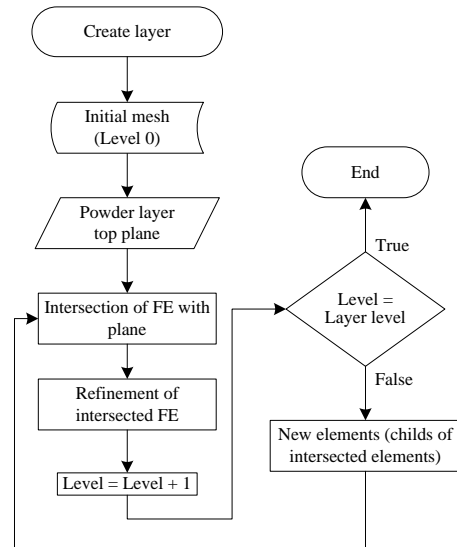


Figure 5. Flowchart of the powder layer deposition procedure adopted in the AMR.

NUMERICAL EXAMPLES

3.1. Adaptive mesh refinement in layer deposition

The geometry adopted in this example is a parallelepiped with 1.6 mm×1.6 mm×1.28 mm, divided into 2 regions: volume of the substrate (lower half part) and volume for powder deposition (upper half part). The initial mesh (level 0) is composed of 100 hexahedral finite elements, using 5 finite elements both in the length and in the width directions, while only 4 elements are defined in the height direction (see Figure 6 (a) for lateral view). The layer thickness considered is 0.040 mm, which corresponds to a finite element refinement of level 3. Since the upper surface of the first powder layer is located at $z = 0.680$ mm, the intersection of the initial mesh with this plane identifies all elements (level 0) next to the substrate, which are then replaced by their children elements. Moving to the next element level (level 1), all children elements previously stored are checked for intersection with the same plane, resulting once more, in all elements of level 1 next to the substrate, which are replaced by their children elements. This procedure is repeated until a uniform layer of elements of level 3 is created, corresponding to the powder layer thickness. Figure 6 (b) presents the lateral view of the mesh at the end of the first layer deposition process, highlighting the powder layer at orange. The same procedure applies to the deposition of the second and third layers, but the intersection is made against the $z = 0.720$ mm plane for the second layer, and against $z = 0.760$ mm plane for the third layer. Figure 6 (c) presents the lateral plane view of the mesh at the end of the second layer deposition process. Figure 6 (d) presents the lateral view of the mesh at the end of the third layer deposition process, where it is possible to visualize the merge of the two first layers (deposited over the substrate), allowing to reduce the total number of elements.

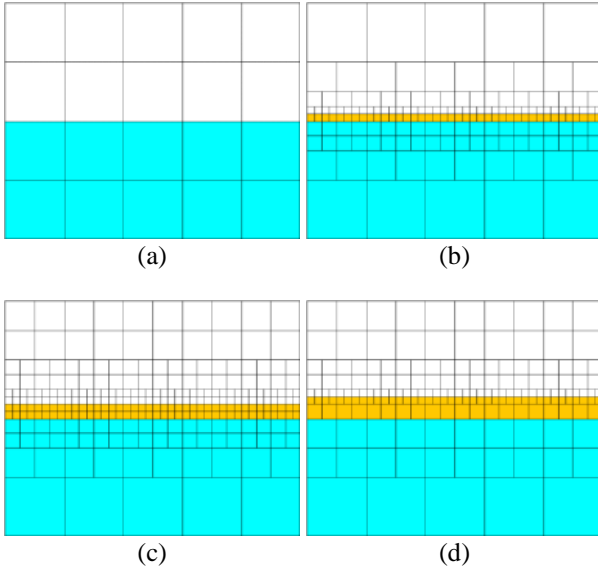


Figure 6. Example of layer deposition: (a) initial mesh covering the substrate (cyan) and the inactive elements (white); (b) substrate with the first powder layer (orange); (c) substrate with the two powder layers (orange); (d) substrate with the three powder layers (orange); first two layers are merged.

3.2. Adaptive mesh refinement in a single track

This example aims to highlight the ability of the proposed algorithm to perform the refinement and coarsening of the finite element mesh according to the laser path. Both the geometry and the initial mesh is the same used in the previous example. However, the inactive elements are hidden only for visualization reasons, as shown in Figure 7 (a). This example is composed of three distinct steps: (i) deposition of the first powder layer; (ii) adaptive refinement of a straight laser trajectory in four stages; (iii) deposition of the second powder layer. The procedure described in the previous example is used to perform the deposition of the first and second powder layers, leading to the mesh configuration presented in Figure 7 (b) and Figure 7 (g), respectively. Regarding the adaptative mesh refinement of the laser path, the total path length is divided into four stages with 40% of the total length, using an overlap of 20%. The mesh of the powder layer is refined in the region corresponding to the laser path (stage), using the coarsening procedure in the region behind the section, as shown in Figure 7 (c)-(f).

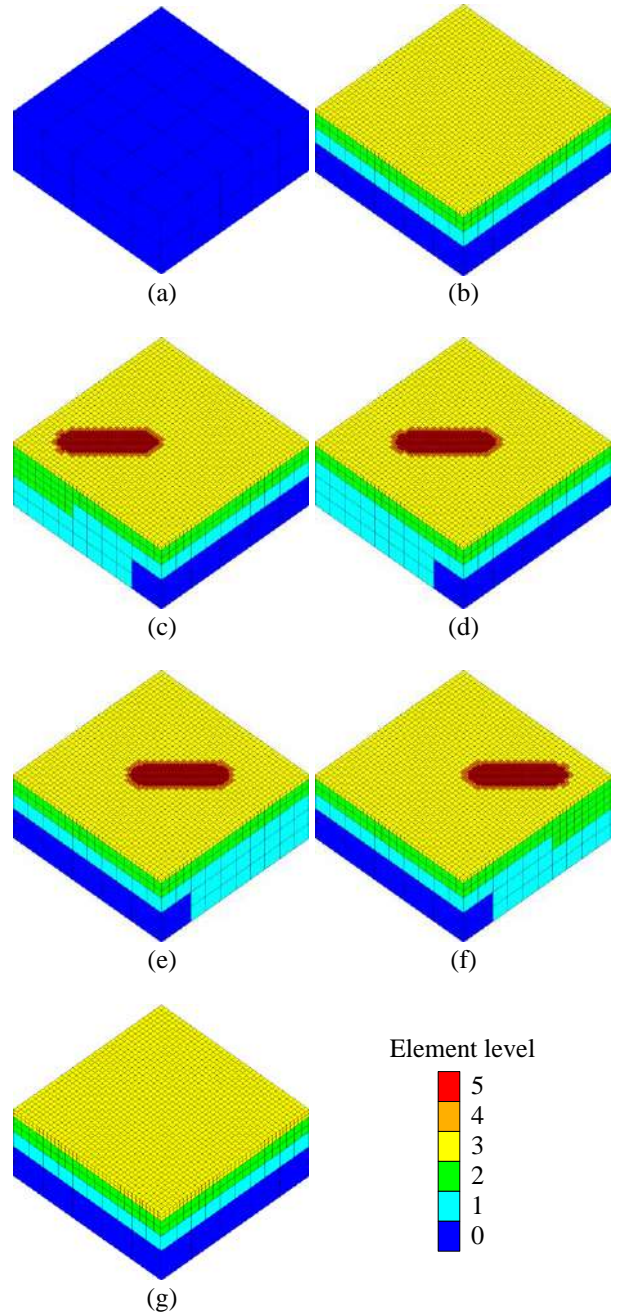


Figure 7. Example of mesh refinement in a single track: (a) substrate; (b) substrate with a single powder layer; (c) powder layer with the laser path refined from 0% to 40%; (d) powder layer with the laser path refined from 20% to 60%; (e) powder layer with the laser path refined from 40% to 80%; (f) powder layer with the laser path refined from 60% to 100%; (g) substrate with two powder layers.

Table 1 presents the total number of finite elements used for each of the previous non-conformed meshes and compares it to the equivalent conformed mesh. For an conform mesh with elements equal in size to a level 3 element, a saving of about 49% is achieved with the non-conformed mesh. For an conform mesh with elements equal in size to a level 5 element, a saving of about 99% is achieved with the non-conformed mesh.

Table 1. Comparison of the number of FE needed with non-conform mesh and with conform mesh.

Mesh	Total number of elements	Comparison with conformal mesh equivalent to a uniform mesh of level 3 elements	Comparison with conformal mesh equivalent to a uniform mesh of level 5 elements
(a)	100	0.20%	0.00%
(b)	4650	9.08%	0.14%
(c)	26154	51.08%	0.80%
(d)	25993	50.77%	0.80%
(e)	26252	51.27%	0.80%
(f)	26252	51.27%	0.80%
(g)	8325	16.26%	0.25%

CONCLUSIONS

Since the finite element analysis of additive manufacturing processes is very time-consuming, this paper presents an algorithm to generate 3D non-conforming meshes, which are adapted for the specific features of these processes. The proposed adaptive mesh refinement uses an octree-based hierarchical data structure to improve the efficiency. The 2:1 balance constraint is imposed to reduce the number hanging nodes in the final mesh. Since the region around the laser beam contains the higher gradients in the state variables, the element size must be reduced in this region. However, during the process this region moves according to the laser path and velocity, which dictates the use of a dynamic adaptive mesh refinement/coarsening strategy. The shape of the moving heat source is adopted in the proposed algorithm to define the volume to be refined/coarsened. The powder laser deposition is modelled by refining the finite element mesh of newly activated elements until obtaining an element size identical to the thickness of the deposited powder layer. The initial conforming mesh (hexahedral elements) is iteratively modified through the refinement and coarsening procedures in order to reduce the total number of elements, without reducing the accuracy of the numerical solution. The results show that the proposed procedure enables the generation of non-conformal meshes with a total number of elements 99% lower than a conformal mesh with similar minimum element size.

ACKNOWLEDGMENTS

This research work was sponsored by national funds from the Portuguese Foundation for Science and Technology (FCT) under the project with reference PTDC/EME-EME/31657/2017 and by European Regional Development Fund (ERDF) through the Portugal 2020 program and the Centro 2020 Regional Operational Programme (CENTRO-01-0145-FEDER-031657) under the project MATIS (CENTRO-01-0145-FEDER-000014) and UID/EMS/00285/2020.

REFERENCES

- [1] Khairallah, S.A., Anderson, A.T., Rubenchik, A., King, W.E., Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones. *Acta Mater.* 2016, 108, 36–45.
- [2] Mercelis, P., Kruth, J.P., Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid Prototyp. J.* 2006, 12, 254–265.
- [3] Papadakis, L., Loizou, A., Risse, J., Schrage, J., Numerical computation of component shape distortion manufactured by Selective Laser Melting, in: *Procedia CIRP, Elsevier B.V.*, 2014, pp. 90–95.
- [4] Leuders, S., Thöne, M., Riemer, A., Niendorf, T., et al., On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance. *Int. J. Fatigue* 2013, 48, 300–307.
- [5] Khairallah, S.A., Anderson, A., Mesoscopic simulation model of selective laser melting of stainless steel powder. *J. Mater. Process. Technol.* 2014, 214, 2627–2636.
- [6] Gibson, I., Rosen, D., Stucker, B., *Additive manufacturing technologies: 3D printing, rapid prototyping, and direct digital manufacturing*, second edition, 2015.
- [7] Eiser, S., Kaltenbacher, M., Nelhiebel, M., Non-conforming meshes in multi-scale thermo-mechanical Finite Element Analysis of semiconductor power devices, in: *2013 14th International Conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems, EuroSimE 2013*, 2013.
- [8] Riedlbauer, D., Steinmann, P., Mergheim, J., Thermomechanical finite element simulations of selective electron beam melting processes: Performance considerations. *Comput. Mech.* 2014, 54, 109–122.
- [9] Berger, M.J., Olinger, J., Adaptive mesh refinement for hyperbolic partial differential equations. *J. Comput. Phys.* 1984, 53, 484–512.
- [10] Olshanskii, M.A., Terekhov, K.M., Vassilevski, Y. V., An octree-based solver for the incompressible Navier-Stokes equations with enhanced stability and low dissipation. *Comput. Fluids* 2013, 84, 231–246.

- [11] DebRoy, T., Wei, H.L., Zuback, J.S., Mukherjee, T., et al., Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Prog. Mater. Sci.* 2018, 92, 112–224.
- [12] Samet, H., An Overview of Quadrees, Octrees, and Related Hierarchical Data Structures, in: *Theoretical Foundations of Computer Graphics and CAD*, Springer Berlin Heidelberg, 1988, pp. 51–68.
- [13] Sundar, H., Sampath, R.S., Biros, G., Bottom-up construction and 2:1 balance refinement of linear octrees in parallel. *SIAM J. Sci. Comput.* 2007, 30, 2675–2708.
- [14] Goldak, J., Chakravarti, A., Bibby, M., A new finite element model for welding heat sources. *Metall. Trans. B* 1984, 15, 299–305.

SOLUCIONES DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES PARA FISURAS ELÍPTICAS EN PLACAS BAJO CARGA DE TRACCIÓN

B. González*, O. Mulas, J.C. Matos, J. Toribio

GIFIE Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural,
Universidad de Salamanca, Campus Viriato.
Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España.
*Persona de contacto: bgonzalez@usal.es

RESUMEN

El objetivo de este estudio es obtener el factor de intensidad de tensiones (FIT) de fisuras elípticas situadas en placas de espesor finito sometidas a carga remota de tracción, para distintas geometrías y configuraciones de fisura embebida, superficial y en esquina. El FIT se calculó a partir de la integral J , obtenida con el método de los elementos finitos. Los resultados muestran cómo el FIT se eleva con el aumento de la profundidad relativa de fisura, con la disminución de la relación de aspecto y con la aparición de superficie libre, siendo la fisura en esquina la configuración más peligrosa.

PALABRAS CLAVE: Fisura elíptica, Placa fisurada, Factor de intensidad de tensiones, Método de los elementos finitos

ABSTRACT

The aim of this study is to obtain the stress intensity factor (SIF) of elliptical cracks located in finite thickness plates subjected to remote tensile load, for different crack geometries and embedded, surface and corner crack configurations. The SIF was calculated from the integral J , obtained by the finite element method. The results show as the SIF grows with the increase in the relative crack depth, with the decrease in the aspect ratio and with the appearance of the free surface, the corner crack being the most dangerous configuration.

KEYWORDS: Elliptical crack, Cracked plate, Stress intensity factor, Finite element method

1. INTRODUCCIÓN

La obtención de soluciones del factor de intensidad de tensiones (FIT) en placas fisuradas de espesor finito sometidas a tracción [1,9] es de gran interés dentro de la mecánica de fractura. El máximo FIT para las fisuras embebidas aparece en el punto del frente de fisura más cercano a la superficie [4], mientras que para las fisuras superficiales se presenta en el punto de máxima profundidad o en el de intersección con la superficie libre dependiendo de la relación de aspecto [2]. Para fisuras superficiales inclinadas (modo mixto), los FITs disminuyen cuando el ángulo de inclinación aumenta [8].

Para fisuras situadas en concentradores de tensiones (entallas u orificios), el FIT aumenta con la relación entre el radio del concentrador y el espesor de la placa [10-12]. Cuando se originan dos fisuras coplanares elípticas aparece una interacción entre ambas, de modo que el FIT depende de la profundidad de fisura y de la distancia entre ellas [13]. Además, la interacción es mayor cuando las fisuras están alineadas a lo largo del semieje menor de las elipses que cuando lo están a lo

largo del semieje mayor [14,15]. La interacción de fisuras no coplanares paralelas produce la aparición de modo mixto [16].

2. MODELIZACIÓN NUMÉRICA

Se ha utilizado el método de los elementos finitos, con el programa comercial MSC Marc, para obtener el FIT en una placa fisurada de espesor finito sometida a tensión remota de tracción σ , considerándose tres configuraciones de fisura: embebida (figura 1a), superficial (figura 1b) y en esquina (figura 1c). La geometría del frente de fisura se ha modelizado como una elipse de semiejes a (profundidad de fisura) y b (longitud de fisura).

La relación entre el espesor y la anchura para la placa de espesor finito fue $t/w = 0.1$, modelizándose varias geometrías de fisura, caracterizadas por la profundidad relativa de fisura a/t y la relación de aspecto a/b . Además, los resultados para la placa de espesor finito se compararon con los de una placa de grandes dimensiones (espesor infinito) respecto a la fisura, aumentando el espesor de la placa de modo que $t = w$.

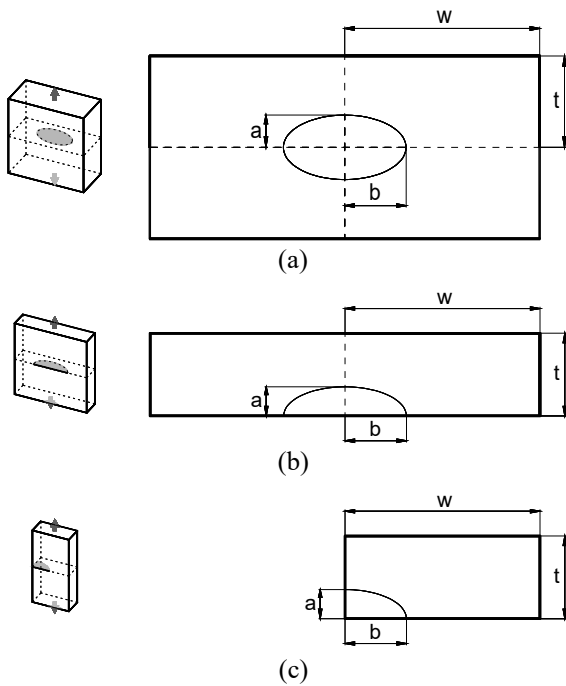


Figura 1. Placas con una fisura:
(a) embebida; (b) superficial; (c) en esquina.

Para las modelizaciones se utilizaron las mismas mallas (figura 2a) para las tres configuraciones estudiadas, que se corresponden con la octava parte de la placa para la fisura embebida, la cuarta parte para la fisura superficial y la mitad para la fisura en esquina, con las condiciones de contorno adecuadas según la simetría del problema. Se realizó un análisis de sensibilidad al tamaño de la malla.

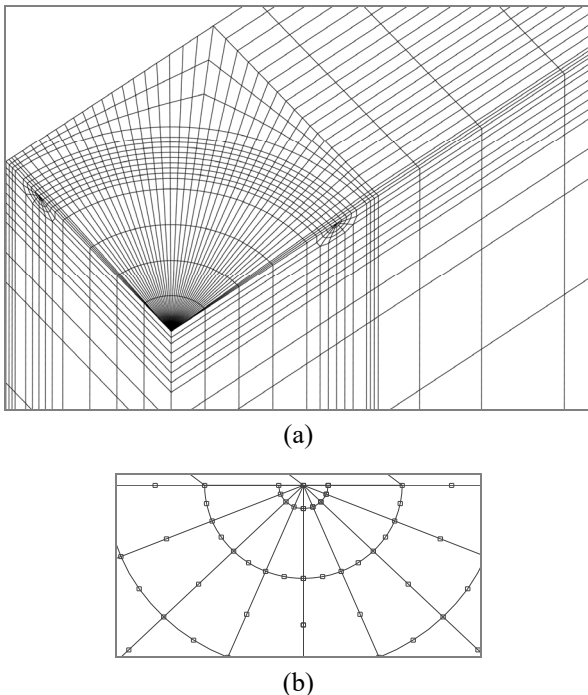


Figura 2. Malla de la placa: (a) superficie fisurada;
(b) detalle del extremo de fisura.

En la malla se utilizaron elementos isoparamétricos de 20 nodos y en el extremo de fisura elementos isoparamétricos degenerados con los nodos más próximos al frente de fisura situados a 1/4 (como se muestra en la figura 2b), para reproducir la singularidad de las tensiones en dichos puntos del extremo de la fisura.

El FIT en modo I (K_I) se evaluó a través de la tasa de liberación de energía G . En régimen elástico-lineal ambos parámetros se relacionan con la expresión [17]:

$$G = \frac{K_I^2}{E'} \quad (1)$$

Se consideró que todo el frente de fisura estaba bajo condiciones de deformación plana (salvo el punto en contacto con la superficie libre), cumpliéndose por tanto la siguiente ecuación:

$$E' = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (2)$$

La tasa de liberación de energía G se calculó a través de la integral de contorno J [18]. Para la modelización se han empleado las siguientes propiedades características del material: módulo de Young $E = 200$ GPa y coeficiente de Poisson $\nu = 0.3$.

3. RESULTADOS NUMÉRICOS

Se define el FIT adimensional Y (función de relaciones geométricas adimensionales) con la expresión:

$$Y = \frac{K_I}{\sigma\sqrt{\pi a}} \quad (3)$$

donde el denominador se corresponde con el FIT (en modo I) de una fisura central pasante situada en una placa (de dimensiones mucho mayores a la longitud de fisura $2a$) sometida a carga de tracción remota σ [17].

Cada punto P del frente de fisura se caracterizó a través de la relación adimensional s/S , donde s es la longitud del arco de elipse medida desde el punto que coincide con el semieje mayor hasta el punto P y S es la longitud del cuarto de elipse (figura 3).

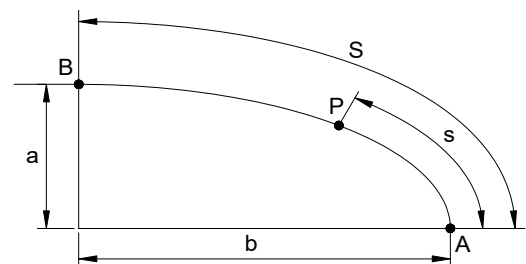


Figura 3. Caracterización de un punto P sobre el frente de fisura a través de la longitud s .

Se ha denominado A al punto del frente de fisura correspondiente a la longitud de fisura (semieje mayor de la elipse) y B al punto que se corresponde con la profundidad de fisura (semieje menor de la elipse).

3.1. Placa infinita

Para una fisura embebida elíptica situada en una placa infinita sometida a carga remota de tracción, la solución exacta del FIT viene dada por la ecuación [19]:

$$K_I = \frac{\sigma\sqrt{\pi a}}{\psi} \left(\sin^2 \phi + \frac{a^2}{b^2} \cos^2 \phi \right) \quad (4)$$

donde el FIT adimensional depende de la relación entre los semiejes de la elipse a/b , del parámetro ψ y del punto del frente de fisura donde se calcula. Éste viene determinado por la variable ϕ , que se corresponde con el ángulo obtenido al proyectar el punto P del frente de fisura elíptico sobre una circunferencia que tiene el mismo centro que la elipse y radio a , tal y como se muestra en la figura 4.

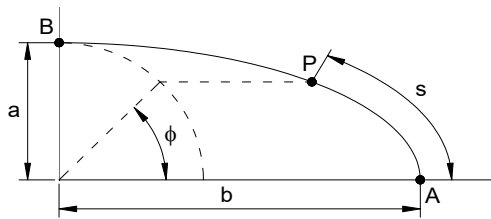


Figura 4. Caracterización de un punto P sobre el frente de fisura a través del ángulo ϕ .

El parámetro ψ es la integral elíptica de segunda clase y se obtiene con la expresión:

$$\psi = \int_0^{\pi/2} \left\{ 1 - \left(1 - \frac{a^2}{b^2} \right) \sin^2 \phi \right\}^{1/2} d\phi \quad (5)$$

Para el caso particular en el que la fisura sea circular (los semiejes a y b son iguales) la ecuación para obtener el FIT queda reducida a la siguiente expresión:

$$K_I = \frac{2}{\pi} \sigma\sqrt{\pi a} \quad (6)$$

En la figura 5 se representa el FIT adimensional Y a lo largo del frente de fisura (caracterizando sus puntos con la relación s/S) para una placa de espesor muy grande en relación al tamaño de la fisura (espesor infinito) que contiene fisuras (embebidas, superficiales y en esquina) con relaciones de aspecto $a/b = \{0.2, 0.5, 1.0\}$.

Para las fisuras con relación de aspecto $a/b = 0.2$ se observa que el valor mínimo y el máximo del FIT adimensional se obtienen, respectivamente, en los puntos A y B. Según aumenta la relación de aspecto a/b el FIT

adimensional tiende a una recta horizontal (presentando un mismo valor para todos los puntos del frente en la fisura embebida de geometría circular). El FIT adimensional es mayor para las fisuras superficial (figura 5b) y en esquina (figura 5c) que para la fisura embebida (figura 5a), con valores similares para las dos configuraciones salvo en la zona próxima al punto B donde el FIT es superior para la fisura en esquina. La aparición de una doble curva en las fisuras superficial y en esquina con $a/b = 0.2$ indica que el tamaño de la placa infinita debiera haber sido algo superior para las fisuras de mayor longitud.

En la figura 5a, correspondiente a la configuración embebida en la placa infinita, se representan junto a los FITs adimensionales obtenidos en este trabajo los correspondientes a la solución exacta, observándose un ajuste muy bueno entre ambos resultados.

3.2. Placa de espesor finito

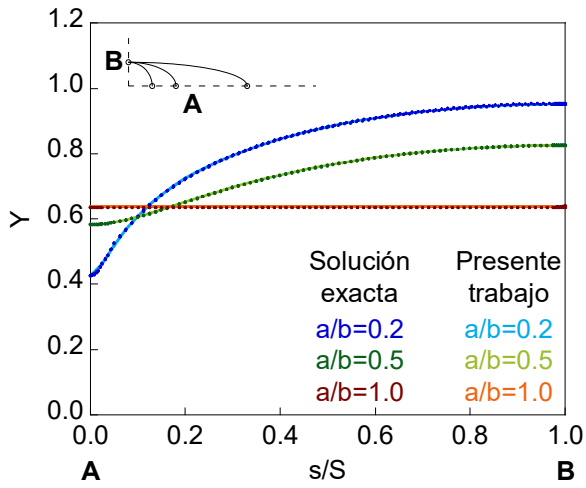
En las figuras 6, 7 y 8 se representa el FIT adimensional a lo largo del frente de fisura (curvas $Y - s/S$) para una placa de espesor finito sometida a carga remota de tracción con fisuras (embebidas, superficiales y en esquina) de profundidades relativas $(a/t) = \{0.2, 0.4, 0.6, 0.8\}$ y de relaciones de aspecto $(a/b) = \{0.2, 0.5, 1.0\}$.

Los valores del FIT adimensional para las placas de espesor finito (curvas de colores) son mayores que para las de espesor infinito (curvas en negro), incrementando además su valor con el aumento de la profundidad relativa de fisura a/t , la disminución de la relación de aspecto a/b y con la existencia de superficie exterior de la placa en contacto con la fisura. Así, la configuración de fisura en esquina es la más peligrosa al presentar valores del FIT más elevados, mientras que la configuración embebida es la más favorable puesto que los valores del FIT son más pequeños.

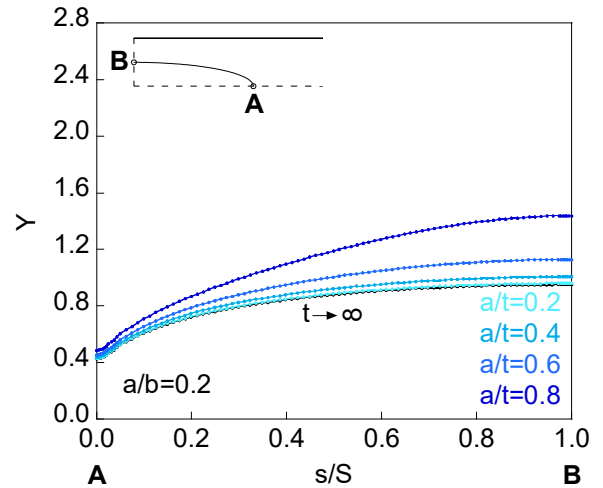
Al aumentar la profundidad de fisura el incremento del FIT a lo largo del frente es mayor en el punto B para las fisuras embebidas, en la zona próxima al punto A para las fisuras superficiales (salvo para $a/b = 0.2$ donde es mayor a s/S más elevados) y en ambas zonas cercanas a A y a B para las fisuras en esquina (salvo para $a/b = 0.2$ donde el incremento aumenta desde A hasta B).

Para las configuraciones superficial y en esquina se observa la existencia de una capa límite, pequeña parte del frente de fisura en la intersección con la superficie exterior de la placa (punto A para la fisura superficial y puntos A y B para la fisura en esquina) donde la variación del FIT con el parámetro s/S cambia bruscamente su tendencia (figuras 5b, 5c, 7 y 8). Este fenómeno puede estar relacionado con la existencia de tensión plana en dichos puntos del frente de fisura

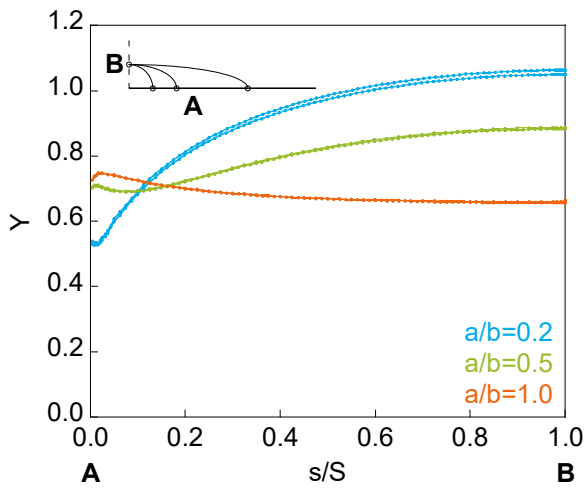
La comparación de los resultados con algunas de las soluciones del FIT que aparecen en la literatura científica [1-3] muestra tendencias similares en los FITs respecto su dependencia con los parámetros a/t , a/b y s/S (para las tres configuraciones).



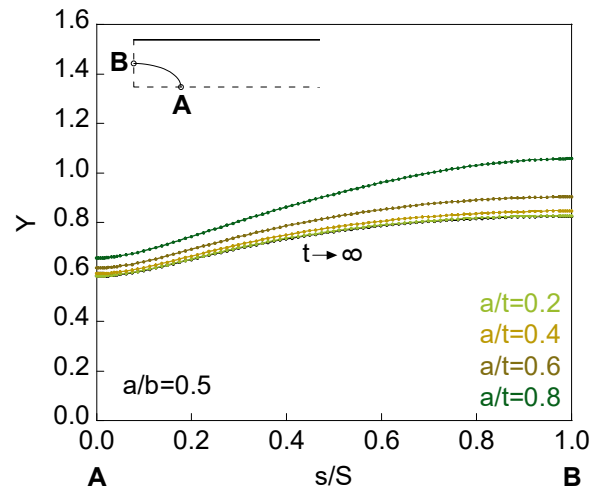
(a)



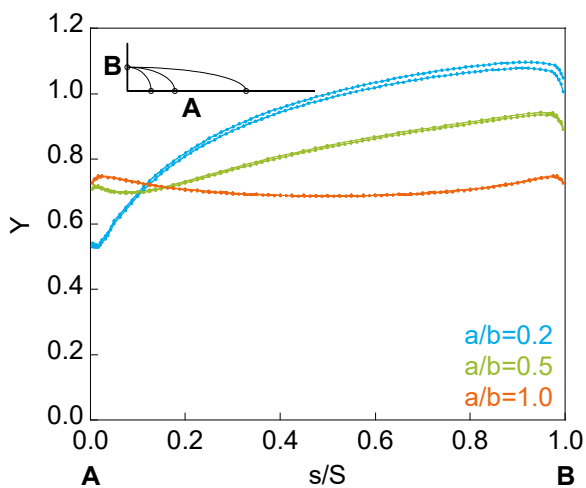
(a)



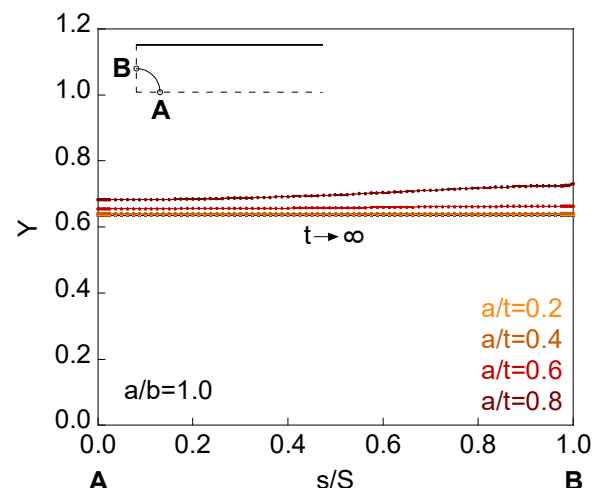
(b)



(b)



(c)



(c)

Figura 5. FIT adimensional para una placa de espesor infinito con una fisura elíptica: (a) embebida; (b) superficial; (c) en esquina.

Figura 6. FIT adimensional para una placa de espesor finito con una fisura elíptica embebida: (a) $a/b = 0.2$; (b) $a/b = 0.5$; (c) $a/b = 1.0$.

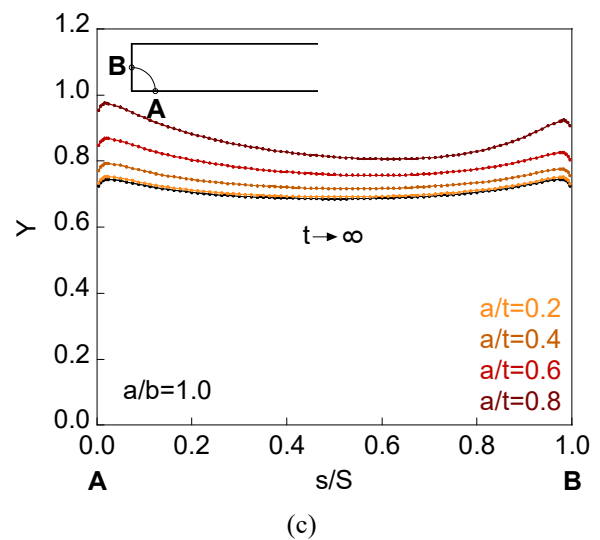
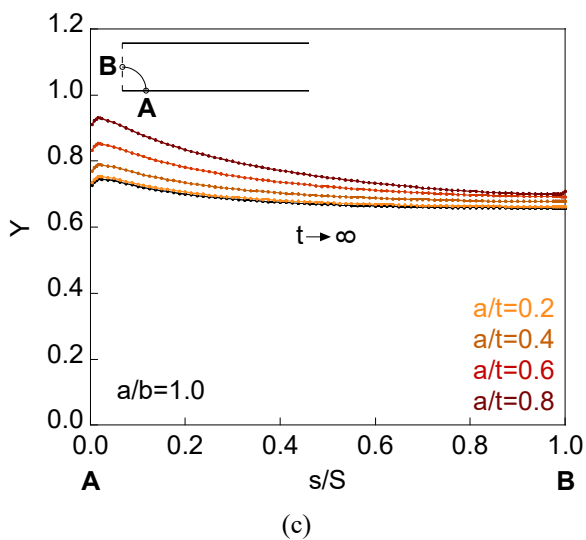
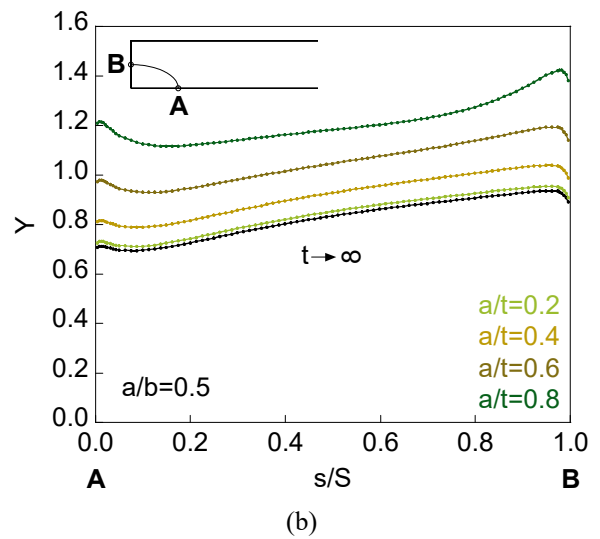
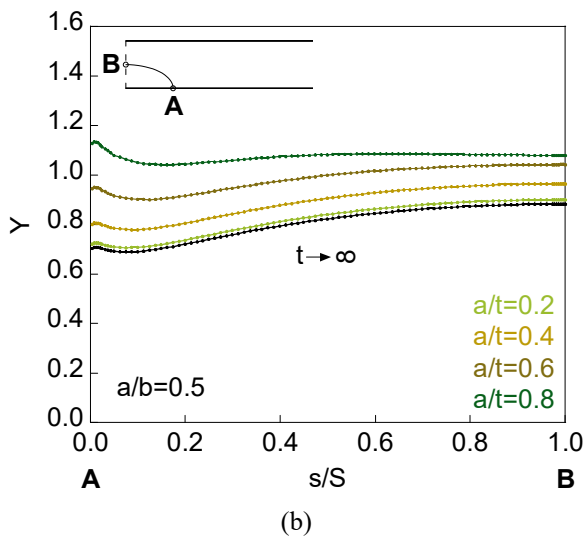
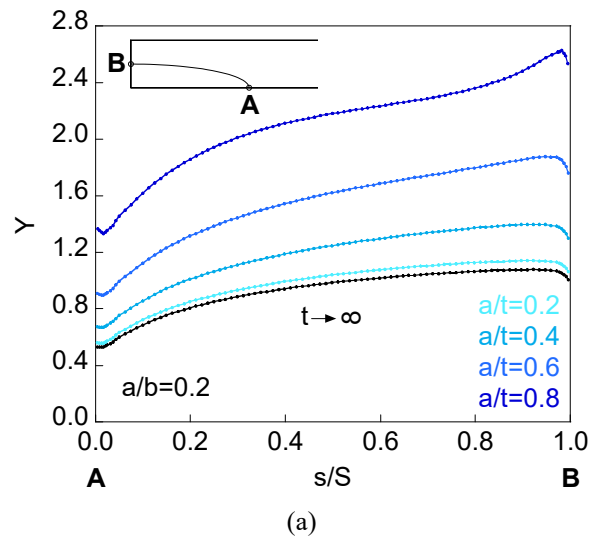
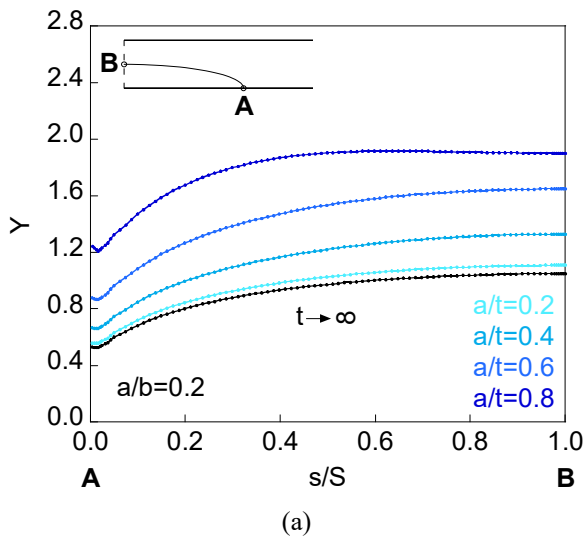


Figura 7. FIT adimensional para una placa de espesor finito con una fisura elíptica superficial: (a) $a/b = 0.2$; (b) $a/b = 0.5$; (c) $a/b = 1.0$.

Figura 8. FIT adimensional para una placa de espesor finito con una fisura elíptica en esquina: (a) $a/b = 0.2$; (b) $a/b = 0.5$; (c) $a/b = 1.0$.

4. CONCLUSIONES

Las siguientes conclusiones han sido obtenidas en este trabajo en el que se ha calculado el FIT en placas fisuradas de espesor finito sometidas a cargas de tracción:

- (i) La existencia de espesor finito incrementa de forma notable el FIT adimensional cuando la profundidad relativa de fisura (a/t) aumenta o la relación de aspecto (a/b) disminuye.
- (ii) La fisura en esquina muestra valores del FIT más elevados (configuración más peligrosa), mientras que la fisura embebida presenta valores del FIT más pequeños (configuración más favorable).
- (iii) La presencia de superficie exterior de la placa en contacto con la fisura incrementa el FIT en mayor medida en la zona más próxima a ella (salvo para $a/b = 0.2$ y la región cercana al punto A).

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo económico de estas instituciones: MICYT (MAT2002-01831), MEC (BIA2005-08965), MICINN (BIA2008-06810 y BIA2011-27870), JCyL (SA111A07, SA039A08 y SA132G18) y Fundación Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso (FS/9-2019).

REFERENCIAS

- [1] J.C. Newman Jr., I.S. Raju. Analyses of Surface Cracks in Finite Plates under Tension or Bending Loads (NASA TP-1578), USA, 1979.
- [2] I.S. Raju, J.C. Newman Jr. Stress-intensity factors for a wide range of semi-elliptical Surface cracks in finite-thickness plates. Eng Fract Mech (1979) 11:817–829.
- [3] J.C. Newman Jr., I.S. Raju. Stress-Intensity Factor Equations for Cracks in Three-Dimensional Finite Bodies (NASA Technical Memorandum 83200), USA, 1981.
- [4] M.M. Abdel Wahab, G. De Roeck. A finite element solution for elliptical cracks using the ICCI method. Eng Fract Mech (1996) 53:519–526.
- [5] C. Guozhong, Z. Kangda, W. Dongdi. Analyses of embedded elliptical cracks in finite thickness plates under uniform tension. Eng Fract Mech (1996) 54:579–588.
- [6] A.O. Ayhan. Mixed mode stress intensity factors for deflected and inclined surface cracks in finite-thickness plates. Eng Fract Mech (2004) 71:1059–1079.
- [7] P. Le Delliou, B. Barthelet. New stress intensity factor solutions for an elliptical crack in a plate. Nucl Eng Des (2007) 237:1395–1405.
- [8] H. Şahin, A.O. Ayhan. Three-dimensional mixed mode stress intensity factors for inclined elliptical surface cracks in plates under uniform tensile load. Proc Struct Integ (2019) 21:38–45.
- [9] Y. Takaki, K. Gotoh. Approximate weight functions of stress intensity factor for a wide range shapes of surface and an embedded elliptical crack. Mar Struct (2020) 70:1–22.
- [10] K.N. Shivakumar, J.C. Newman Jr. Stress intensity factors for large aspect ratio surface and corner cracks at a semi-circular notch in a tension specimen. Eng Fract Mech (1991) 38:467–473.
- [11] P.W. Tan, J.C. Newman Jr., C.A. Bigelow. Three-dimensional finite-element analyses of corner cracks at stress concentrations. Eng Fract Mech (1996) 55:505–512.
- [12] X.B. Lin, R.A. Smith. Stress intensity factors for corner cracks emanating from fastener holes under tension. Eng Fract Mech (1999) 62:535–553.
- [13] A. Carpinteri, R. Brighenti, S. Vantadori. A numerical analysis on the interaction of twin coplanar flaws. Eng Fract Mech (2004) 71:485–499.
- [14] C. Guozhong, Z. Kangda, W. Dongdi. Interactions of two coplanar elliptical cracks embedded in finite thickness plates under uniform tension. Eng Fract Mech (1996) 53:179–191.
- [15] C. Guozhong, Z. Kangda, W. Dongdi. Interactions of coplanar surface semi-elliptical cracks and embedded elliptical cracks in finite thickness plates under uniform tension. Int J Pres Ves & Piping (1996) 65:27–39.
- [16] R.B. Stonesifer, F.W. Brust, B.N. Leis. Mixed-mode stress intensity factors for interacting semi-elliptical surface cracks in a plate. Eng Fract Mech (1993) 45:357–380.
- [17] G. Irwin. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. J Appl Mech (1957) 24:361–364.
- [18] J.R. Rice. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. J Appl Mech (1968) 35:379–386.
- [19] H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin. The stress analysis of cracks handbook (3th edition). ASME Press, Nueva York (2000).

CAMINOS DE FISURACIÓN POR FATIGA EN BARRAS CILÍNDRICAS FISURADAS CIRCUNFERENCIALMENTE SOMETIDAS A TRACCIÓN

J.C. Matos*, B. González, J. Toribio

GIFIE Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural,
Universidad de Salamanca, Campus Viriato.
Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España.

*Persona de contacto: jcmatos@usal.es

RESUMEN

En este artículo se ha desarrollado una modelización numérica para estudiar (de acuerdo a la ley de Paris) los caminos de propagación de fisuras externas circunferenciales asimétricas situadas en barras cilíndricas sometidas a fuerza remota de tracción o a desplazamiento axial impuesto. Los resultados muestran como la excentricidad del ligamento resistente (en relación al eje del alambre) aumenta con la propagación de las fisuras por el mecanismo subcrítico de fatiga. Este fenómeno es más acusado cuando la sollicitación es una fuerza de tracción que cuando es un desplazamiento impuesto, cuando se incrementa la excentricidad relativa inicial del ligamento (para un determinado diámetro relativo inicial del ligamento) y al elevarse el exponente de Paris característico del material.

PALABRAS CLAVE: Barras cilíndricas fisuradas circunferencialmente, Excentricidad del ligamento circular, Caminos de fisuración por fatiga, Contacto parcial y contacto total

ABSTRACT

In this paper, a numerical modelling was developed to study (according the Paris law) the fatigue propagation paths of eccentric external cracks in circumferentially-cracked round bars subjected to remote tension load or imposed axial displacement. Results show how the eccentricity (in relation to the wire axis) of the circular resistant ligament increases with the growth of cracks by subcritical fatigue mechanisms. This phenomenon is more pronounced when the sollicitation is a tensile load than when it is an imposed displacement, when the initial relative eccentricity of the ligament increases (for a given initial relative diameter) and when the Paris exponent characteristic of the material rises.

KEYWORDS: Circumferentially-cracked round bar, Eccentricity of circular ligament, Fatigue crack paths, Full and partial contact

1. INTRODUCCIÓN

Las barras cilíndricas con fisuras circunferenciales son una alternativa a las probetas de ensayo estándar, norma ASTM E399 [1], para medir la tenacidad de fractura de los materiales [2-4]. Éstas también se han utilizado para estudiar la propagación de fisuras por fatiga [5,6], por corrosión bajo tensión [7] y por corrosión-fatiga [8].

Entre sus ventajas se encuentran los bajos tiempos de preparación de estas probetas, así como de los ensayos [6]. Además, la distribución de tensiones triaxiales en la zona próxima al extremo de fisura hace que ocurran condiciones de deformación plana incluso para probetas de pequeños diámetros [2].

Estas probetas presentan algunos inconvenientes, cómo la tendencia a la aparición de excentricidad con el aumento de

la profundidad de fisura [2], que se ha relacionado con la existencia de asimetrías en la probeta, mordazas o máquina de ensayo, con la presencia de tensiones residuales y con propiedades no uniformes en el material [4].

En la literatura científica se pueden encontrar diversas soluciones que permiten calcular el factor de intensidad de tensiones (FIT) en barras cilíndricas fisuradas de forma circunferencial sometidas a carga de tracción axial, para fisuras simétricas [9-11] y para fisuras asimétricas [12,13], en las cuales se producen tensiones adicionales de flexión.

La excentricidad se acelera cuando la fisura crece por fatiga [14-16]. Además, el aumento de la excentricidad inicial, grado de desalineación angular o concéntrico de la probeta, produce un mayor incremento de su valor durante la propagación [15,16], disminuyendo el tiempo necesario para la situación crítica.

2. MODELIZACIÓN NUMÉRICA

Se ha realizado una modelización numérica para estudiar los caminos de propagación por fatiga de fisuras externas circunferenciales situadas en barras sometidas a desplazamiento axial impuesto (figura 1a) o a fuerza de tracción remota (figura 1b). La longitud de la probeta es igual a veinte veces su diámetro D .

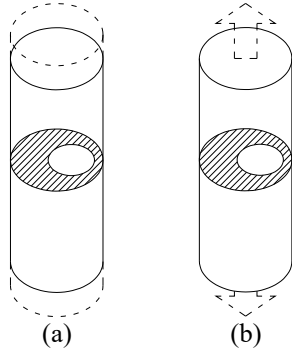


Figura 1. Barra con una fisura exterior anular para: (a) desplazamiento impuesto; (b) fuerza remota.

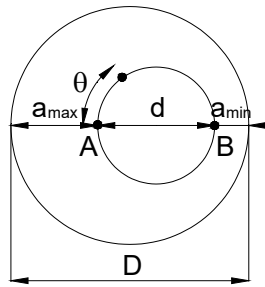


Figura 2. Detalle de la superficie fisurada.

La geometría de la fisura anular (figura 2) se caracteriza a través de la profundidad máxima de fisura a_{max} , la profundidad mínima de fisura a_{min} , el diámetro del ligamento circular d y la excentricidad del ligamento ε ,

$$\varepsilon = \frac{a_{max} - a_{min}}{2} \quad (1)$$

El punto A sobre el frente de fisura se corresponde con la máxima profundidad de fisura a_{max} y el punto B con la mínima profundidad de fisura a_{min} (figura 2).

La hipótesis básica de la modelización es considerar que la fisura avanza por fatiga, manteniendo el ligamento resistente una geometría circular, de acuerdo a la ley de Paris-Erdogan [17],

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

siendo C y m los parámetros de Paris característicos del material. Para calcular la propagación de la fisura se llevaron a cabo sucesivas iteraciones, teniéndose en cuenta solamente los puntos A y B del frente de fisura.

El avance en cada iteración para el punto A es el mismo en todo el proceso ($\Delta a_A = 0.0001D$), mientras que para el punto B se obtiene con la expresión:

$$\Delta a_B = \Delta a_A \left[\frac{K_{IB}^*}{K_{IA}^*} \right]^m \quad (3)$$

donde K_I^* es el FIT adimensional:

$$K_I^* = \frac{K_I}{\sigma \sqrt{\pi D}} \quad (4)$$

3. RESULTADOS NUMÉRICOS

3.1. Factores de intensidad de tensiones

El FIT adimensional K_I^* para los puntos A y B del frente de fisura se calculó por el método de los elementos finitos (MEF) y la integral J , usando el software MSC Marc, para $d/D = \{0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8\}$ y para ε/D desde 0 (caso simétrico $\varepsilon = 0$) hasta $(0.5(1-d/D)-0.05)$ en incrementos de 0.0125 [13].

Como consecuencia de la flexión que aparece en la barra al someterla a tracción, para los diámetros relativos del ligamento $d/D \leq 0.6$ a partir de cierto valor de excentricidad (mayor con el aumento de d/D) se produce *contacto parcial* entre las caras de fisura; y a partir de un mayor valor de excentricidad (menor con el aumento de d/D) la fisura permanece cerrada en el punto B de menor profundidad, apareciendo *contacto total* y su FIT es cero [8]. La figura 3 se corresponde con las curvas ε/D vs. d/D de comienzo del contacto parcial y del contacto total (junto con la recta de máxima excentricidad considerada en los cálculos).

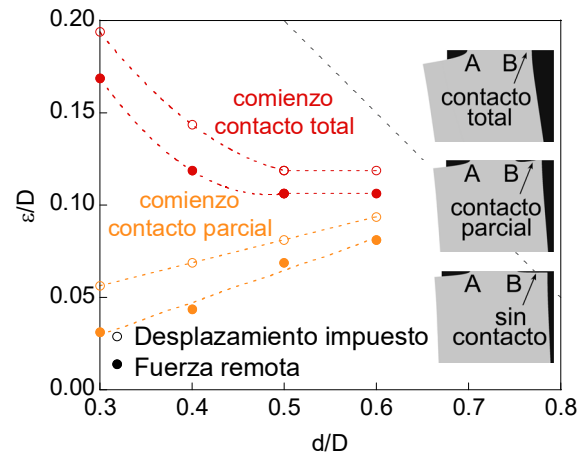


Figura 3. Curvas ε/D vs. d/D para el comienzo del contacto parcial y del contacto total.

Los resultados del FIT adimensional K_I^* se ajustaron a ecuaciones polinómicas de tercer grado usando el método de los mínimos cuadrados, en función de las relaciones adimensionales d/D y ε/D .

- Para desplazamiento impuesto y sin contacto:

$$K_{IA,u}^{*[\text{sin cont}]} = -18.73(d/D)^3 + 63.13(d/D)^2(\varepsilon/D) + 6.01(d/D)(\varepsilon/D)^2 + 36.24(\varepsilon/D)^3 + 38.20(d/D)^2 - 103.69(d/D)(\varepsilon/D) - 6.89(\varepsilon/D)^2 - 27.36(d/D) + 46.36(\varepsilon/D) + 7.42 \quad (5)$$

$$K_{IB,u}^{*[\text{sin cont}]} = -15.33(d/D)^3 - 74.38(d/D)^2(\varepsilon/D) - 48.08(d/D)(\varepsilon/D)^2 + 112.58(\varepsilon/D)^3 + 32.60(d/D)^2 + 118.34(d/D)(\varepsilon/D) + 15.93(\varepsilon/D)^2 - 24.46(d/D) - 50.33(\varepsilon/D) + 6.96$$

- Para desplazamiento impuesto y contacto parcial:

$$K_{IA,u}^{*[\text{cont parc}]} = -33.68(d/D)^3 + 48.23(d/D)^2(\varepsilon/D) - 82.67(d/D)(\varepsilon/D)^2 + 97.13(\varepsilon/D)^3 + 58.06(d/D)^2 - 52.21(d/D)(\varepsilon/D) + 14.00(\varepsilon/D)^2 - 37.80(d/D) + 25.18(\varepsilon/D) + 9.60 \quad (6)$$

$$K_{IB,u}^{*[\text{cont parc}]} = -34.28(d/D)^3 - 34.99(d/D)^2(\varepsilon/D) + 164.47(d/D)(\varepsilon/D)^2 - 37.45(\varepsilon/D)^3 + 60.03(d/D)^2 + 7.27(d/D)(\varepsilon/D) - 28.95(\varepsilon/D)^2 - 33.50(d/D) - 8.85(\varepsilon/D) + 7.01$$

- Para fuerza remota y sin contacto:

$$K_{IA,F}^{*[\text{sin cont}]} = -27.99(d/D)^3 + 168.96(d/D)^2(\varepsilon/D) + 67.03(d/D)(\varepsilon/D)^2 + 104.39(\varepsilon/D)^3 + 54.08(d/D)^2 - 252.88(d/D)(\varepsilon/D) - 45.84(\varepsilon/D)^2 - 36.00(d/D) + 98.11(\varepsilon/D) + 8.89 \quad (7)$$

$$K_{IB,F}^{*[\text{sin cont}]} = -4.85(d/D)^3 - 174.58(d/D)^2(\varepsilon/D) - 160.13(d/D)(\varepsilon/D)^2 + 40.98(\varepsilon/D)^3 + 14.57(d/D)^2 + 262.86(d/D)(\varepsilon/D) + 93.25(\varepsilon/D)^2 - 14.63(d/D) - 101.65(\varepsilon/D) + 5.28$$

- Para fuerza remota y contacto parcial:

$$K_{IA,F}^{*[\text{cont parc}]} = -47.88(d/D)^3 + 112.10(d/D)^2(\varepsilon/D) - 255.45(d/D)(\varepsilon/D)^2 + 218.48(\varepsilon/D)^3 + 77.09(d/D)^2 - 92.64(d/D)(\varepsilon/D) + 64.68(\varepsilon/D)^2 - 47.80(d/D) + 33.90(\varepsilon/D) + 11.56 \quad (8)$$

$$K_{IB,F}^{*[\text{cont parc}]} = -33.40(d/D)^3 - 47.91(d/D)^2(\varepsilon/D) + 265.87(d/D)(\varepsilon/D)^2 - 31.95(\varepsilon/D)^3 + 59.13(d/D)^2 + 2.32(d/D)(\varepsilon/D) - 67.91(\varepsilon/D)^2 - 32.22(d/D) - 4.40(\varepsilon/D) + 6.43$$

3.2. Caminos de propagación de fisuras por fatiga

En las figuras 4 y 5 se muestran las curvas ε/D vs. d/D asociadas a la propagación por fatiga de fisuras anulares, con diámetros relativos iniciales del ligamento $(d/D)_0 = \{0.75, 0.60, 0.45\}$ y excentricidades relativas iniciales $(\varepsilon/D)_0 = \{0.0025, 0.0050, 0.0075, 0.0100\}$, en probetas cilíndricas sometidas a fuerza remota de tracción o a desplazamiento axial impuesto, para materiales con exponentes de Paris $m = \{2, 3, 4\}$.

Las líneas grises discontinuas en las figuras 4 y 5 se corresponden con el comienzo de la aparición de contacto parcial o de contacto total entre las caras de fisura (figura 3), fenómeno que ocurre a menores valores de la excentricidad relativa para fuerza remota de tracción que para desplazamiento axial impuesto, al existir mayor flexión en la barra para el primer caso [13].

Las figuras 6 y 7 representan los frentes de fisura para determinados diámetros relativos del ligamento (desde un valor inicial hasta 0.30 en incrementos de 0.05) durante el crecimiento por fatiga desde las geometrías iniciales $(d/D)_0 = \{0.75, 0.60\}$ y $(\varepsilon/D)_0 = \{0.0025, 0.0100\}$. Los frentes de fisura en azul ($m = 2$) y marrón ($m = 4$) indican que no existe contacto entre las caras de fisura, los frentes en rosa ($m = 2$) y rojo ($m = 4$) que existe contacto parcial y los frentes en gris oscuro que el contacto es total.

El crecimiento de la fisura a causa de la fatiga produce que la excentricidad relativa del ligamento aumente cuando disminuye su diámetro durante la propagación. Además, los valores de la excentricidad relativa durante el avance son mayores: (i) cuando la sollicitación es una fuerza de tracción que cuando se impone un desplazamiento; (ii) al elevarse el exponente m de Paris característico del material; (iii) al aumentar la excentricidad relativa inicial del ligamento (para un diámetro relativo inicial determinado).

Las curvas $\varepsilon/D - d/D$ para distintas excentricidades relativas iniciales del ligamento, con un diámetro relativo inicial dado, están más próximas entre sí al aumentar el diámetro relativo inicial del ligamento y cuando sus excentricidades relativas iniciales son más elevadas. Además, para grandes diámetros relativos iniciales del ligamento, $(d/D)_0 = 0.75$, las curvas para las distintas excentricidades iniciales están más próximas cuando la sollicitación es fuerza de tracción remota, mientras que para pequeños diámetros relativos iniciales del ligamento, $(d/D)_0 = 0.45$, cuando la sollicitación es desplazamiento axial impuesto.

Durante la propagación por fatiga todas las curvas $\varepsilon/D - d/D$ tienden a rectas de igual pendiente, que se corresponden con el crecimiento cuando el extremo B de la fisura permanece inmóvil (momento a partir del cual es imposible que se cumpla la suposición de que el frente de fisura mantiene la geometría circular). Aunque ya desde el comienzo del contacto parcial, e incluso antes para los materiales con exponentes m de Paris más elevados, las curvas $\varepsilon/D - d/D$ han alcanzado la línea recta.

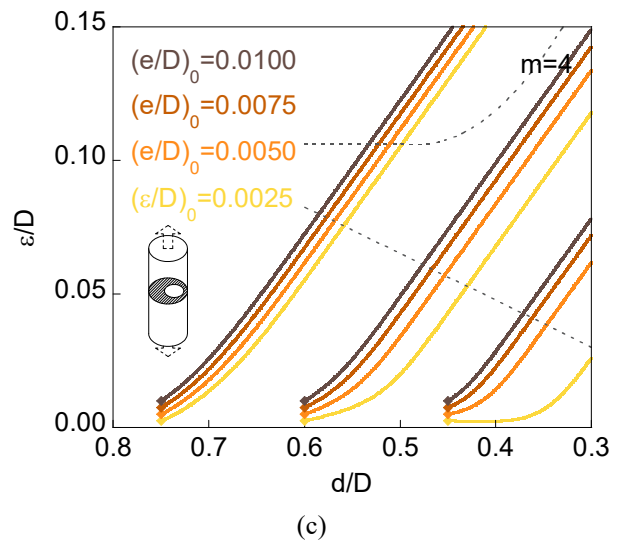
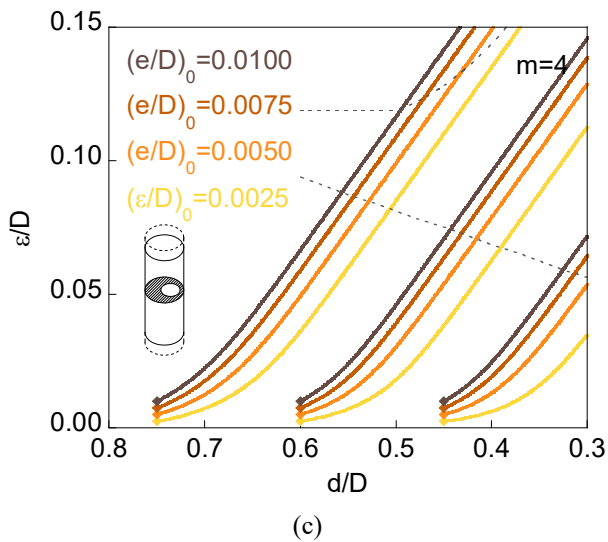
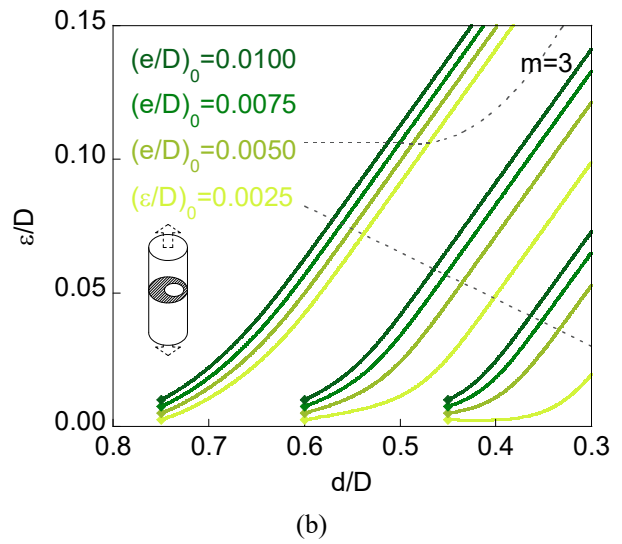
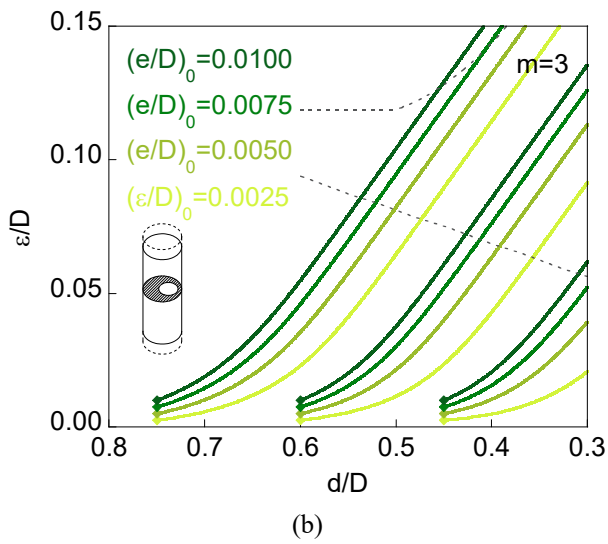
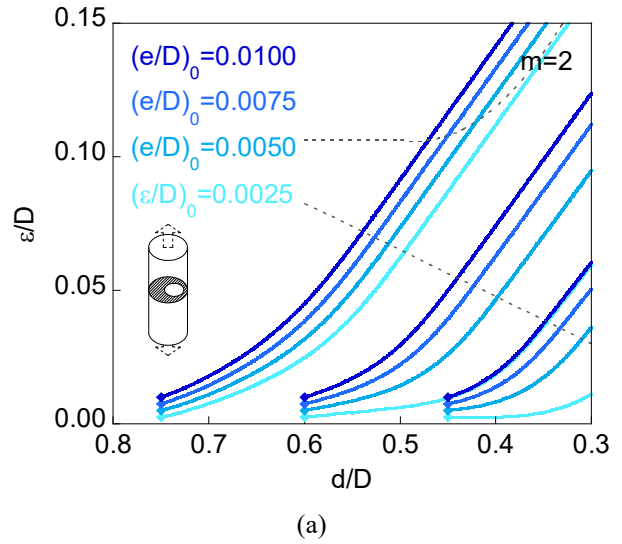
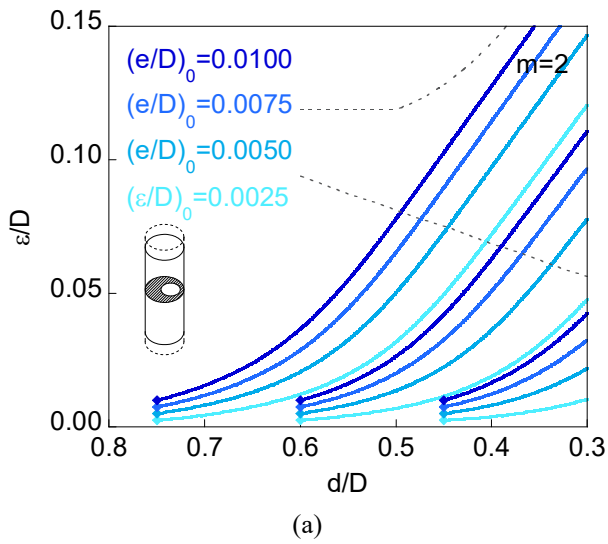
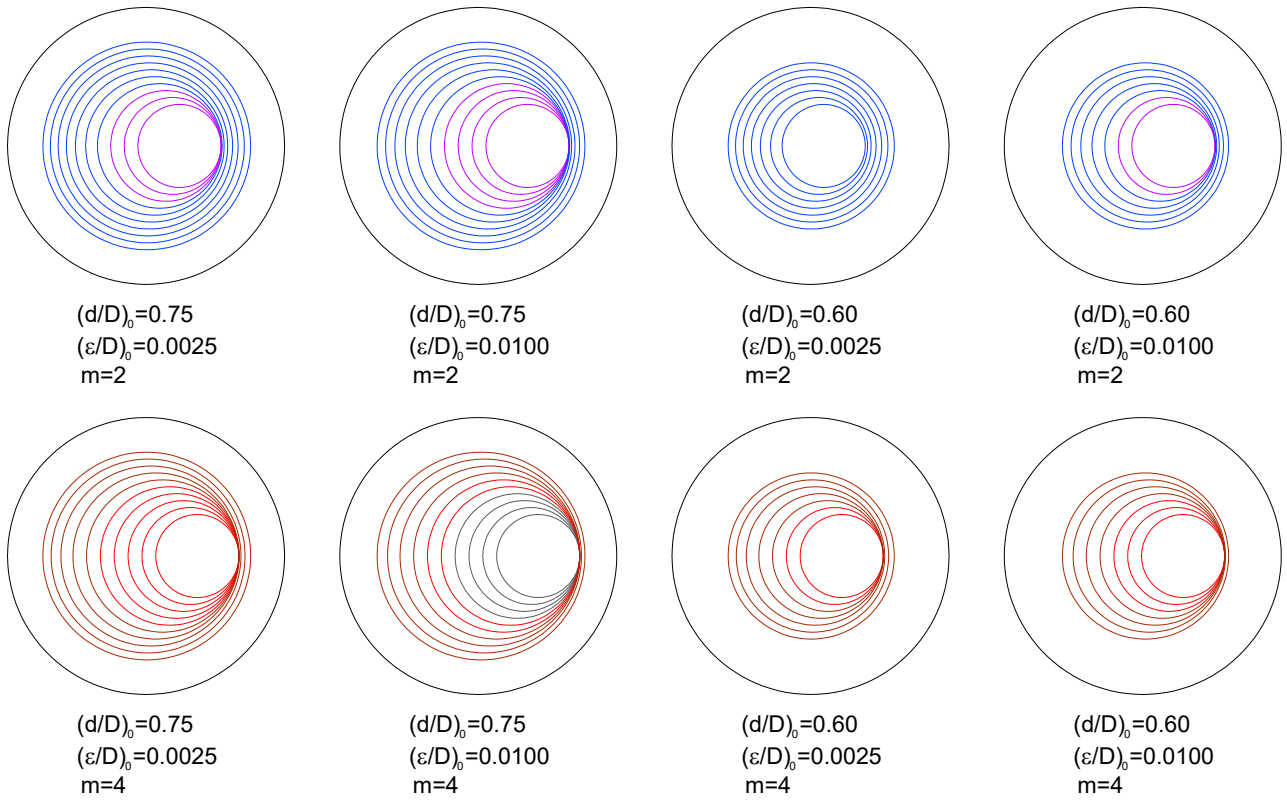
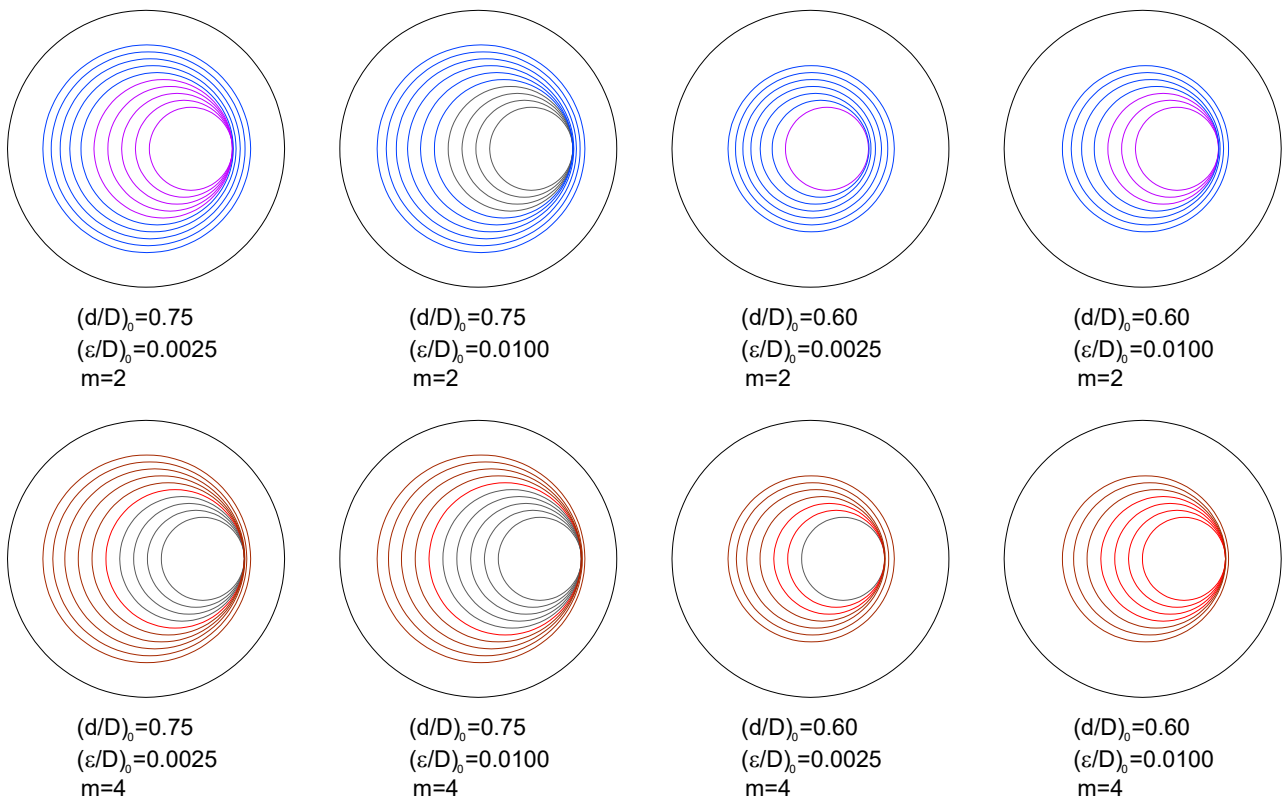


Figura 4. Curvas ε/D vs. d/D , propagación por fatiga para desplazamiento axial impuesto: (a) $m = 2$; (b) $m = 3$; (c) $m = 4$.

Figura 5. Curvas ε/D vs. d/D , propagación por fatiga para fuerza de tracción remota: (a) $m = 2$; (b) $m = 3$; (c) $m = 4$.



*Figura 6. Frentes de fisura para desplazamiento axial impuesto.
 m = 2: no contacto en azul, contacto parcial en rosa y contacto total en gris.
 m = 4: no contacto en marrón, contacto parcial en rojo y contacto total en gris.*



*Figura 7. Frentes de fisura para fuerza de tracción remota.
 m = 2: no contacto en azul, contacto parcial en rosa y contacto total en gris.
 m = 4: no contacto en marrón, contacto parcial en rojo y contacto total en gris.*

4. CONCLUSIONES

Las siguientes conclusiones han sido obtenidas en este artículo sobre caminos de propagación de fisuras por fatiga:

- (i) El crecimiento por fatiga de fisuras circunferenciales en barras sometidas a tracción produce el aumento de la excentricidad, respecto al eje de la barra, del ligamento resistente.
- (ii) Este fenómeno es más intenso al aumentar la excentricidad relativa inicial del ligamento (para el mismo diámetro relativo inicial) y el exponente de Paris característico del material.
- (iii) En las barras fisuradas donde se aplica fuerza remota de tracción se produce un mayor aumento de la excentricidad que en las que se impone un desplazamiento axial.
- (iv) Las representaciones $\varepsilon/D - d/D$ son rectas de igual pendiente desde el comienzo del contacto parcial, e incluso antes para los materiales con exponentes m de Paris más elevados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo económico de las siguientes instituciones: MICYT (MAT2002-01831), MEC (BIA2005-08965), MICINN (BIA2008-06810 y BIA2011-27870), JCyL (SA111A07, SA039A08 y SA132G18) y Fundación Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso (FS/9-2019).

REFERENCIAS

- [1] Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials (ASTM E399). ASTM International, USA (2012).
- [2] H.L. Stark, R.N. Ibrahim. Estimating fracture toughness from small specimens. *Eng Fract Mech* (1986) 25:395–401.
- [3] R.N. Ibrahim, H.L. Stark. Establishing K_{Ic} from eccentrically fatigue cracked small circumferentially grooved cylindrical specimens. *Int J Fract* (1990) 44:179–188.
- [4] R.N. Ibrahim, A. Kotousov. Eccentricity correction for the evaluation of fracture toughness from cylindrical notched test small specimens. *Eng Fract Mech* (1999) 64:49–58.
- [5] G. Pinter, M. Haager, W. Balika, R.W. Lang. Cyclic crack growth tests with CRB specimens for the evaluation of the long-term performance of PE pipe grades. *Polym Test* (2007) 26:180–188.
- [6] V.L. Neelakantha, T. Jayaraju, P. Naik, D. Kumar, C.R. Rajashekar, Mohankumar. Determination of fracture toughness and fatigue crack growth rate using circumferentially cracked round bar specimens of Al2014T651. *Aerosp Sci Tech* (2015) 47:92–97.
- [7] R. Rihan, R.K. Singh Raman, R.N. Ibrahim. Determination of crack growth rate and threshold for caustic cracking (K_{Isc}) of a cast iron using small circumferential notched tensile (CNT) specimens. *Mat Sci Eng A* (2006) 425:272–277.
- [8] J. Fischer, P.J. Freudenthaler, P.R. Bradler, R.W. Lang. Novel test system and test procedure for fatigue crack growth testing with cracked round bar (CRB) specimens. *Polym Test* (2019) 78:1–8.
- [9] J.P. Benthem, W.T. Koiter. Asymptotic approximations to crack problems, en: *Method of Analysis and Solutions of Crack Problems* (editor: G.C. Sih). Noordhoff International Publishing, Holanda (1973), pp. 131–178.
- [10] T.G.F. Gray. Convenient closed form stress intensity factors for common crack configurations. *Int J Fract* (1977) 13:65–75.
- [11] G.E. Dieter. *Mechanical Metallurgy* (SI edition). McGraw-Hill, Singapur (1988).
- [12] C. Mattheck, P. Morawietz, D. Munz. Stress intensity factors of sickle-shaped cracks in cylindrical bars. *Int J Fatigue* (1985) 7:45–47.
- [13] J. Toribio, B. González, J.C. Matos. Crack tip field in eccentric circumferentially cracked round bar (CCRB) under tensile loading. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* (2018) 41:2153–2161.
- [14] M. Yngvesson. Eccentric circumferential cracks in cylindrical specimens. *Int J Fract* (2000) 102:L9–L14.
- [15] Y. Zhao, I. Kim, B.-H. Choi J.-M., Lee. Variation of the fatigue lifetime with the initial notch geometry of circular notched bar specimens. *Int J Fract* (2011) 167:127–134.
- [16] I. Kim, Y. Zhao, B.-H. Choi, J.M. Lee, K.-S. Lee, J.-M. Lee. Numerical analysis of asymmetric fatigue crack growth behaviors of circular notched bar specimen resulting from various geometric misalignments. *Eng Fract Mech* (2013) 108:50–64.
- [17] P. Paris, F. Erdogan. A critical analysis of crack propagation laws. *J Basic Eng* (1963) 85:528–534.

MODELIZACIÓN NUMÉRICA DE MICRO-DEFECTOS GENERADOS POR INCLUSIONES EN PROBETAS PRISMÁTICAS ENTALLADAS SOMETIDAS A SOLICITACIONES DE FLEXIÓN POR CUATRO PUNTOS.

Rocío Rodríguez, Javier Ayaso, Jesús Toribio

GIFIE Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural, Universidad de Salamanca
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
E-mail: rociorg@usal.es

RESUMEN

El principal objetivo de este artículo es el analizar los cambios morfológicos y las *variables internas* que imperan en los micro-defectos generados por inclusiones en probetas prismáticas entalladas sometidas a ensayos bajo sollicitación de flexión por cuatro puntos en el instante final de la fractura. En dicho estudio se han modelizado numéricamente micro-defectos generados por dos tipos de inclusiones, *duras y blandas*. Las probetas prismáticas entalladas analizadas poseen diferentes radios de curvatura, produciendo diversos estados tenso-deformacionales, estados los cuales influyen en los micro-defectos introducidos. Para llevar a cabo dicho análisis se han simulado, por medio del método de elementos finitos (MEF), los micro-defectos en *celdas aisladas* pertenecientes a simulaciones previas realizadas de dichos ensayos de fractura a flexión sobre las probetas prismáticas entalladas.

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico trefilado, inclusiones, modelización numérica.

ABSTRACT

The aim of this paper is to analyze the morphological changes and the internal variables which prevail on the microdamage generated by inclusions in notched prismatic samples subjected to four point bending tests at the instant of final fracture. In such a study microdamage generated by two types of inclusions, *hard and soft*, was numerical modelled. The notched prismatic samples analyzed have different curvature radii, producing different stress and strain states that will influence the introduced microdamage. To carry out this analysis, microdamage in isolated cells from previous simulations performed of such fracture tests under four point bending tests in notched prismatic samples was simulated by means of the finite element method (FEM).

KEYWORDS: cold drawn pearlitic steel, inclusions, numerical modelling.

1. INTRODUCCIÓN

Las inclusiones en acero se pueden clasificar por su origen, tamaño y composición [1]. En acero perlítico se han observado multitud de inclusiones, entre las cuales pueden citarse óxidos, silicatos, sulfuros de manganeso, carburos y, en menor proporción nitruros [2]. Durante el proceso de trefilado las inclusiones presentes en el acero sufren cambios que pueden tener su influencia en el posterior comportamiento en fractura del acero [3, 4].

Algunos investigadores han estudiado la influencia de las inclusiones en la iniciación de fisuras generadas por fatiga [5]. Investigaciones más recientes acerca de dichas microestructuras se centran en la respuesta, a nivel tensional y morfológico, de las mismas en los distintos procesos de conformación del acero [6, 7].

En estudios posteriores se han analizado los cambios morfológicos y tensionales sufridos por las inclusiones presentes en el acero perlítico de probetas prismáticas entalladas sometidas a ensayos de fractura bajo sollicitación de tracción [8].

El presente artículo se ha centrado en los cambios morfológicos y tensionales de los micro-defectos en el acero perlítico estando éste sometido a ensayos de flexión por cuatro puntos. Para llevar a cabo dicho estudio se ha partido de los resultados obtenidos en modelizaciones numéricas realizadas mediante la utilización del método de elementos finitos (MEF) sobre dichas probetas prismáticas entalladas, las cuales poseen distintos radios de entalla: PA (menor radio de curvatura) y PC (mayor radio de curvatura) [9].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales y geometría modelizada

En el presente estudio se han empleado alambres de acero perlítico, de la familia de acero E, procedentes de una cadena real de trefilado compuesta por siete hileras. A partir de dichos alambres se han mecanizado las probetas prismáticas PA y PC (con distintos radios de curvatura de entalla) las cuales han sido sometidas a ensayos bajo sollicitación de flexión por cuatro puntos. Dichas probetas prismáticas poseen en su sección media una entalla en uno de sus laterales. Para la mecanización de las probetas se ha utilizado el alambren inicial, alambres del tercer y cuarto paso del proceso de trefilado y el alambre de pretensado final, último paso del proceso de fabricación [10].

En el presente estudio se ha optado por modelizar las probetas prismáticas entalladas procedentes del alambren inicial y el alambre de pretensado final, por ser estos alambres los dos casos extremos de la cadena de trefilado, y presentar los principales tipos de micro-defectos generados por inclusiones, centrándose el estudio en el instante de fractura final.

Para la identificación de los distintos casos las probetas utilizadas se han nombrado con una letra, la cual indica el tipo de entalla, seguidas de un número que indica el paso del proceso de trefilado del alambre a partir del cual han sido mecanizadas, siendo 0 el alambren inicial y 7 el alambre de pretensado comercial.

Las directrices utilizadas en la modelización de los microdefectos en las probetas prismáticas entalladas sometidas a ensayos de flexión por cuatro puntos han sido las mismas que las aplicadas en la modelización de probetas prismáticas entalladas, con doble entalla, sometidas a ensayos de tracción. Se han realizado modelizaciones paralelas mediante la utilización de *celdas aisladas* [8].

En estudios previos, los micro-defectos analizados en este tipo de acero perlítico se han clasificado en tres tipos: (i) los generados por *inclusiones de tipo duro* (óxidos complejos principalmente); (ii) por *inclusiones de tipo blando* (sulfuros de manganeso); (iii) por *inclusiones de tipo mixto o mezcla* (compuesta por ambos tipos de inclusiones) [3].

En el presente estudio sólo se han modelizado los micro-defectos generados por los dos primeros tipos de inclusión, dado que el tercero es un caso cuyo comportamiento es la combinación de los anteriores. En cuanto a las características geométricas de dichos micro-defectos, su geometría se ha asemejado a una elipse, la cual queda definida a través de sus semiejes mayor y menor, a y b , cuya relación es el factor de forma del micro-defecto en conjunto ($S=a/b$), Fig. 1.

El tamaño medio utilizado para la modelización de los microdefectos se ha obtenido de un estudio previo [3], en el cual el semieje $b=0.002$ mm es la medida representativa de los mismos. A partir del tamaño del semieje b , la geometría del micro-defecto se ha hallado aplicando el factor de forma correspondiente, también obtenido en estudios previos [2, 3], el cual depende del tipo de inclusión que genera el microdefecto y del grado de trefilado del alambre de procedencia (Tabla 1).

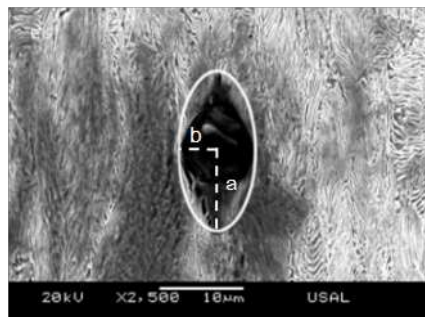


Fig. 1. Morfología de la elipse utilizada para determinar el factor de forma de los micro-defectos.

Tabla 1. Factor de forma inicial (S) de los micro-defectos generados por la presencia de inclusiones.

ACERO	DURAS (S)	BLANDAS (S)
E0	1.4	3.3
E7	3.0	12.0

2.2. Condiciones de cálculo

Para la realización del análisis de la influencia de los micro-defectos generados por las inclusiones en los dos tipos de probetas prismáticas entalladas sometidas a ensayos bajo sollicitación de flexión por cuatro puntos (PA y PC), se ha partido de los resultados obtenidos en las modelizaciones numéricas de las mismas [9]. Para ello se ha extraído de dichas simulaciones numéricas la información de aquellos elementos que presentan la mayor triaxialidad, zonas en las cuales los micro-defectos podrían sufrir mayores daños y por lo tanto tener una mayor influencia en la fractura final del acero. De esta forma se han extraído los elementos de mayor interés junto con sus condiciones de contorno registradas a lo largo de las modelizaciones de los ensayos bajo sollicitación de flexión hasta el instante final de fractura. Una vez aislados los elementos se han ejecutado modelizaciones numéricas paralelas, utilizando éstos como *celdas aisladas*, con las condiciones de contorno de las modelizaciones previas.

En el centro de las *celdas aisladas* se han introducido los microdefectos objeto de estudio. La elección de este tipo de modelización se ha basado en estudios anteriores en los cuales se analiza la influencia de las inclusiones en distintos procesos industriales mediante la utilización

del MEF [6,11]. Este procedimiento de cálculo, *celda aislada*, permite la modelización micro-estructural con tamaños de malla adecuados para obtener resultados fiables. Dicho procedimiento además permite optimizar los recursos informáticos, haciendo posible este tipo de simulaciones numéricas en 3D.

De cada una de las probetas objeto de estudio, PA0, PA7, PC0 y PC7, se han realizado dos simulaciones numéricas de *celdas aisladas* (elementos con máximos valores de triaxialidad tensional); la primera de éstas con un microdefecto generado por las inclusiones de *tipo duro* y la segunda con un microdefecto generado por inclusiones de *tipo blando*, en ambos casos situados en la parte central de dicha celda. Este procedimiento se ha llevado a cabo para establecer la influencia de la triaxialidad (T) con los cambios morfológicos y tenso-deformacionales generados por el micro-defecto. Los valores de triaxialidad extraídos de las modelizaciones previas en la sección neta de las probetas en el instante final de fractura alcanza sus valores máximos en las probetas con entalla tipo A (pequeño radio de curvatura), situándose éstos en las proximidades de la entalla, mientras que en las probetas con entallas tipo C (gran radio de curvatura) dichos valores se ubican más alejados de la entalla pero también próximos a la misma. Además, para cada caso de estudio se han introducido dos tipos de micro-defectos, generados por inclusiones tipo duro y tipo blando. En el centro de esta *celda aislada* seleccionada ha sido introducido el micro-defecto y aplicadas las condiciones de contorno obtenidas, siendo éstas los desplazamientos de los nodos (en los ejes x - y - z) de la misma durante la modelización de los ensayos bajo sollicitación de flexión (Fig. 2). La modelización numérica de los micro-defectos generados por las inclusiones mediante el MEF se ha realizado con la definición del comportamiento mecánico de cada material: modulo de elasticidad (E), coeficiente de Poisson (ν) y la curva de comportamiento plástico, considerándose en este caso un endurecimiento isótropo y el criterio de plastificación de von Mises.

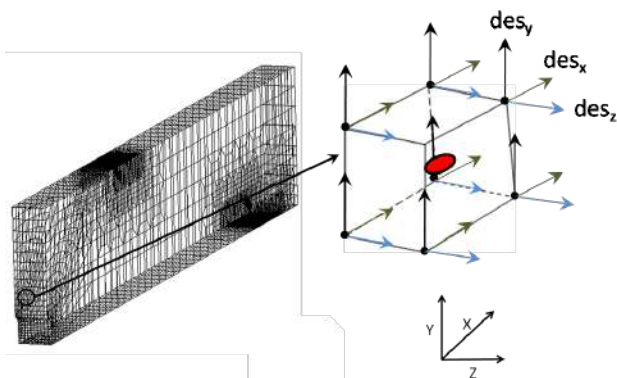


Fig. 2. Esquema de extracción de una celda aislada a partir de la malla utilizada en la simulación de un ensayo bajo sollicitación de flexión de una probeta prismática entallada PA.

En la modelización de los micro-defectos generados por inclusiones tipo blando se ha optado por no introducir la inclusión dentro de dicho micro-defecto, puesto que éstas, según un estudio previo [6], poseen un modulo de Young significativamente inferior al de la matriz perlítica circundante. Este procedimiento se ha utilizado con el fin de evitar dos tipos de problemas: uno en referencia a las excesivas deformaciones que experimentan éste tipo de inclusiones y otro para evitar problemas de contacto entre las mallas generadas debido a esas grandes deformaciones. Además se reduce de manera sustancial el tiempo de cálculo y los recursos informáticos utilizados. Sin embargo, en las modelizaciones de los micro-defectos generados por inclusiones de tipo duro se han introducido inclusiones con morfología esférica separadas de la matriz perlítica 0.0002 mm para representar la separación existente, observada en estudios previos [2, 3], entre la matriz y la inclusión, y para evitar problemas de contacto iniciales entre ambas (Fig. 3). En la modelización numérica de las inclusiones de tipo duro se ha considerado un comportamiento mecánico con un modulo de Young de 352 GPa (muy superior al de la matriz perlítica) y un coeficiente de poisson de 0.24, puesto que éstas se comportan de forma aproximada a un sólido rígido.

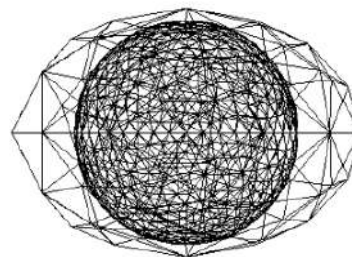


Fig. 3. Malla del micro-defecto generado por una inclusión de tipo duro.

En las simulaciones numéricas realizadas mediante el MEF, el comportamiento plástico del acero perlítico se ha modelizado usando las curvas tensión-deformación plástica (σ - ϵ^p) para cada probeta en particular, teniendo en cuenta el alambre de procedencia de la misma.

3. RESULTADOS

3.1. Verificación de la simulación numérica

Para corroborar la fiabilidad de los datos obtenidos, la variación de las variables en las caras externas de la *celda origen* y *aislada* no puede ser superior al 5%. Para ello se han realizado mapas de contorno de la distribución de la tensión de von Mises en los bordes de la celda origen (modelización de ensayo de probeta completa) y en la misma celda aislada (modelización perteneciente al micro-defecto generado por inclusiones de tipo blando y duro), Fig. 4. La comparativa, para los

valores de la tensión de von Mises, se ha realizado para todos los casos de estudio y para cada tipo de micro-defecto introducido, resultando muy exitosa y dentro de las pequeñas discrepancias que se pueden esperar (diferencias menores del 0.5%).

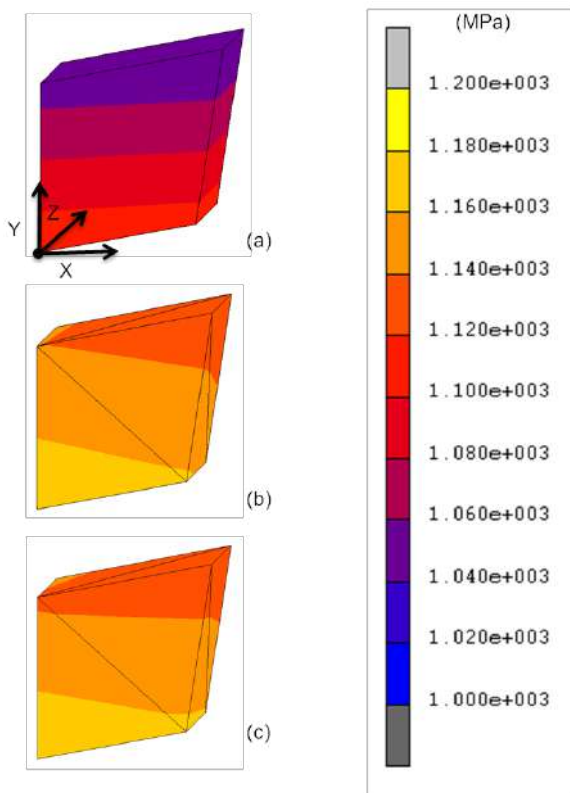


Fig. 4. Comparativa de las modelizaciones numéricas; (a) celda origen, (b) celda aislada con micro-defectos generados por inclusiones de tipo duro y (c) celda aislada con micro-defecto generado por inclusiones de tipo blando.

3.2. Factores de forma y distribuciones tensionales

Una vez obtenidas las modelizaciones numéricas de los microdefectos, en los elementos de mayor triaxialidad pertenecientes a las probetas prismáticas entalladas sometidas a ensayos bajo sollicitación de flexión, se ha procedido a extraer los cambios morfológicos de éstos. Dichos cambios morfológicos incluyen deformaciones en los tres ejes principales, motivo por el cual se ha optado por cuantificarlos mediante las mediciones de los factores de forma finales (S') con los ejes de la elipse resultante a la cual se ha asemejado el micro-defecto, a' y b' .

Para poder analizar y comparar los datos obtenidos de los distintos micro-defectos en las diferentes probetas, se exponen a continuación los resultados del incremento del factor de forma (ΔS), siendo éste la diferencia entre los factores de forma finales y los factores de forma iniciales ($S'-S$) de los micro-defectos generados por inclusiones, para ambos tipos inclusiones, Tabla 2.

Tabla 2. Incremento del factor de forma (ΔS) de los micro-defectos.

PROBETA	DURO (ΔS)	BLANDO (ΔS)
PA0	0.06	0.33
PA7	0.05	0.29
PC0	0.89	2.99
PC7	0.69	2.92

En los distintos factores de forma analizados, los cambios morfológicos más importantes se producen en los micro-defectos presentes en las probetas PC para ambos tipos de inclusiones y en ambos alambres estudiados, alambrrn inicial y alambre de pretensado. Cabe señalar que la mayor variación del factor de forma para ambos tipos de probetas se produce en los micro-defectos generados por las inclusiones de tipo blando y dentro de éstos en las probetas PC0, Fig. 5. El incremento de los factores de forma en las probetas con entallas de tipo A, menor radio de curvatura, PA0 y PA7 es similar para cada tipo de micro-defectos analizados y casi despreciable para los micro-defectos generados por las inclusiones de tipo duro.

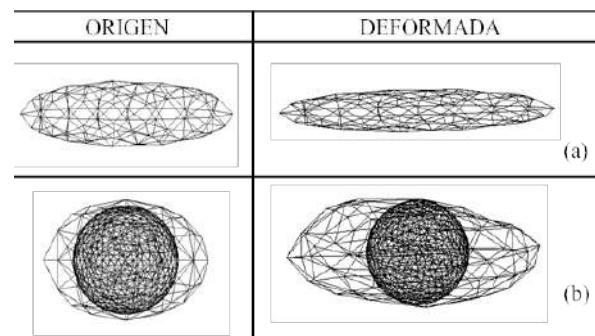


Fig. 5. Micro-defectos origen y finales generados por inclusiones; (a) tipo blando y (b) tipo duro en la probeta prismática entallada PC0.

El cambio morfológico del factor de forma lleva consigo mayores tensiones producidas en los bordes de los micro-defectos. Sin embargo, cabe señalar que las mayores variaciones de tensiones vienen producidas por la resistencia a la deformación del micro-defecto que generan las inclusiones de tipo duro.

Para analizar la variación de las tensiones de von Mises (σ_{eq}) e hidrostática (σ) en los micro-defectos se han realizado cortes sobre los diferentes planos principales (xy , xz , yz). En dichos planos se ha observado una distribución de los valores de las tensiones similar, situándose los máximos de éstas en la parte central del microdefecto y disminuyendo hacia los extremos del mismo, como se observa en la Fig. 6. Las distribuciones de los valores de estas tensiones son independientes del tipo de micro-defecto analizado.

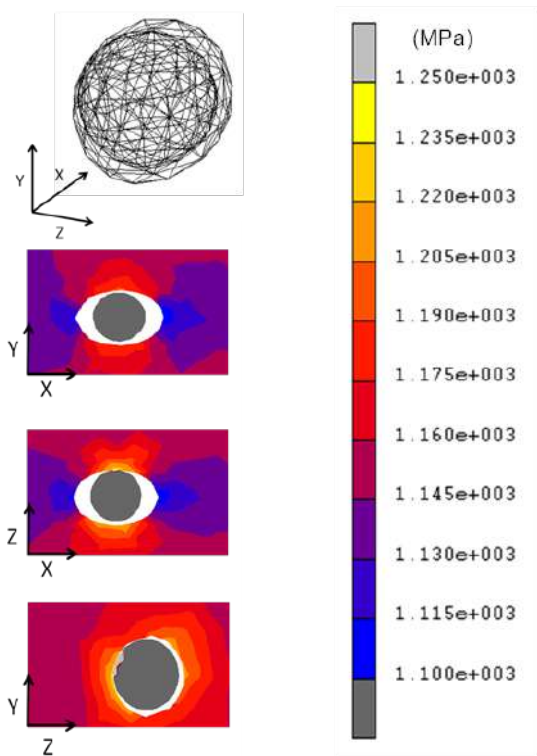


Fig. 6. Distribución de los valores de la tensión equivalente (σ_{eq}) en el micro-defecto generado por inclusiones de tipo duro, probeta PA 0.

4. DISCUSIÓN

Los micro-defectos analizados generados por inclusiones muestran un comportamiento análogo en cuanto a la distribución de las tensiones se refiere, sin embargo cabe señalar la importancia de los micro-defectos generados por inclusiones de tipo duro. En dichos micro-defectos se han obtenido valores superiores tanto de tensión de von Mises como hidrostática con respecto a los valores obtenidos en las celdas origen. Los micro-defectos generados por inclusiones de tipo duro, por tanto, van a tener una mayor relevancia global al actuar como concentradores de tensión. Dicho comportamiento de este tipo de microdefectos puede llegar a influir en el camino de la fractura así como en el tipo de fractura del acero.

Los cambios morfológicos de los micro-defectos obtenidos en las modelizaciones numéricas concuerdan con la evolución de los micro-defectos observada en las micrografías pertenecientes al estudio previo de estas probetas prismáticas entalladas, PA y PC, [9]. En dichas micrografías se muestran inclusiones de tipo blando totalmente adaptadas a la matriz circundante de colonias de perlita y micro-defectos generados por inclusiones de tipo duro en los cuales se observa separación entre la matriz del acero y las inclusiones de tipo duro, tal y como se muestra en la Fig. 7.

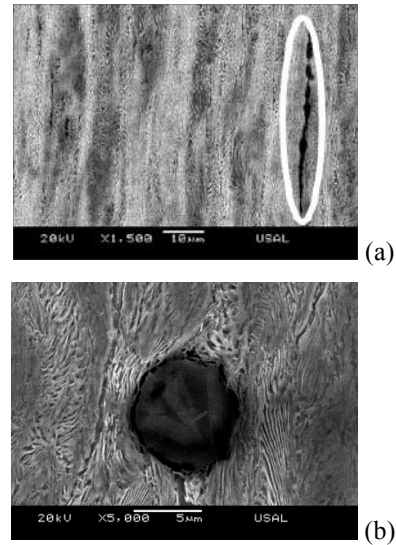


Fig. 7. Micro-defectos generados por inclusiones de tipo (a) blando PC7 y (b) duro PC4.

Para el análisis del comportamiento de los micro-defectos más relevantes, (los generados por inclusiones de tipo duro) en las probetas con mayor triaxialidad, PA7, se ha optado por mostrar diferentes planos de corte de las simulaciones realizadas sobre este particular, Fig. 8.

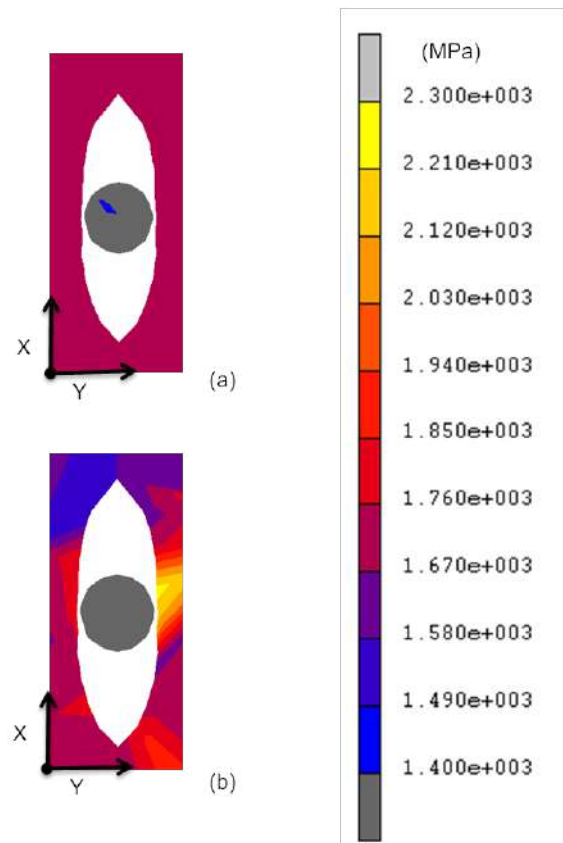


Fig. 8. Distribución de; (a) tensión de von Mises y (b) tensión hidrostática en los micro-defectos generados por inclusiones de tipo duro, PA7.

En estudios previos de modelización numérica de probetas prismáticas entalladas sometidas a sollicitación de flexión [10] se obtuvieron los mayores valores de las tensiones von Mises e hidrostática en las probetas mecanizadas a partir del alambre de pretensado final. En dicho estudio se determinó que las probetas PA7, con menor radio de curvatura de entalla, son las que mayor triaxialidad tensional presentan, por lo cual cabía esperar que en la modelización de los microdefectos inmersos en dichas probetas éstos sean los que mayores valores de tensión hidrostática registran.

5. CONCLUSIONES

En el presente estudio se ha determinado cómo los micro-defectos generados por inclusiones de tipo blando son los que mayores cambios morfológicos generan, hecho producido por la mínima o nula resistencia que dichas inclusiones oponen a la deformación. Dentro de las modelizaciones numéricas realizadas los micro-defectos con las mayores diferencias de factor de forma se han registrado en las probetas procedentes del alambro inicial, alambre sin trefilar, con entalla de tipo C, gran radio de curvatura, probetas las cuales son capaces de asumir grandes deformaciones antes de la fractura final de las mismas.

Los micro-defectos con mayor influencia en cuanto a cambios tenso-deformacionales en comparación con la celda origen son los generados por las inclusiones de tipo duro, en los cuales la inclusión ejerce una mayor resistencia a la deformación, al igual que ocurría en las modelizaciones numéricas de microdefectos inmersos en las probetas prismáticas entalladas sometidas a ensayos de fractura bajo sollicitación de tracción [8]. Las mayores variaciones de tensiones analizadas, tensión hidrostática σ y tensión equivalente σ_{eq} , se producen en los micro-defectos generados por inclusiones de tipo duro en las probetas mecanizadas a partir de alambre de pretensado, último paso del proceso de trefilado, y dentro de éstas los mayores cambios se han obtenido en las PA7, las cuales poseen un radio de curvatura menor.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento (por la financiación aportada) a las siguientes instituciones: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como a la Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

También desean agradecer a Juan Monar el suministro de acero perlítico trefilado progresivamente trefilado procedente de la empresa TREFILERÍAS QUIJANO, sita en Los Corrales de Buelna (Santander, Cantabria).

REFERENCIAS

- [1] Wilson, A. D. The influence of thickness and rolling ratio on the inclusion behavior in plate steels, *Metallography*. **12**, pp. 233-255, 1979.
- [2] Rodríguez, R. Análisis del micro-daño y de la presencia de inclusiones en aceros progresivamente trefilados. Grado de Salamanca, Universidad de Salamanca, 2008.
- [3] Rodríguez, R., Lorenzo, M., Ayaso, F.J., Toribio, J. Evolución de las inclusiones durante el proceso de trefilado en aceros perlíticos, *Anal. Mec. Fract.* **27**, pp. 717-722, 2010.
- [4] Ayaso, F.J., González, B., Toribio, J. Influencia de las inclusiones sobre el comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados, *Anal. Mec. Fract.* **24**, pp. 99-104, 2007.
- [5] Liu, C.D., Bassim, M.N., Lawrence, S., Evaluation of fatigue-crack initiation at inclusions in fully pearlitic steels, *Mater. Sci. Eng. A* **167**, pp. 107-113, 1993.
- [6] Yu, H., Bi, H., Liu, X., Chen, L., Dong, N. "Behavior of inclusions with weak adhesion to strip matrix during rolling using FEM", *J. Mater. Process. Tech.* **209**, pp. 4274-4280, 2009.
- [7] Correa, P.A., González, D.F. Souza, R.M., Machado, I.F., Sinatora, A. Estudio de la maquinabilidad de aceros medio-carbono por medio del método de los elementos finitos, *8º Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica*, Cuzco, Perú, pp. 824-830, 2007.
- [8] Rodríguez, R., Ayaso, F.J., Toribio, J. Modelización numérica de micro-defectos generados por inclusiones en probetas prismáticas entalladas sometidas a sollicitaciones de tracción, *Anal. Mec. Fract.* **31**, 2014.
- [9] Rodríguez, R., Ayaso, F.J., Toribio, J. Comportamiento en fractura de muestras prismáticas entalladas sometidas a sollicitación de flexión, *Anal. Mec. Fract.* **29**, 2012.
- [10] Rodríguez, R., Ayaso, F.J., Toribio, J. Modelización del proceso de fractura a flexión en probetas prismáticas entalladas de acero perlítico, *Anal. Mec. Fract.* **31**, 2014.
- [11] Luo, C., Stahlberg, U. Deformation of inclusions during hot rolling, *J. Mater. Process. Tech.* **114**, pp. 87-97, 2001.

04 - FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN EFECTIVO EN MATERIALES CERÁMICOS CARACTERIZADOS MEDIANTE ENSAYOS SPT: ANÁLISIS NUMÉRICO Y EXPERIMENTAL

Rodríguez, Cristina ⁽¹⁾; Quintana, Covadonga ⁽¹⁾; Belzunce, Javier⁽¹⁾; Baudín, Carmen ⁽²⁾

¹ SIMUMECAMAT Research Group. Universidad de Oviedo
Escuela Politécnica de Ingeniería. Edificio Departamental Oeste 7.1.17. Campus Universitario. 33203 Gijón. Spain

² Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC. Madrid. Spain

* Persona de contacto: cristina@uniovi.es

RESUMEN

Con el desarrollo de las nuevas tecnologías, cada vez es más frecuente el uso de pequeños componentes cerámicos cuyo comportamiento mecánico habrá que conocer para asegurar su integridad estructural. Sabiendo que dicho comportamiento es función de la ruta de fabricación del componente, los ensayos de caracterización deberán ser ejecutados utilizando dichos componentes como probetas, para lo que será imprescindible el uso de los denominados ensayos miniatura, como el bola-tres-bolas (B3B) o el small punch test (SPT). Aunque estos ensayos ya han sido utilizados con éxito en la caracterización de materiales cerámicos, los resultados obtenidos son fuertemente dependientes del tamaño de muestra utilizado, por lo que deben ser analizados teniendo en cuenta el volumen efectivo de la probeta para compararlos con los provenientes de ensayos estándar (flexión en 3 o 4 puntos).

En el ensayo SPT, el dispositivo utilizado es el compuesto de una matriz circular de 4 mm de diámetro sobre el que se apoya una probeta de unos 10 mm de diámetro y espesor variable (0.2 mm-1 mm), sobre la que actúa un punzón de cabeza semiesférica de diámetro 2.5 mm. El objetivo de este trabajo ha sido encontrar una expresión que relacione el volumen efectivo de una probeta SPT con su espesor. Dado que el volumen efectivo también dependerá del módulo de Weibull, se ha realizado un amplio análisis numérico en el que además del espesor de la probeta, se ha variado el tipo de material a través de su módulo de Weibull ($8 < m < 20$) hasta encontrar una expresión universal para el volumen efectivo de un ensayo SPT aplicado a un material, validada experimentalmente utilizando diferentes materiales y espesores de probeta.

ABSTRACT

The development of new technologies is increasing the use of small ceramic components whose mechanical behaviour will have to be known to ensure their structural integrity. Knowing that this behaviour is a function of the manufacturing route of the component, characterization tests must be performed using these components as samples. For this purpose, the use of miniature tests, such as, the ball-three-ball (B3B) or the small punch test (SPT) will be essential. Although these tests have already been used successfully in the characterization of ceramic materials, the results obtained are strongly dependent on the sample size, so they must be analysed taking into account the effective volume of the specimen to compare them with those from the standard tests (3 or 4-point bending tests).

In the SPT test, the device is compound of a circular 4 mm diameter matrix on which a specimen of about 10 mm diameter and variable thickness (0.2 mm-1 mm) rests. A hemispherical head punch of diameter 2.5 mm acts over the sample. The target of this work was finding an expression that relates the effective volume of an SPT sample with its thickness. Since the effective volume will also depend on the Weibull modulus, a large numerical analysis has been performed where specimen thickness and material (ranging its Weibull modulus, $8 < m < 20$) has been varied until finding a universal expression for the effective volume of an SPT test applied to a particular material, experimentally validated using different materials and specimen thicknesses.

KEYWORDS: Ceramics, Miniature Strength Tests, SPT, Effective Volume, Weibull statistics

1. INTRODUCCIÓN

Las excelentes propiedades exhibidas por algunas cerámicas densas y de grano fino hacen que su uso se haya extendido ampliamente al campo de la electrónica, que las demanda en forma de componentes de muy pequeño tamaño. Su pequeño tamaño es precisamente una de las claves de su excelente comportamiento en servicio, que no se conseguiría si el tamaño fuese mucho mayor, aún utilizando las mismas rutas de fabricación. Debido al pequeño tamaño, el control de calidad de dichos componentes se realiza mediante ensayos estándar de prácticamente imposible, al no disponer de

suficiente material para obtener las geometrías de probeta requeridas.

Así, la necesidad de caracterizar mecánicamente componentes de pequeño tamaño, ha llevado a la utilización de los denominados ensayos miniatura, es decir, ensayos que necesiten probetas de muy pequeño tamaño.

Dentro del campo de las cerámicas, uno de los más utilizados y que fue específicamente desarrollado para la evaluación de las mismas, es el ensayo miniatura bola-tres-bolas (B3B) [1]. Otro ensayo miniatura muy utilizado, es el small punch test (SPT), que, aunque

inicialmente desarrollado para la caracterización mecánica de materiales metálicos, ha demostrado una gran capacidad en la caracterización de otras familias de materiales como los polímeros [2] o las cerámicas [3]. Este último ensayo cuenta con la ventaja, además, de su gran simplicidad, lo que lo hace un candidato ideal en la caracterización de pequeños componentes cerámicos.

No obstante, y sea cual sea el ensayo miniatura utilizado, será necesario tener en cuenta el gran efecto que ejerce el tamaño de un componente sobre la tensión de rotura del mismo, tanto de cara a obtener los parámetros de Weibull de la distribución de tensiones del material, como al objeto de comparar los resultados obtenidos en diferentes tipos de ensayo (flexión en tres puntos, flexión en cuatro puntos, etc.).

El efecto del tamaño, se basa en que conforme aumenta el tamaño de un elemento, la probabilidad de encontrar defectos responsables de la rotura – i.e: defectos críticos- de mayor tamaño también lo hace, por lo que su resistencia a la fractura disminuye.

Para evaluar este efecto, y siempre bajo la suposición de que los defectos se distribuyen de manera aleatoria y homogénea, se recurre a la modelización del sistema como un conjunto discreto de elementos, de modo que el fallo se producirá cuando falle uno de los elementos que lo componen cuando en él se produzca la combinación crítica defecto-tensión (teoría del eslabón más débil). Se trata por tanto de una distribución extrema de mínimos, y en la comunidad cerámica se evalúa, en general, mediante la utilización de una distribución de Weibull de dos parámetros:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_\theta} \right)^m \right] \quad \sigma_{max} > 0 \quad (1)$$

$$P_f = 0 \quad \sigma_{max} \leq 0 \quad (2)$$

Donde P_f es la probabilidad de fallo, σ_{max} es la tensión de tracción uniaxial que produce el fallo en la probeta, σ_θ es la resistencia característica de Weibull y m el módulo de Weibull.

En este punto conviene comenzar a destacar que el valor de la resistencia característica de Weibull (σ_θ) depende de la geometría de la probeta y estará controlada por el tipo de defecto que desencadene el fallo (en general volumétricos o superficiales). Si los defectos que controlan la resistencia de una muestra son de tipo volumétrico (por ejemplo, poros, inclusiones, etc.), la resistencia característica generalmente se designa como $(\sigma_\theta)_V$, y el módulo de Weibull se designa típicamente como m_V , mientras que si son de tipo superficial (por daños de mecanizado, etc.), la resistencia característica se designa como $(\sigma_\theta)_A$, y el módulo de Weibull se designa como m_A .

Quedándonos con los defectos volumétricos como los responsables de la mayor parte de los fallos en las probetas de laboratorio, cuyas superficies no suelen presentar defectos, y teniendo en cuenta como ya demostró Hu [4] que un elemento infinitesimal, de

volumen (dV), puede tratarse como un eslabón en una cadena, una expresión alternativa para la probabilidad de rotura de una muestra cerámica será:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{max}} \right)^{m_V} dV \right] \quad \sigma > 0 \quad (3)$$

$$P_f = 0 \quad \sigma \leq 0 \quad (4)$$

donde m_V es el módulo de Weibull asociado con las roturas que derivan de los defectos volumétricos y $(\sigma_\theta)_V$ es el parámetro de escala de material Weibull. Este parámetro puede describirse como la resistencia característica de Weibull de una muestra con un volumen unitario cargado con una tensión de tracción uniaxial uniforme y, al contrario que σ_θ , no dependerá de la geometría de la probeta, sino que será un parámetro característico del material analizado.

La expresión (3) junto con el parámetro $(\sigma_\theta)_V$ nos permitirá conocer la probabilidad de fallo de un componente a través de ensayos realizados sobre una geometría de probeta cualquiera. Conceptualmente, uno determina σ_θ a partir de una geometría de ensayo cualquiera y utiliza la expresión (3) para calcular $(\sigma_\theta)_V$. Una vez calculado $(\sigma_\theta)_V$, podríamos calcular la probabilidad de rotura de cualquier componente. Como ejemplo simple, las ecuaciones (1) y (3) pueden igualarse para una probeta sometida a tracción uniaxial con un determinado volumen en la sección calibrado (V_{gage}), dando como resultado:

$$(\sigma_\theta)_V = (V_{gage})^{1/m} ((\sigma_\theta)_V) \quad (5)$$

No obstante, al contrario que en tensión uniaxial, en general, la tensión en un determinado volumen de material será función de su posición en el componente, y para tenerlo en cuenta, reorganizamos la expresión (3) introduciendo el valor de la tensión que produciría la rotura del componente durante dicho ensayo, σ_{max} :

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_{max}}{(\sigma_\theta)_V} \right)^{m_V} \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{max}} \right)^{m_V} dV \right] \quad (6)$$

Y haciendo:

$$V_{eff} = \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{max}} \right)^{m_V} dV \quad (7)$$

La expresión (6) se convierte en:

$$P_f = 1 - \exp \left[- V_{eff} \left(\frac{\sigma_{max}}{(\sigma_\theta)_V} \right)^{m_V} \right] \quad (8)$$

Donde V_{eff} es el volumen efectivo de la probeta, que tiene en cuenta tanto la geometría de la misma como el gradiente de tensiones del ensayo. En general V_{eff} es función del módulo de Weibull, y su valor es inferior o igual al volumen de la muestra a tracción uniaxial, V_{gage} . El volumen efectivo podría interpretarse como el tamaño de una probeta equivalente sometida a tracción uniaxial

que tuviera la misma probabilidad de fallo que la probeta ensayada, por lo que la expresión (5) puede expresarse como:

$$(\sigma_0)_V = (V_{eff})^{1/m} (\sigma_0) \quad (9)$$

La ecuación (7) permite realizar, de una forma relativamente sencilla, el cálculo del volumen efectivo de las probetas utilizadas en los ensayos más convencionales, como el de tracción o flexión en tres o cuatro puntos, donde la tensión en cualquier punto responde a una expresión analítica concreta. Este no es el caso, sin embargo, de los ensayos miniatura anteriormente señalados (B3B y SPT) en los que el estado tensional que se genera es tan complejo que no puede ser descrito a través de expresiones analíticas, teniendo que recurrirse al uso de métodos aproximados como el método de los elementos finitos (FEM).

Así y mediante la utilización del método de los elementos finitos, en este trabajo se analiza el efecto del espesor de la probeta SPT, t , y del módulo de Weibull del material, m , sobre la probabilidad de rotura de la misma, proponiéndose una sencilla expresión analítica para el cálculo del volumen efectivo que tiene en cuenta el efecto conjunto de ambas variables. Para ello, se ha tomado como referencia el dispositivo SPT normalmente utilizado en la caracterización de materiales metálicos [5] y una geometría de probeta circular de 10 mm de diámetro. Los resultados analíticos han sido verificados cotejándolos con los obtenidos experimentalmente sobre 4 muestras de material cerámico.

2. CALCULO DEL VOLUMEN EFECTIVO MEDIANTE FEM

2.1 Procedimiento

Con objeto de calcular el volumen efectivo de una probeta SPT, el ensayo fue modelizado mediante elementos finitos para lo que se utilizó el código comercial ABAQUS/Standard 6.12. Además, y teniendo en cuenta la configuración geométrica del ensayo SPT, el análisis se realizó utilizando un modelo 2D axisimétrico (Figura 1.).

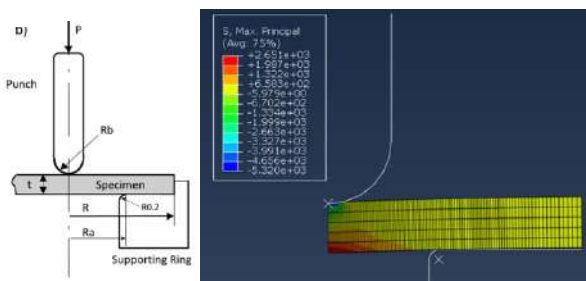


Figura 1. Esquemas de ensayo SPT analizado

La geometría del dispositivo de ensayo SPT modelizado, ha sido la standard, con un punzón de diámetro $d=2.5\text{mm}$, y una matriz de diámetro $D_a=4\text{mm}$ con 45° de ángulo de chaflán. Además, tanto el punzón como la matriz han sido modelizados como sólidos rígidos.

Por su parte, y al objeto de analizar la influencia del espesor de las probetas en el volumen efectivo, las probetas cerámicas se modelizaron con el mismo diámetro ($D_s=10\text{mm}$) pero con un espesor, t , variable ($t=0.2, 0.4, 0.5, 0.8$ y 1mm). El modelo de comportamiento utilizado fue elástico lineal y se utilizaron elementos axisimétricos de cuatro nodos con integración reducida. Por su parte, y teniendo en cuenta que el volumen efectivo no se verá afectado por los parámetros elásticos, los valores de las propiedades elásticas utilizadas fueron $E = 200\text{GPa}$ y $\nu = 0.3$. Se utilizó el mismo tamaño de malla para toda la probeta. Los contactos entre los componentes del dispositivo y la probeta se modelizaron como contacto rígido en la dirección axial y contacto con fricción en la dirección tangencial, utilizando un coeficiente de fricción de 0.1 [6].

Con la ayuda del modelo, se obtuvieron las tensiones principales y el volumen V_i de cada elemento en cada paso de integración. A partir de las tensiones principales y al objeto de poder comparar el complejo estado tensional que este ensayo genera en cada elemento con otros más simples, se utilizó el principio de acción independiente (PIA) para calcular la tensión equivalente:

$$\sigma_i^{PIA} = (\langle \sigma_I \rangle^m + \langle \sigma_{II} \rangle^m + \langle \sigma_{III} \rangle^m)^{1/m} \quad (10)$$

Donde m es el coeficiente de Weibull, y el símbolo $\langle \rangle$ denota que únicamente se tienen en cuenta las tensiones principales positivas. Conocida la tensión equivalente y el volumen en cada elemento V_i , el volumen efectivo responderá a la expresión (11), equivalente a la expresión (7) cuando trabajamos con un conjunto discreto de elementos de volumen.

$$V_{eff} = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\sigma_i^{PIA}}{\max(\sigma_i^{PIA})} \right)^m V_i \quad (11)$$

Dado que el volumen efectivo depende tanto del tamaño de la probeta como del coeficiente de Weibull, todos los cálculos se realizaron utilizando diferentes espesores de probeta, y diferentes valores de m ($m=5, 6, 7, 10, 15, 20$).

Debido a la conocida sensibilidad de los resultados al tamaño de elemento finito utilizado, se realizó un análisis inicial de sensibilidad de malla, cuyos resultados se observan en la figura 2.

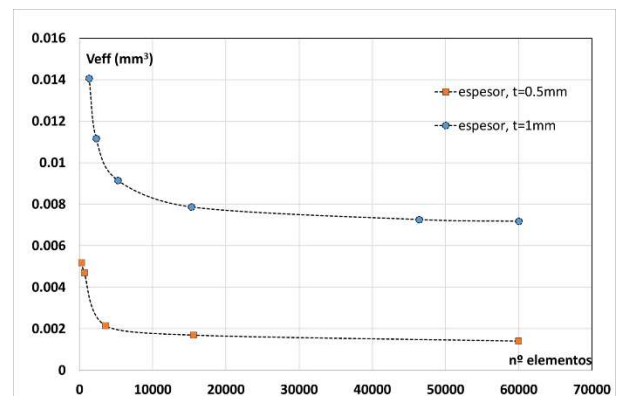


Figura 2. Variación del volumen efectivo con el tamaño del elemento

Como puede verse en la figura, el valor del volumen efectivo no deja de ser independiente del tamaño de la malla, hasta que se alcanzan tamaños de elementos por debajo de 0.1 micras.

2.2 Resultados

La figura 3 recoge la influencia del módulo de Weibull en el volumen efectivo del material cerámico cuando el espesor de la probeta es el estándar, $t=0.5\text{mm}$. Como puede observarse, el volumen efectivo de la probeta estándar resulta ser, aproximadamente, inversamente proporcional al módulo de Weibull al cuadrado.

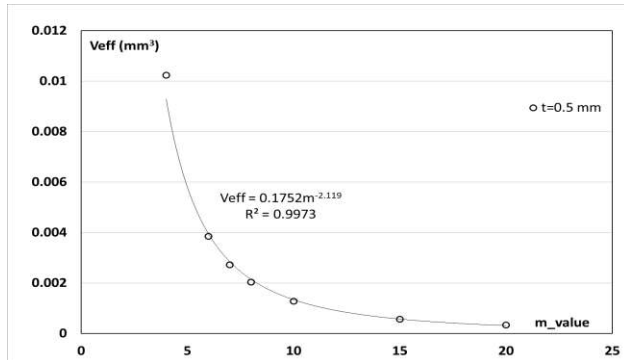


Figura 3. Variación del volumen efectivo de una probeta standard ($t=0.5\text{m}$) con m

Además, tal y como se refleja en la figura 4, cuando se evalúan otros espesores de probeta, el resultado obtenido es muy similar, obteniéndose para todos ellos una expresión del tipo: $V_{\text{eff}}=a \cdot m^{-b}$, en la que a y b resultan ser prácticamente constantes.

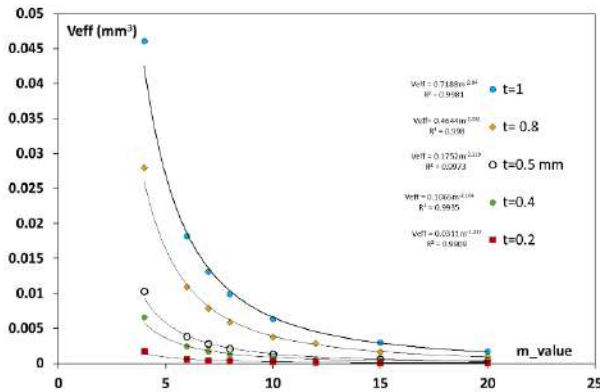


Figura 4. Variación del volumen efectivo con m para diferentes espesores de probeta

Si representamos ahora la variación del volumen efectivo con el espesor de la probeta para los diferentes valores de m evaluados (figura 5), se obtiene una variación del volumen efectivo proporcional al espesor, que puede expresarse como: $V_{\text{eff}}=c \cdot t^d$, donde c y d , de nuevo, podrían considerarse constantes.

En vista de los ajustes obtenidos, resulta obvia la conveniencia de representar el volumen efectivo en función de t/m , obteniéndose la relación representada gráficamente en la figura 6 y que proporciona una

expresión general del volumen efectivo de un ensayo SPT sobre probeta estándar en función del espesor de la misma y del coeficiente de Weibull del material. La expresión general obtenida es:

$$V_{\text{eff}}=0.875 \cdot (t/m)^{2.15} \quad R=0.9972 \quad (12)$$

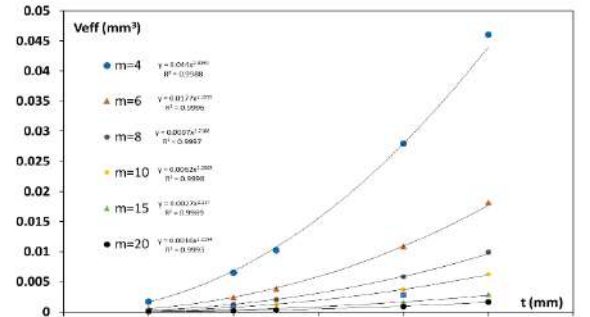


Figura 5. Variación del volumen efectivo con el espesor para distintos valores de m

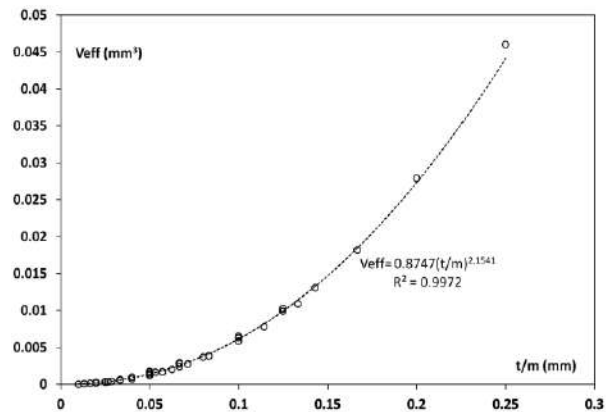


Figura 6. Variación del volumen efectivo con t/m

3. Análisis experimental

Materiales y procedimiento

Los materiales utilizados fueron dos tipos de cerámicas densas y de grano fino: PZT (Titanato-Circonato de Plomo, NCE 51, Noliac, República Checa) y KA997 (Alúmina 99.7% pureza, Nanoker, España). Estos materiales fueron suministrados en forma de disco de 10 mm de diámetro y dos espesores distintos: $t=1\text{ mm}$ y 0.5 mm para el PZT y $t=0.5\text{ mm}$ y 0.8 mm para el KA997. Esta geometría es la típica de pequeños sensores/actuadores monolíticos utilizados en el campo de la electrónica. Los valores típicos del módulo de elasticidad, E , el coeficiente de Poisson, ν , y tensión de fractura característica en ensayos de flexión, $\sigma_{0.3-4PB}$ de estos dos tipos de materiales se recogen en la tabla 1.

Tabla 1. Propiedades de los materiales

	E (GPa)	ν	$\sigma_{0.3-4PB}$ (MPa)
PZT [7]	70-100	0.3	80-115
KA997*	380-400	0.22-0.25	410

*Valores típicos para alúminas con densidad $\approx 99\%$ D.T. y tamaño de grano fino ($d_{50} \approx 1-2\mu\text{m}$) [8-10]

Los ensayos SPT se realizaron utilizando un dispositivo especialmente diseñado por el grupo de investigación SIMUMECAMAT (Universidad de Oviedo, España) [12] instalado en una máquina de ensayos estática (MTS SMT3-166) de 5 kN de capacidad de carga. El dispositivo está formado por un punzón de cabeza semiesférica de 2.5 mm de diámetro y una matriz con un hueco de 4 mm de diámetro, ambos realizados en acero de ultra-alta resistencia. Los ensayos de SPT se realizaron sobre la probeta simplemente apoyada en la matriz (Fig. 3.a), según lo sugerido por la mayoría de los investigadores para el caso de materiales cerámicos [3,7]. Se ensayaron 24 probetas de cada tipo, utilizando una velocidad de desplazamiento constante de 0.1 mm/min. Concluidos los ensayos, se realizó un análisis fractográfico de algunas de las probetas, mediante microscopía electrónica de barrido (SEM, Hitachi TM-1000, Japón).

A partir de las curvas carga-desplazamiento registradas durante los ensayos se obtienen las cargas de rotura, P_c y a partir de éstas, los valores de tensión de rotura, σ_c utilizando la ecuación (13) [1,3]. Por su parte, y siguiendo las recomendaciones del trabajo de Quintana et al [7], el valor del factor f , en la ecuación (13) se calculó utilizando la expresión de Timoshenko:

$$\sigma_c = f \cdot \frac{P_c}{t^2} \quad (13)$$

$$f = (1 + \nu) \left[0.485 \ln \left(\frac{R_a}{t} \right) + 0.52 \right] + 0.48 \quad (14)$$

Donde R_a es el radio de la matriz SPT y t el espesor de la probeta ensayada.

Las distribuciones de Weibull de los valores de resistencia a la fractura, de cada una de las series analizadas, se calcularon de acuerdo con la norma europea EN 843-5 (2006) [11]. Para determinar la resistencia característica, σ_0 (tensión para una probabilidad de fallo del 63.2%), y el módulo de Weibull, m , de cada una de las series analizadas, los valores de σ_c obtenidos se ordenan en orden ascendente, asignándoles una probabilidad de fallo descrita por la ecuación (15) donde n es el número total de probetas ensayadas e, i , es el número de orden de ese ensayo en cuanto a resistencia.

$$P_f(\sigma_i) = \frac{i-0.5}{n} \quad (15)$$

Una vez ordenados los valores de resistencia y calculada su probabilidad de fallo según la expresión (1), se calculan σ_0 y m utilizando el principio de máxima verosimilitud. Los límites superior e inferior para los intervalos de confianza del 90% se calcularon utilizando el método propuesto en la norma EN 843-5: 2006 [11].

Resultados

En virtud de las curvas SPT características de las diferentes muestras analizadas, en todos los casos se observa un comportamiento elástico lineal con una determinada rigidez hasta que, alcanzado un cierto nivel

de carga P_1 , se produce una pequeña caída (pop-in) tras la cual la probeta muestra una menor rigidez hasta que se produce la pérdida total de resistencia P_u . Tras el análisis, mediante ensayos interrumpidos de lo que sucedía cada vez que se producía una de esas caídas parciales de carga, se concluyó que tras la primera caída la probeta ya estaba agrietada [7], por lo que se utilizó el valor de $P_c=P_1$ para calcular la resistencia a la fractura de cada probeta.

La tabla 2 recoge los valores de los parámetros de Weibull obtenidos para cada tipo de muestra ensayada. Cuando se comparan los valores de m , las diferencias entre los dos tipos de probetas provenientes del mismo material no son significativas. Sin embargo los valores de σ_0 sí que son significativamente diferentes, incluso entre las series pertenecientes al mismo material. La figura 7 muestra las distribuciones de Weibull obtenidas con esos parámetros (línea continua) junto con los resultados experimentales.

Tabla 2. Parámetros de Weibull

Muestra	(n)	σ_0 (MPa)	m
PZT _{t=0.5}	24	90.7 [90.3-91.0]	13.5 [12.5-15.27]
PZT _{t=1}	24	77.3 [76.97-77.7]	11.79 [10.97-13.27]
KA997 _{t=0.5}	24	345 [342-347]	7.5 [6.9-8.4]
KA997 _{t=0.8}	24	305 [303-307]	8.1 [7.6-9.2]

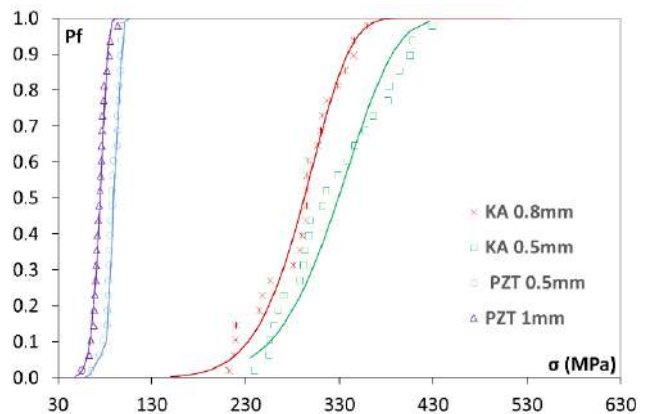


Figura 7. Distribuciones de Weibull de los materiales

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS Y VERIFICACIÓN DE LA PROPUESTA

Los resultados obtenidos muestran un módulo de Weibull dependiente, únicamente, del tipo de material analizado, mientras que la resistencia característica depende tanto del material como de la geometría (en este caso espesor) de la probeta analizada.

El módulo de Weibull depende del tipo de defecto responsable del fallo, y dado que en las probetas PZT, independientemente de su espesor, mostraron el mismo tipo de defecto [7] es lógico que muestren el mismo valor de m . En el caso de la alúmina, además, el rango de variación de m es incluso, más estrecho. Esto se debe a que todas las probetas de este material, independientemente de su espesor, proceden de la misma

pieza de partida, que fue mecanizada para obtener los distintos tipos de probeta.

En cuanto a la resistencia característica, es obvio que esos valores se encuentran afectados, no sólo por el valor de m , sino también por el tamaño de la probeta, lo que puede corregirse aplicando la expresión obtenida en este trabajo para el volumen efectivo (ecuación 12).

La tabla 3 recoge los valores de volumen efectivo para cada tipo de muestra utilizada. Esta tabla también recoge el valor de la resistencia característica correspondiente a una muestra de volumen unitario sometida a tracción uniaxial, σ_0 , una vez realizada la corrección del volumen efectivo utilizando la expresión (9). Asimismo, se incluye la correspondiente a una probeta de flexión en 3 puntos, σ_{3PB} , de volumen unidad [10]. Como puede observarse, una vez realizada la corrección de tamaño el valor de la resistencia característica de cada tipo de material pasa a ser exactamente la misma, verificando la bondad de la expresión propuesta en este trabajo.

Tabla 3. Volúmenes efectivos y resistencias carácter.

Muestra	$V_{eff} (mm^3)$	$\sigma_0 (MPa)$	$\sigma_{3PB}(MPa)$
PZT _{t=0.5}	0.00098	50.92	82.55
PZT _{t=1}	0.0043	51.10	82.27
KA997 _{t=0.5}	0.0026	161.05	304.19
KA997 _{t=0.8}	0.0062	161.54	305.13

5. CONCLUSIONES

Se ha establecido un método válido para el cálculo, mediante elementos finitos, del volumen efectivo de probetas SPT cerámicas ensayadas mediante dispositivo estándar (4mm de diámetro de matriz y 2.5 mm de diámetro de punzón) en función del espesor de las mismas y el módulo de Weibull del material.

Para dicha geometría y configuración de ensayo, se propone una expresión analítica única, que permite calcular el volumen efectivo de la probeta SPT para cualquier espesor de probeta entre 0.2 y 1 mm y cualquier valor del módulo del Weibull.

La validez de dicha propuesta ha sido cotejada mediante el análisis experimental de dos tipos de material cerámico y con dos tipos de espesor de probeta diferentes.

Con este trabajo se confirma la validez del ensayo SPT en la determinación de la tensión de fractura de cerámicas estructurales.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la empresa *Nanoker* (Principado de Asturias) el suministro de parte de los materiales analizados. Asimismo, SIMUMECAMAT Research Group, agradece la ayuda (IDI/2018/0000134) concedida por el *Principado de Asturias*. C. Quintana agradece al gobierno del *Principado de Asturias* la ayuda concedida a través del programa de formación predoctoral *Severo Ochoa* (contrato BP17-27 QBC). El

trabajo en el Instituto de Cerámica y Vidrio se realizó en el marco del proyecto CSIC PIE 201660E097C.

REFERENCIAS

- [1] A. Börger, P. Supancic, R. Danzer, The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: Stress distribution in the disc, *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 (2002) 1425–1436.
- [2] C. Rodríguez, I.I. Cuesta, M.L.L. Maspocho, F.J. Belzunce, Application of the miniature small punch test for the mechanical characterization of polymer materials, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 86 (2016) 78–83.
- [3] S. Soltysiak, M. Abendroth, M. Kuna, Y. Klemm, H. Biermann, Strength of fine grained carbon-bonded alumina (Al₂O₃-C) materials obtained by means of the small punch test, *Ceram. Int.* 40 (2014) 9555–9561.
- [4] J. Hu, “Modeling size effects and numerical methods in structural reliability analysis,” MS thesis, Cleveland State University, Ohio, Nov 1994.
- [5] Afnor, ECISS/TC 101 “Small Punch Test Method for Metallic Materials,” AFNOR, 2019.
- [6] A. Börger, P. Supancic, R. Danzer, The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: Part II: Analysis of possible errors in the strength determination, *J. Eur. Ceram. Soc.* 24 (2004) 2917–2928.
- [7] C. Quintana, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, A.C. Caballero, C. Baudín. Ceramic materials characterization using miniature mechanical tests: comparison between B3B and SPT tests. *J. Eur. Ceram. Soc.* 39 (2019) 4113-4121
- [8] P. Auerkari. Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics. VTT Research notes. 1996
- [9] O. Burgos-Montes, R. Moreno, C. Baudín. Effect of mullite additions on the fracture mode of alumina. *J. Eur. Ceram. Soc.* 30 (4) 857-863 (2010)
- [10] S. Bueno, C. Baudin. Mechanical behaviour of structural ceramics. *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.* 46(3) 103-118 (2007)
- [11] UNE-EN 843-5:2006. Advanced technical ceramics, (2006).
- [12] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez, Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test, *J. Alloys Comp.* 582 (2014) 708–717.

COMPRESSIVE BEHAVIOUR OF ADVANCED CERAMICS FABRICATED THROUGH 3D PRINTING

L. Garijo^{1*}, J. Canales², G. Ruiz¹, J. R. Marín³, J. J. Ortega¹, J. C. Pérez²

¹ETS de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Castilla-La Mancha. Avda. Camilo José Cela, s/n, 13071 Ciudad Real, Spain.

²Instituto de Investigación de Energías Renovables, Universidad de Castilla-La Mancha, Calle Investigación 1, Edif. 3, 02071, Albacete, Spain.

³Instituto de Investigación de Energías Renovables, Print3D Solutions, Universidad de Castilla-La Mancha, Calle Investigación 1, Edif. 3, 02071, Albacete, Spain.

* Persona de contacto: Lucia.Garijo@uclm.es

RESUMEN

Las cerámicas avanzadas se están usando ampliamente en gran variedad de aplicaciones como las de diagnóstico, Biomédicas y Bioquímicas. Actualmente, se están desarrollando nuevas técnicas para la fabricación de estos materiales como la impresión 3D. Éstas deben garantizar un buen compromiso con las propiedades mecánicas alcanzadas para asegurar la durabilidad y rendimiento del material. En este trabajo de investigación, se fabricaron probetas cilíndricas cerámicas con impresión 3D mediante modelado por deposición fundida, 3D-FDM por sus siglas en inglés, produciendo la forma de un panal de abeja con celdas hexagonales en el interior del cilindro que evitaba la inestabilidad geométrica de la superficie. Las probetas presentaban diferentes tamaños y composiciones: $40 \times 26 \text{ mm}^2$ (diámetro exterior \times altura) de carburo de silicio (SiC), $30 \times 20 \text{ mm}^2$ de alúmina sinterizada, y $30 \times 17 \text{ mm}^2$ de alúmina reforzada con zirconia (ZTA). Se realizaron ensayos a compresión en control de desplazamiento para evaluar el comportamiento mecánico después del proceso de impresión. Los ensayos muestran que la geometría de la probeta es adecuada ya que no se produjo inestabilidad local. Los valores de resistencia a compresión medidos son alrededor del 10% de los obtenidos en cerámicas fabricadas por métodos convencionales. Estos son resultados preliminares que confirman el uso potencial de la impresión 3D para fabricar estos materiales prometedores.

PALABRAS CLAVE: Cerámicas avanzadas, Zirconia, Impresión 3D, Resistencia a compresión, Módulo de elasticidad.

ABSTRACT

Advanced ceramics are increasingly used for a wide variety of applications such as diagnosis, Biomedicine and Biochemistry. Nowadays, new fabrication techniques of those materials are currently under development, such as 3D printing. They must guarantee a good compromise with the mechanical properties reached so as to ensure the durability and performance of the material. In this research work, ceramic cylindrical specimens were fabricated via 3D printing through Fused Deposition Modeling, 3D-FDM, and further sintering of the printed green bodies, by producing a honeycomb mesh with hexagonal cells inside the cylinder that prevented the geometric instability of the surface. The specimens presented different sizes and compositions: $40 \times 26 \text{ mm}^2$ (external diameter \times height) of silicon carbide (SiC), $30 \times 20 \text{ mm}^2$ of sintered alumina, and $30 \times 17 \text{ mm}^2$ of zirconia toughened alumina (ZTA). Compression tests were performed on the specimens in displacement control to evaluate the mechanical performance of the material after the printing process. The results show the adequacy of the chosen geometry as no local instabilities occurred. The values of compressive strengths measured were around 10% of those obtained in advanced ceramics fabricated through conventional procedures. These are just preliminary results that confirm the potential applicability of the 3D printing to fabricate these promising materials.

KEYWORDS: Advanced ceramics, Zirconia, 3D printing, Compression strength, Elastic modulus.

1. INTRODUCTION

Advanced ceramics, normally made of alumina (Al_2O_3), zirconia (ZrO_2) or alumino-silicates are used for a great

number of applications due to their biocompatibility and adequate physic-chemical properties [1]. Such materials are known for their large strength and stiffness. In some cases, they can reach around 2.5 GPa of strength and

250 GPa of stiffness [1], herein their potential applications. Recently, new fabrication methods of advanced ceramics are being developed. Among them, 3D printing is getting more attention due to their friendly use, rational use of materials, relative low time consumption and the possibility that it offers of fabricating complex geometries [2]. The focus is now put on the mechanical and durability performance of the obtained materials as a way of validating these novel production methods.

In this research work, three types of advanced ceramics are fabricated through 3D printing and tested in compression. They are made of silicon carbide (SiC), sintered alumina and zirconia toughened alumina (ZTA), respectively. Special focus is paid to the specimen geometry. They consist of tubular cylinders reinforced with a honeycomb mesh with hexagonal cells inside them so as to prevent the geometric instability of the surface generated. From the compression tests, both the compressive strength and the elastic modulus are obtained. The results show that the geometry configuration adopted for the specimens is adequate as no geometric instabilities happened during the tests. The values of compressive strength measured are around 10% of those obtained through conventional procedures. These preliminary results indicate the adequacy of the technique of 3D printing to produce advanced ceramics.

The rest of the paper is structured as follows. The next section presents the experimental procedure containing a description of the fabrication and the test procedures. Section 3 shows the results and analysis, while Section 4 addresses the main conclusions.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURES

2.1. Fabrication of advanced ceramics

3D printable Fused Deposition Modeling, FDM, filaments based on alumina and SiC were produced in collaboration with the UCLM spin-off company Print3D Solutions following a proprietary process [3]. Al₂O₃ and SiC powders from Alfa Aesar and ZTA from Kingda Ceramics were used to produce a green body

that was extruded in the 30-100°C temperature range. The resulting filaments had 1.75 mm of diameter and therefore adequate for use in conventional desktop FDM-3D printers.

The FDM printing process of the ceramic cylinders was carried out on a modified Prusa 3D printer by Print3D Solutions. The g-codes required by the 3D printer were generated using the software Ultimaker Cura (Ultimaker B.V., ED Utrecht, NL) setting the layer thickness at 100 µm at a working speed of 15-50 mm/s. In this work, the printhead nozzle was 0.8 mm.

The printed green bodies required thermal treatments for debinding and sintering, see Figure 1. In all cases, debinding to generate the so-called brown body was carried out under flowing air atmospheres, typically at 500°C for 6 hours and ramp rates of 0.5-2°/min. The sintering stage was carried out by heating up to 1600°C for 6-24 h at 1-5°/min in air using a muffle furnace.

2.2. Tests procedures

Compression tests were performed on the cylindrical specimens of advanced ceramics by adapting the standard for concrete [4] to these materials. The tests were performed in a servo-hydraulic Instron machine with a load cell of 250 kN of capacity. Furthermore, a ball-and-socket joint was used during the tests to minimize as much as possible the eccentricity [5], see Figure 2. In addition, two LVDT (Linear Variable Differential Transducers) were placed at opposite sides of the specimens to measure its deformation. The tests were performed in displacement control at a rate of 3.125×10^{-2} mm/min. This rate is obtained by scaling the rate of 0.050 mm/min adopted in concrete cubes of 40 mm side [6] to these specimen's height.

From the compression tests, the elastic modulus could be obtained by adapting the corresponding standard for concrete [7] to these advanced ceramics. Then, the elastic moduli were calculated as the initial slope of the stress-strain curves of each compressive test, see Figures 3, 4 and 5 (b) of the results.

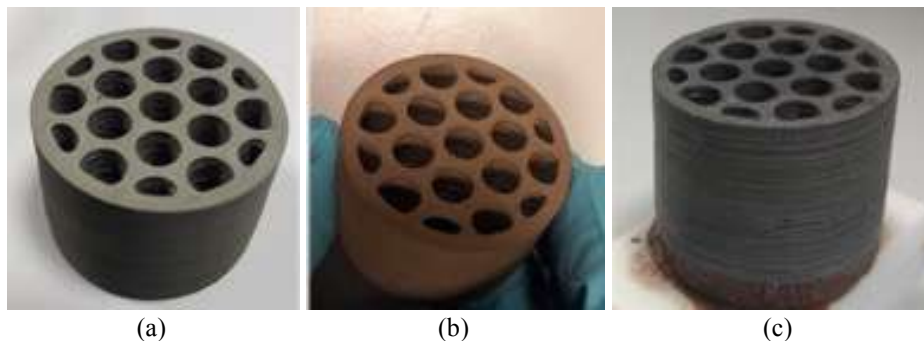


Figure 1: (a) Picture of SiC 3D printed green body, (b) after debinding/brown body, and (c) sintered ceramic.

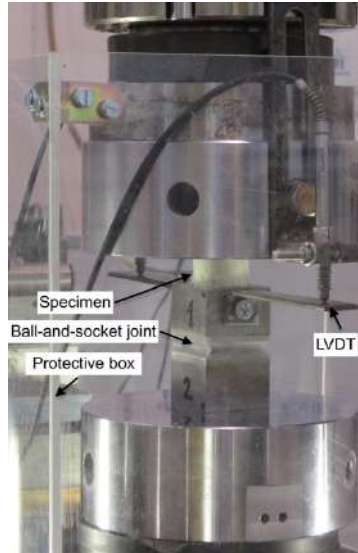


Figure 2: Configuration of the compressive test on advanced ceramics.

3. RESULTS AND ANALYSIS

The results of the compressive tests on the advanced ceramics are shown in Table 1, where D_{ext} , h , e and A are, respectively, the external diameter, the height, the thickness and the area of the specimen. δ , P_{max} , f_c and E are, respectively, the displacement rate, the maximum load, the compressive strength and the elastic modulus.

Moreover, Figures 3, 4 and 5 (a) show the load-displacement curves of the three advanced ceramics, respectively, while Figures 3, 4 and 5 (b) present the corresponding stress-strain curves. The displacement corresponds to the average of the measurements of the two LVDT. Both the load-displacement and the stress-strain curves show some oscillations in the form of small peaks along them. They correspond to the successive failures of the wall structure of the specimens. The failure happened as follows: first, the

tubular wall from the border was damaged and broken, followed by the successive damage of the honeycomb mesh from inside the cylinder.

Figure 6 shows the broken specimens at the end of the tests, respectively for the SiC, sintered alumina and ZTA.

As shown in Table 1, the advanced ceramic presenting the highest compressive strength and elastic modulus is the one made of sintered alumina with corresponding values of 124.39 MPa and 20.21 GPa. The ZTA reached 98.78 MPa and 11.38 GPa of compressive strength and elastic modulus, respectively, while the one made of SiC presented 34.56 MPa and 5.23 GPa, respectively. These preliminary results show the promising mechanical properties reached by these advanced ceramics and confirm the adequacy of the 3D printable FDM to fabricate said materials.

Table 1. Results of the compressive tests in the advanced ceramics.

Advanced ceramic	D_{ext} (mm)	h (mm)	e (mm)	A^* (mm ²)	δ (mm/min)	P_{max} (kN)	f_c (MPa)	E (GPa)
SiC	40.00	26.21	2.66	632.02		21.842	34.56	5.23
Sintered alumina	30.36	19.04	1.40	192.46	3.125×10^{-2}	23.940	124.39	20.21
ZTA	29.50	17.01	1.50	192.46		19.011	98.78	11.38

(*) Calculated from their nominal dimensions with software *SolidWorks*.

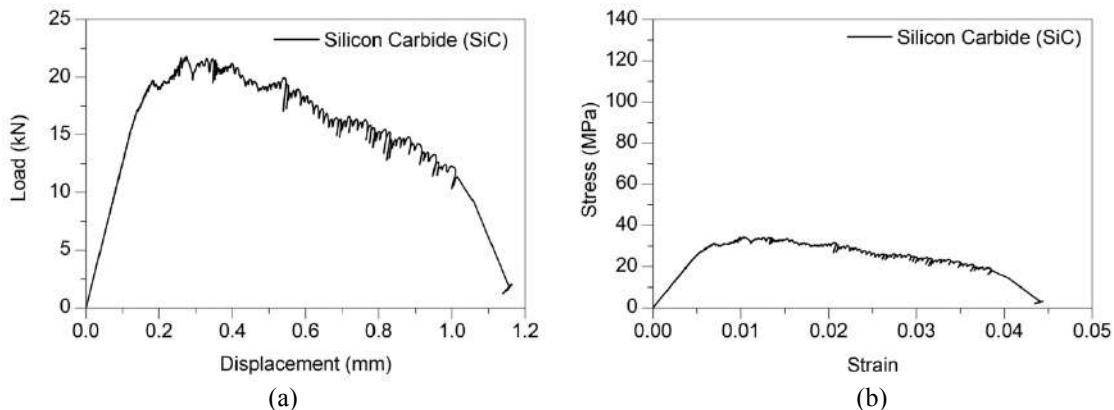


Figure 3: (a) Load-displacement and (b) stress-strain curves of SiC.

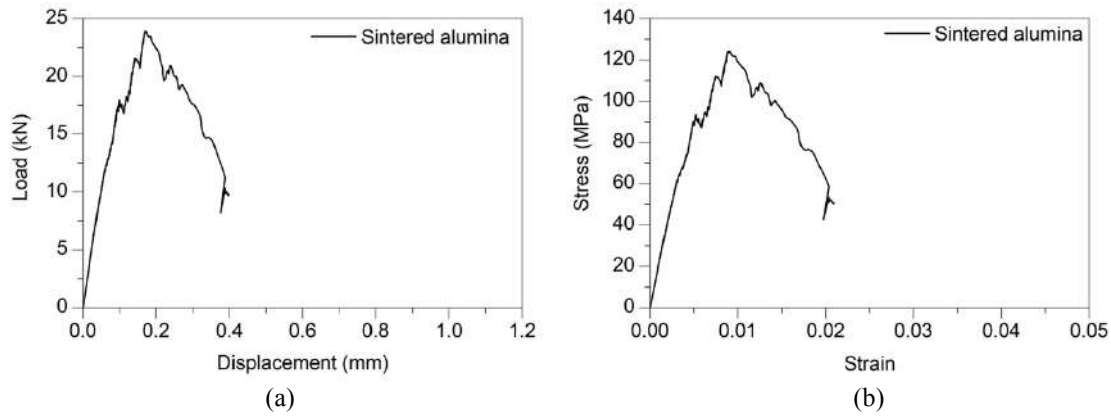


Figure 4: (a) Load-displacement and (b) stress-strain curves of sintered alumina.

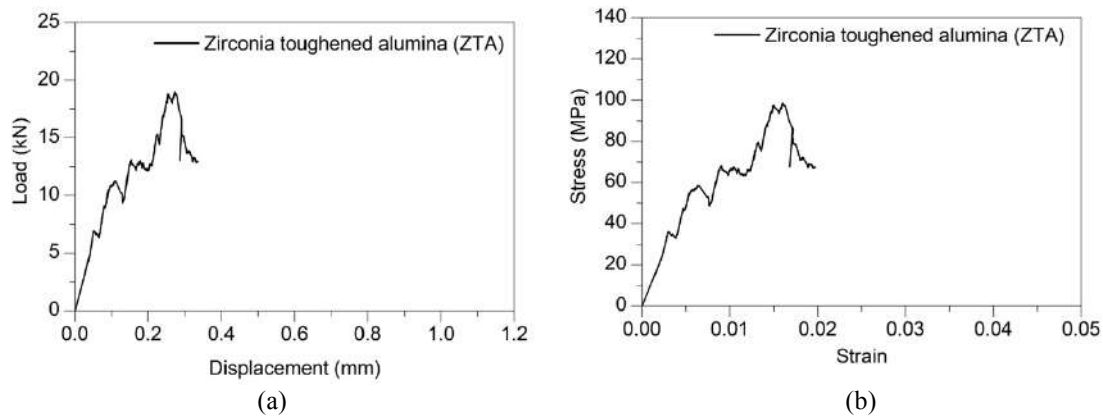


Figure 5: (a) Load-displacement and (b) stress-strain curves of ZTA.

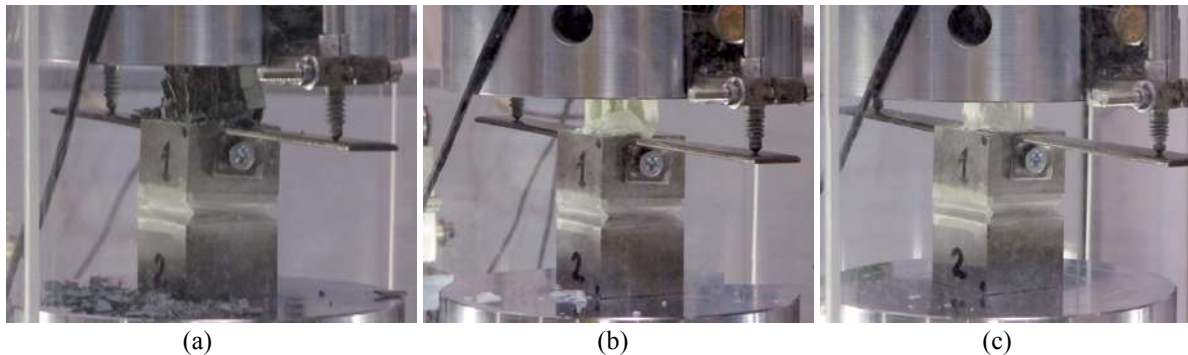


Figure 6: Failure of advanced ceramics: (a) SiC, (b) sintered alumina and (c) ZTA.

4. CONCLUSIONS

In this research work, advanced ceramics made of Silicon Carbide, SiC, sintered alumina and Zirconia toughened alumina, ZTA, respectively, were fabricated through 3D printable FDM. In order to verify the adequacy of said fabrication procedures, the specimens were tested under compression and both the compressive strength and the elastic modulus were obtained for each material. The results show that the advanced ceramics made of sintered alumina presented the highest mechanical properties, that is, 124.39 MPa of compressive strength and 20.21 GPa of elastic modulus. Following this, the one made of ZTA presented corresponding values of 98.78 MPa and 11.38 GPa, while the one of SiC reached 34.56 MPa and

5.23 GPa, respectively. These preliminary values are approximately 10% of those obtained through conventional procedures, which show the adequacy of the 3D printable FDM method to fabricate these advanced ceramics for a large number of applications.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank the funding from the *Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades*, Spain, under grants BIA2015-68678-C2-1-R and RTC-2017-6736-3, the *Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha (JCCM)*, *Fondo Europeo de Desarrollo Regional*, Spain under project PEII-2014-016-P and the *Universidad de Castilla-La Mancha (UCLM)* under grant 2019-GRIN-27165.

REFERENCES

- [1] Lo, C., Sano, T., Hogan, J. D. *Materials Characterization* (2019) 158, 109929.
- [2] Varguese, G., Moral, M., Castro, M., López, J. J., Marín, J. R., Yagüe, V., Hernández, L., Ruiz, J. C., Canales, J. Fabrication and characterization of ceramics via low-cost DLP 3D printing. *Boletín de la Sociedad de la Cerámica y Vidrio* (2018) 57, 9-18.
- [3] Marín, J. R., Yagüe, V., López, J. J., Sánchez, G., Canales, J. Procedure for 3D printing of ceramics via FDM, PCT/ES2017/070202.
- [4] EN 12390-3. Testing hardened concrete. Part 3: Compressive strength tests specimens. 2003.
- [5] Tarifa, M., Ruiz, G., Poveda, E., Zhang, X. X., Vicente, M. A., González, D. C. Effect of uncertainty on load position in the fatigue life of steel-fiber reinforced concrete under compression. *Materials and Structures* (2018), 51:31.
- [6] Ortega, J. J., Ruiz, G., Yu, R. C., Afanador-García, N., Tarifa, M., Poveda, E., Zhang, X. X., Evangelista Jr., F. Number of tests and corresponding error in concrete fatigue. *International Journal of Fatigue* (2018) 116, 210-219.
- [7] EN 12390-13. Testing hardened concrete. Part 13: Determination of secant modulus of elasticity in compression. 2012.

ASSESSMENT OF THE SIZE EFFECT ON FRACTURE OF POLYOLEFIN FIBRE REINFORCED CONCRETE

A. Picazo¹, M.G. Alberti², J.C. Gálvez^{2*}, A. Enfedaque²

¹Departamento de Tecnología de la Edificación, E.T.S. de Edificación, Universidad Politécnica de Madrid, Avda. Juan de Herrera 6, 28040 Madrid, Spain

²Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, c/Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, Spain

* Persona de contacto: jaime.galvez@upm.es

RESUMEN

El uso del hormigón reforzado con fibras como material estructural está aceptado por numerosas normas. Si se cumplen ciertas condiciones se puede reducir la cuantía de acero de refuerzo. Hasta ahora, se ha estudiado en profundidad el comportamiento del hormigón reforzado con fibras de acero, pero hay más lagunas en el caso del uso de fibras estructurales de poliolefina. Una de las áreas de estudio es el efecto tamaño observado en hormigón en masa. Dicho efecto es de gran importancia ya que el tamaño de los elementos estructurales es mayor que el de las probetas de laboratorio. Se ha realizado una campaña de ensayos en la que se ha determinado la resistencia residual de un hormigón reforzado con 10kg/m³ de fibras de poliolefina en tres tamaños de probeta mediante ensayos de fractura por flexión. Se ha completado la campaña con un análisis de las superficies de fractura generadas y un coteo de fibras en las mismas. Los resultados muestran que las resistencias residuales están relacionadas con el número fibras encontrado. Además, para un mismo número de fibras en la superficie de fractura la resistencia residual aumenta al disminuir el tamaño de probeta.

PALABRAS CLAVE: efecto tamaño, hormigón reforzado con fibras de poliolefina, ensayos de fractura pro flexión.

ABSTRACT

The use of fibre reinforced concrete as a structural material is accepted by several regulations. If certain requirements are met, such recommendations allow reducing or even removing the traditional steel bars used as reinforcement. Up to now, there is extensive research on steel fibre reinforced concrete, while there is, insufficient knowledge in several issues regarding the use of structural polyolefin fibres as reinforcement in concrete. One of such issues is the size effect observed in plain concrete. The cited effect is of great importance as the size of the structural concrete members designed is habitually greater than the laboratory samples. Therefore, an experimental campaign has been carried out where the residual strength of three specimen sizes have been determined by means of three-point fracture tests. A concrete reinforced with 10 kg/m³ of polyolefin fibres was employed. Moreover, a detailed fracture surface analysis has been carried out to relate the influence of the size of the specimens and the number of the fibres present in the ligament. The results showed that residual strengths were related with the number of fibres present in the fracture surface. Moreover, at equal amount of fibres in the fracture section residual strengths were greater as the size decreased.

KEYWORDS: Size effect; polyolefin fibre reinforced concrete; bending test

1. INTRODUCCIÓN

Concrete can be reinforced with steel reinforcing bars or even with randomly distributed short fibres in order to enhance its ductility, flexural and tensile strength. The use of fibres as reinforcement in concrete has been commonly known as fibre reinforced concrete (FRC). If the fibres added to concrete are able to bear certain type and amount of stresses, the contribution of such fibres to the material properties can be taken into account in the

structural design. Consequently, the amount of steel bars might be reduced [1]. Another advantage that the fibres might add to concrete is the reduction of cracking shrinkage at young age [2].

Up to now, steel fibres are the ones most used as a concrete addition and most of the standards and regulations have used the behaviour of steel fibre reinforced concrete (SFRC) as the reference for all sorts of FRC. SFRC has been extensively used in the last decades and consequently extensive research and

practice dealing with this material has been carried out [3]. Although newly developed polymeric fibres, such as polyolefin ones, can be considered as an alternative to steel fibres there are still certain issues regarding its application as a concrete addition that deserve to be studied. The use of polyolefin fibres to reinforced concrete has been commonly termed as polyolefin fibre reinforced concrete (PFRC)

One of the major issues that might appear when researching recently developed materials is the need to extrapolate laboratory test results into real-size structural members. As can be easily understood, real scale testing is not feasible due to space restrictions and the economic cost that such tests might imply. Moreover, it is known that in quasi-brittle materials like concrete there is reduction of the strength of the material if the size of the sample tested increases. Such phenomenon was termed size-effect by several researchers [4].

Size effect has been analysed based on three different approaches: statistical, fractal and deterministic. In the case of SFRC it has been pointed out that size effect does not play a major role [5] and another study highlighted that high volumetric fractions reduce the influence of the size effect by increasing the ductility of the material, [6]. On PFRC it was observed that both intermediate and low volumetric fractions and the aggregate maximum size should be considered as relevant parameters when evaluating the size effect [7] and another study found that the size effect has greater importance in high-strength concrete [8].

In the case of PFRC, the aforementioned parameters have not been analysed in sufficient depth. Consequently, this contribution seeks to evaluate the size effect through the comparison of the residual strengths obtained in fracture tests of PFRC specimens keeping in mind that such strengths are influenced by the distribution and orientation of fibres and the fibre-matrix bond [9]. Three sizes of specimens, which maintained proportional dimensions, were manufactured using a self-compacting PFRC with a 10kg/m^3 ($V_f = 1.10\%$) addition of 48mm-long polyolefin fibres used in previous studies [10]. The results of the fracture tests showed a reduction of the mechanical properties of the material if the ligament dimensions and number of fibres are constant confirming the size of the element tested plays a relevant role when testing PFRC.

2. EXPERIMENTAL CAMPAIGN

2.1. Materials and manufacturing

The description of the materials used in the PFRC formulation can be consulted in [10]. The fibres employed can be found in the market as SikaFiber® PF48. Such fibres are 48mm long and have an aspect ratio equal to 53. They boast an embossed surface and

have a density of 0.91 g/cm^3 . In Table 1 can be seen the proportions used in the concrete formulation used.

A vertical axis mixer with 100 litres of capacity was used. The mixing sequence started mixing the aggregates for one minute and during this period 1/3 of the fibres were added. Afterwards, cement and filler were added and mixed during 30s. Another 1/3 of the fibres was added and all the components were mixed for another 30s. Then, 75% of the water was poured and the materials were mixed for one minute. Finally, the remaining water, fibres and the superplasticiser were added and mixed during 150s. Subsequently the mix rested during 150s before a final mixing period of 120s.

Table 1. Concrete dosage (kg/m³).

Material	PFRC
Cement	375
Water	188
Gravel	245
Grit	367
Sand	918
Limestone	200
Superplasticizer (% cement)	1.25
PF48	10
Fibre volume fraction	1.10%

After mixing, the slump-flow test was performed to check the concrete self-compacting ability [11]. A diameter of the patty $d_m = 570\text{mm}$ and $t_{500} = 6\text{s}$ were obtained. Such values are within the margins that enable to consider the formulation as self-compacting. The moulds were filled from one end, flowing the mix towards the opposite, without the need for compaction. To avoid dehydration during the first 24 hours the moulds were covered with a plastic layer. After demoulding, the specimens were kept in a climatic chamber at 20°C and 90% humidity for a minimum period of 28 days. The samples were stored in the climatic chamber until three days before being tested.

In Fig. 1 the three sizes of the samples manufactured with a PFRC with a 10kg/m^3 addition of 48mm-long polyolefin fibres can be seen. In such figure it can be seen that the samples maintain the proportions in relation with their height.

The notches required to perform the fracture tests were carried out using a low-speed circular saw equipped with a water-cooled diamond disc. In all cases, the depth of the notch was half of the height of the specimen. Thus the proportionality necessary for analysing the size-effect influence was maintained. Table 2 shows the number of valid tests performed and dimensions of the manufactured specimen sizes.



Fig. 1. Comparison of the dimensions of the samples tested.



Fig. 2. Test setup.

Table 2. Number and size of valid testing specimens.

	Small	Medium	Large
Specimens	3	2	3
Length (mm)	340	675	1350
High (mm)	75	150	300
Width (mm)	50	50	50

2.2. Test setup

The specimens were precisely measured, and carefully placed on the bearings of the test machine with the help of a laser level. The tests were carried out following the procedure established by the [12] for the calculation of strength under three-point bending. In all cases the span between the cylindrical bearings was three times the height of the specimen. The machine used for testing was a closed-cycle servo-hydraulic Instron® 8803 with a maximum load capacity of 500kN. A 25-kN load cell was used for measuring the load that the samples bore during the tests. A crack mouth opening displacement (CMOD) gauge with an opening of up to 8 mm was placed at the tip of the notch of the specimen. Finally, two displacement linear variation differential transformers (LVDT), one on each side of the specimen, were used to obtain the vertical displacement of the loading cylinder during the test. Fig. 2 shows the test setup

3. RESULTS

3.1 PFRC fracture assessment

During the tests, time, load, displacement of the actuator, CMOD and deflection at the centre of the specimen (which was obtained as the average of the two LVDT) were registered. Fig. 3(a) shows the average load-CMOD curves for each specimen size. All average curves boast similar features. At the beginning of the test, a branch with a high slope was registered. Such branch ended in the whereabouts of the maximum load point. At this point only a few cracks have been generated and their length was limited. After reaching the maximum loading point there is a progressive load drop. Such drop ended when the load bearing capacity of the fibres increased and consequently a minimum load value in the unloading branch is reached. From this point onwards the load registered increases until the maximum post-peak load is registered close to a CMOD of 4.5mm. If the test continues, the material load bearing capacity is reduced and a final progressive unloading takes place. It should be underlined that the test continued until a deflection of 15mm without any sign of collapse in the material. There is a more complete explanation of this process [13].

3.2 Fracture surface analysis

In order to perform a proper analysis of the test results it is important to consider the number of fibres existing in the fracture surfaces generated.

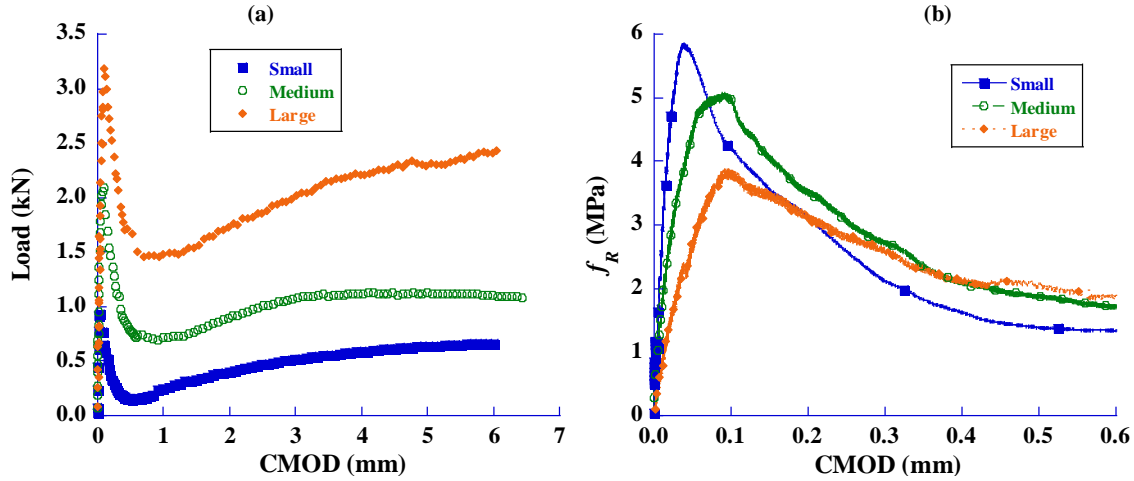


Fig. 3(a). Average load-CMOD curves for the three specimen sizes and 3(b). Load-CMOD curves for a notch tip opening up to 0.6 mm.

The orientation and position of the fibres in the concrete are decisive when evaluating the strength characteristics of FRC. As it was established in previous studies the walls of the moulds play an important role in the fibre positioning [14, 15]. In the present study an analysis of such influence has not been included due to space limitations and will be analysed in future contributions. Consequently, in this study the area of the fracture surfaces will be analysed as a homogeneous area.

The two fracture surfaces generated in each test have been analysed and the present fibres in them have been counted. The number of fibres present in the sample in the fracture surface is the addition of the pulled-out fibres that appear in the two fracture sections plus the number of broken fibres present in one of the fracture surfaces. In order to obtain the fibre orientation factor (θ), the number of fibres counted was divided by the theoretical number of fibre present in the fracture section (th) obtained according to equation (1). In this equation A_c is the area of the ligament section, V_f the volumetric fraction of the fibres and A_f the area of a fibre. In this way, Table 3 shows the values of the orientation factor as well as the number of fibres counted in the ligament section and their coefficient of variation for the three sizes of specimens analysed.

$$th = \frac{A_c V_f}{A_f} \quad (1)$$

Table 3. Orientation factor (θ) and average number of fibres present in the fracture surface with their coefficient of variation (c.v.).

Specimen	Small	Medium	Large
Orientation factor (θ)	0.72	0.62	0.63
Fibres (c.v.)	57 (0.08)	106 (0.03)	178 (0.10)

As can be seen in Table 3. The orientation factor was greater than 0.60 in all sizes. This result was expected

due the analysis shown [16, 17], showed that a longer pouring distance has a greater influence on the orientation of the fibres due to the concrete flow. Consequently, the orientation factor values of large specimens were expected to be higher than the ones of medium or small sizes. However, in the case of the small specimens the orientation factor rose up to 0.72 while in the medium and large sizes was 0.62 and 0.63 respectively. As this prediction was not fulfilled it can be stated that the presence of walls affected the fibre orientation more than the flow [15]. This phenomenon might have been caused because more than half of the specimen cross section of the small samples are affected by the presence of walls.

4. DISCUSSION

A direct comparison of the test results could not be performed due to the differences in the sizes of the specimens. In order to perform a proper comparison of the results the curves that can be seen in Figure 3a were transformed taking into account the definition of the residual strength that was established [12]. Such definition can be seen in expression (2) where F_j stands for the load L is the distance between the supporting cylinders b is the width of the sample and h_{sp} the length of the ligament.

$$f_{ct,j} = \frac{3F_j L}{2bh_{sp}^2} \quad (2)$$

The use of this expression is of key importance at f_{R1} and f_{R3} , which correspond to CMOD values of 0.5mm and 2.5mm, because the such values are the ones used in the structural design of FRC elements.

In Figure 3b it can be clearly seen that f_{LOP} , which is also the greatest load value registered in all the tests, is greater in the case of the smallest samples. Moreover, it

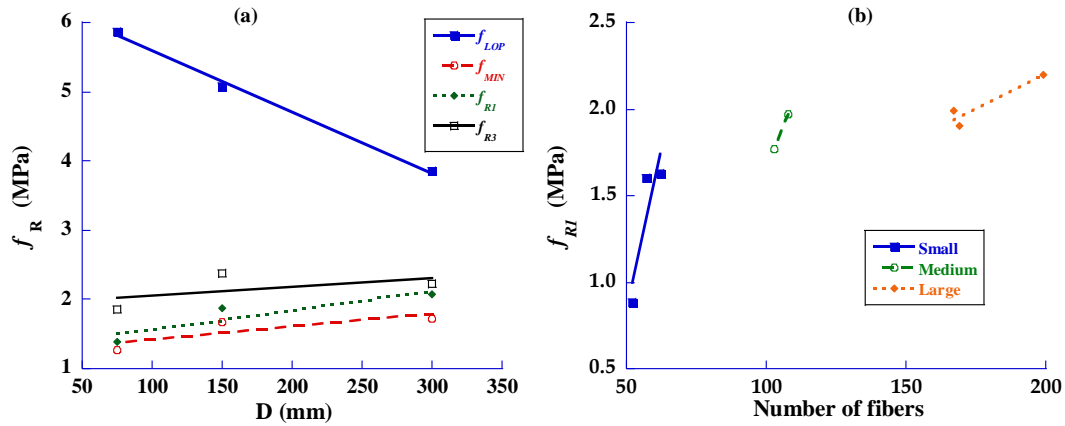


Fig. 4(a). Average strength versus total specimen height “D” and 4(b). Residual strength at f_{R1} versus number of fibres

decreases as the size of the specimens increase. The residual loads obtained were 5.86, 5.07 and 3.85 MPa, for small, medium and large sizes, respectively. Consequently, the f_{LOP} values in the small specimens were 52.2% greater than the correspondent of the large samples. This phenomenon can be accounted to the size effect of plain concrete previously described [4].

Another phenomenon that should be observed is that the initial stiffness of the small specimens is greater than in the rest of sizes. Similarly, to what happened regarding the values of f_{LOP} the stiffness decreases as the size increase. Once the unload of the samples has progressed the residual stiffness of the three sizes gradually converge to similar values. This can be observed when CMOD reached 0.42mm where the values of the residual strength of the medium and large sizes is equal and are also slightly higher than the one of the small specimens. It should be underlined that at such CMOD values the loads are mainly sustained by the fibres present in the ligament.

A detailed analysis of the values of the residual strengths f_{LOP} , f_{R1} , f_{R3} , f_{MIN} was performed. As aforementioned, f_{LOP} , stands for the load at the limit of proportionality, f_{R1} and f_{R3} , refer to the strength at 0.5 and 2.5mm of CMOD and finally f_{MIN} , correspond to the minimum load registered in the unloading branch of the load-CMOD curve. If such values are referred to the height D of the samples Figure 4a can be plotted. As can be seen in such figure the residual strength f_{LOP} decreases as the D increases. Conversely, the values of f_{R1} , f_{R3} , f_{MIN} are greater as the size increases. It should be pointed out that these strengths are related to the presence of fibres in the ligament and the trend that shows an increment of value as the size increases is opposite to what observed in plain concrete.

Although the previous paragraphs provide a clear insight of the size effect in PFRC, a further analysis connecting the presence of fibres in the ligament, the size of the specimens and the residual strengths can be

performed. Figure 4b show that the greater the number of fibres the higher residual strength achieved.

In order to compare the effect of the presence of fibres in the three sizes studied a linear relation between the strength and the number of fibres has been assumed. Moreover, as the analysis has been performed for f_{MIN} it seems logical to presume that the load should be zero if no fibres were present in the ligament. Consequently, in Figure 5 the linear tendencies for the three sizes crossing the origin can be seen.

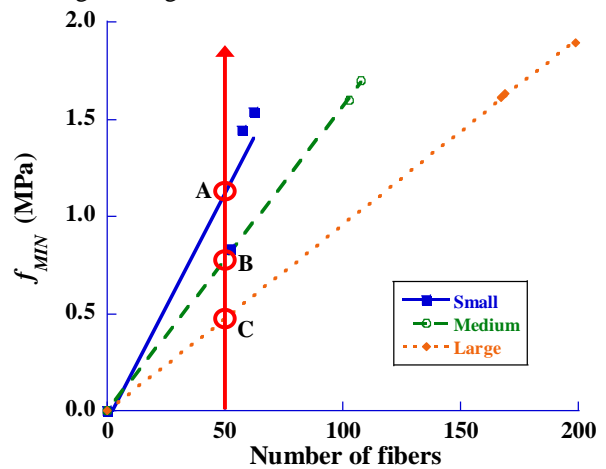


Fig. 5. Average fracture curves for the three specimen sizes.

As can be seen in Fig. 5 the residual strength is directly related with the number of fibres present in the ligament and the size of the sample tested. For a certain number of fibres it can be seen that the residual strength depends of the size of the specimen being greater for smaller sizes. For instance, if 50 fibres appeared in the fracture surface the load at f_{MIN} in large specimens (point C) corresponds to a value of 0.48 MPa, increasing this value up to 0.78 MPa (point B) for medium-sized specimens and reaching up to 1.11 MPa (point A) for small specimens. This represents a 231% increase in the resistance of the small specimens with

respect to the large ones. Therefore, this behaviour confirms the influence of size effect on the PFRC, not only when it depends of the concrete matrix but also on post-crack (f_{MIN}) values, when the fibres provide the material resistance.

5. CONCLUDING REMARKS

Specimen of three different sizes were manufactured, maintaining the proportions between their dimensions for analysing the size effect on polyolefin fibre reinforced concrete subjected to three-point bending fracture tests. The tests were carried out in accordance with the procedure described in EN-14651, adapting it to the dimensions of the specimens.

The results of the tests showed that, even with the presence of fibres, the strength at the limit of proportionality was governed by the properties of the concrete matrix, so the results are consistent with the classical theory of concrete size effect. On the contrary, for f_{R1} , f_{R3} , f_{MIN} there were a slight increase of the values found as the size increased.

It was also determined that higher residual stresses at f_{RI} achieved in the large specimens were caused by a greater amount of fibres number of fibres in the fracture surface. Moreover, is the number of fibres and the sizes are decoupled it could be seen that for a determined number of fibres greater strengths were registered for decreasing sizes of the samples.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the financial support provided by the Ministry of Economy, Industry and Competitiveness of Spain by means of the Research Fund Project BIA2016-78742-C2-2-R. They also offer their gratitude to SIKA SAU for supplying the polyolefin fibres.

REFERENCES

- [1] Y. L. Voo, W. K. Poon, and S. J. Foster, "Shear strength of steel fiber-reinforced ultrahigh-performance concrete beams without stirrups," *Journal of structural engineering*, vol. 136, no. 11, pp. 1393-1400, 2010.
- [2] N. Banthia and R. Gupta, "Influence of polypropylene fiber geometry on plastic shrinkage cracking in concrete," *Cement and Concrete Research*, vol. 36, no. 7, pp. 1263-1267, 2006.
- [3] J. P. Romualdi and J. A. Mandel, "Tensile strength of concrete affected by uniformly distributed and closely spaced short lengths of wire reinforcement," in *Journal Proceedings*, 1964, vol. 61, no. 6, pp. 657-672.
- [4] Z. P. Bazant, J. Ožbolt, and R. Eligehausen, "Fracture size effect: review of evidence for concrete structures," *Journal of structural engineering*, vol. 120, no. 8, pp. 2377-2398, 1994.
- [5] G. H. Mahmud, Z. Yang, and A. M. Hassan, "Experimental and numerical studies of size effects of Ultra High Performance Steel Fibre Reinforced Concrete (UHPRC) beams," *Construction and Building Materials*, vol. 48, pp. 1027-1034, 2013.
- [6] D.-Y. Yoo, N. Banthia, J.-M. Yang, and Y.-S. Yoon, "Size effect in normal-and high-strength amorphous metallic and steel fiber reinforced concrete beams," *Construction and Building Materials*, vol. 121, pp. 676-685, 2016.
- [7] M. G. Alberti, A. Enfedaque, and J. C. Gálvez, "Improving the Reinforcement of Polyolefin Fiber Reinforced Concrete for Infrastructure Applications," *Fibers*, vol. 3, no. 4, pp. 504-522, 2015, doi: 10.3390/fib3040504.
- [8] H. Cifuentes, "Análisis del comportamiento en fractura y del efecto de borde en hormigones de altas prestaciones reforzados con fibras de polipropileno," 2010.
- [9] M. G. Alberti, A. Enfedaque, J. C. Gálvez, and V. Agrawal, "Fibre distribution and orientation of macro-synthetic polyolefin fibre reinforced concrete elements," *Construction and Building Materials*, vol. 122, pp. 505-517, 2016.
- [10] M. G. Alberti, A. Enfedaque, and J. C. Gálvez, "Comparison between polyolefin fibre reinforced vibrated conventional concrete and self-compacting concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 85, pp. 182-194, 2015.
- [11] C. European Committee for Standardization, "Testing Fresh Concrete. Part 8: Self-Compacting Concrete. Slump-Flow Test; EN12350-8," 2010.
- [12] C. European Committee for Standardization, "Test Method for Metallic Fiber Concrete. Measuring the Flexural Tensile Strength (Limit of Proportionality (LOP), Residual); EN14651:2007+A1," 2007.
- [13] M. G. Alberti, "Polyolefin Fiber-Reinforced Concrete: From Material Behavior to Numerical and Design Considerations," Ph. D. Thesis, Technical University Madrid, Madrid, Spain., 2015.
- [14] A. Enfedaque, M. G. Alberti, and J. C. Gálvez, "Influence of Fiber Distribution and Orientation in the Fracture Behavior of Polyolefin Fiber-Reinforced Concrete," *Materials*, vol. 12, no. 2, p. 220, 2019.
- [15] M. Alberti, A. Enfedaque, and J. Gálvez, "A review on the assessment and prediction of the orientation and distribution of fibres for concrete," *Composites Part B: Engineering*, vol. 151, pp. 274-290, 2018.
- [16] F. Laranjeira, A. Aguado, C. Molins, S. Grünwald, J. Walraven, and S. Cavalaro, "Framework to predict the orientation of fibers in FRC: a novel philosophy," *Cement and Concrete Research*, vol. 42, no. 6, pp. 752-768, 2012.
- [17] M. G. Alberti, A. Enfedaque, J. C. Gálvez, and V. Agrawal, "Reliability of polyolefin fibre reinforced concrete beyond laboratory sizes and construction procedures," *Composite Structures*, vol. 140, pp. 506-524, 2016.

05 - FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS

MEJORA DE LA INTERACCIÓN MATRIZ-FIBRA EN UN MATERIAL TERMOPLÁSTICO REFORZADO CON FIBRA DE CARBONO

S. Toro^{1,2,*}, A. Ridruejo¹, C. González^{1,3}

¹ Departamento de Ciencia de Materiales.
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Universidad Politécnica de Madrid
Calle del Prof. Aranguren, 3, 28040 Madrid-España

² Departamento de Ingeniería Mecánica.
Universidad de Santiago de Chile, USACH
Av. Bernardo O'Higgins 3363, 9170022 Santiago-Chile

³ Instituto IMDEA Materiales.
C/Eric Kandel, 2, Getafe, 28906 Madrid-España

* Persona de contacto: sebastian.toroc@alumnos.upm.es

RESUMEN

El presente trabajo da a conocer las mejoras en la respuesta mecánica de un laminado de material compuesto fabricado con tejido de fibra de carbono y matriz termoplástica de poliéter éter cetona (*Woven CF/PEEK*), compuesto que es un buen candidato para aplicaciones de altas exigencias tales como la industria aeronáutica.

Debido a la mala interacción entre la fibra y la matriz, que impide obtener las propiedades mecánicas potenciales del material, se propone mejorar la calidad de la intercara entre ambos componentes mediante dos tratamientos previos a su consolidación en la prensa de platos calientes: en primer lugar, el tejido de fibra de carbono se somete a un tratamiento térmico en horno con la finalidad de eliminar el recubrimiento (*sizing*) presente en la misma. Posteriormente, el tejido se sumerge en una disolución de fosfato diamónico, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, lo que permite la creación de radicales libres y un incremento de la mojabilidad de las fibras.

Los resultados de los ensayos mecánicos demuestran que hay una considerable mejora en los valores de las tensiones máximas alcanzadas por el material tratado en comparación al material sin tratar.

PALABRAS CLAVE: Material Compuesto, Fibra de Carbono, PEEK, Tratamiento superficial

ABSTRACT

The present work shows the improvement in the mechanical response of a woven carbon fiber-reinforced composite material with a polyether ether ketone thermoplastic-based matrix (*Woven CF/PEEK*), which is intended for high-performance applications such as the aerospace industry.

Due to the weak interaction between fibers and matrix, which preclude in the achievement of the potential mechanical properties of the material, an improvement in the interface is suggested by means a two-step treatment. Both steps are completed before the hot press consolidation: firstly, the fiber is subjected to a thermal treatment in order to eliminate the coated sizing agent. Then the fibers are immersed in a diammonium phosphate dissolution $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ which allows the setting up of free radical groups and thereby to obtain a better wettability of the fibers.

The results of the mechanical testing indicate that there is a considerable improvement in the ultimate stress values reached by the treated material compared with the non-treated one.

KEYWORDS: Composite Material, Carbon Fiber, PEEK, Surface treatment

INTRODUCCIÓN

En los últimos años, los materiales compuestos basados en matrices termoplásticas han estado en el foco de atención debido a sus excelentes propiedades tales como su tolerancia al daño, su alta dureza y su capacidad para ser procesados. La poliéter éter cetona (PEEK) es uno

de los polímeros termoplásticos más relevantes ya que destaca por sus excelentes propiedades mecánicas, altas prestaciones tribológicas y también se caracteriza por poseer una baja reactividad química [1,2].

Por su parte, la fibra de carbono (CF) es una de las fibras con mayores prestaciones mecánicas para reforzar matrices poliméricas [3], haciendo que el compuesto

CF/PEEK tenga un elevado potencial de aplicación en varios campos, incluyendo la industria aeronáutica y automotriz.

El desempeño mecánico de este tipo de compuestos está directamente ligado a las propiedades que la intercara posee, la cual juega un rol fundamental para transmitir tensiones entre la matriz y la fibra [4]. A menudo, esta región es considerada como el eslabón más débil del compuesto, por lo que es necesario proponer tratamientos que mejoren la interacción fibra-matriz. La adhesión CF/PEEK en sí presenta un desafío, debido al alto nivel de viscosidad que este polímero posee incluso cuando se trabaja con temperaturas por encima de su punto de fusión y también por la nula reactividad química presente en la superficie de la fibra de carbono.

También se debe tener en cuenta que la fibra de carbono comercial trae incorporada un recubrimiento (*sizing*), el cual tiene como propósito la protección superficial de la fibra y también ayuda a mantener la compactación de los mazos de fibra durante su fabricación, transporte y manipulación. Sin embargo, estos agentes no son capaces de formar un buen enlace químico con la matriz termoplástica, ya que se componen generalmente de polímeros termoestables (resinas epóxicas, poliuretano, etc) concebidos para optimizar la compatibilidad con las matrices epóxicas convencionales. Si bien es cierto que actualmente existen distribuidores que comercializan la fibra de carbono con agentes termoplásticos, el alto costo y las metodologías que esto conlleva hacen que su producción sea limitada y poco rentable, por lo que considerar inicialmente una reducción o eliminación de este agente puede llegar a ser favorable [5].

Por otra parte, la matriz termoplástica presenta polaridad química mientras que la superficie de la fibra de carbono es totalmente apolar, lo que provoca una baja adhesión entre ambos. Por esta razón, numerosos estudios han propuesto diferentes tratamientos para alterar la inercia química de la fibra de carbono con el objetivo de aumentar su mojabilidad [6]. Los tratamientos superficiales investigados hasta hoy son variados, tales como la incorporación de grafeno [7], tratamientos con plasma [8], tratamiento con ozono [9] y oxidaciones anódicas mediante ácidos o sales [10]. Esta última alternativa resalta por su simplicidad y bajo costo, y es muy prometedora en cuanto a la respuesta mecánica del compuesto [10,11].

El objetivo de este trabajo es aplicar y evaluar un tratamiento superficial en las fibras de carbono, de manera que el polímero tenga una mejor adherencia y por consecuencia una mejor respuesta mecánica del compuesto. El tratamiento planteado consta de dos etapas: en primer lugar, se opta por eliminar el *sizing* incorporado en los tejidos de fibra de carbono a través de un calentamiento en horno y, posteriormente se aplica una oxidación anódica a la mismas, sumergiéndolas en una disolución de fosfato diamónico.

Posteriormente el polímero PEEK pasa a ser reforzado con fibras tratadas y por otra parte con fibras no tratadas. Esto se logra gracias a la consolidación de laminados en una prensa de platos calientes.

En primer lugar, para contrastar la calidad de estos dos tipos de laminados, se utiliza una inspección por ultrasonido en C-Scan. Después la respuesta mecánica se cuantifica mediante una campaña experimental de ensayos destructivos que incluyen: flexión en tres puntos y tracción en diferentes direcciones.

También se presentan los resultados a tracción de los monofilamentos de fibra de carbono para garantizar que el tratamiento propuesto no perjudica a la fibra.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Materiales

La poliéter éter cetona, la fibra de carbono y el fosfato diamónico fueron utilizados en este estudio. La matriz seleccionada para consolidar el compuesto se adquirió en filmes de 500 μm de espesor distribuidas por la empresa Bieglo (Hamburgo, Alemania). El tejido utilizado es un HeXForce G0926 5H satín (ver detalle del tejido en figura 1) distribuido por Hexcel y, para llevar a cabo la oxidación anódica, se utilizó bifosfato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ con una pureza del 99% comercializada por Scharlau.

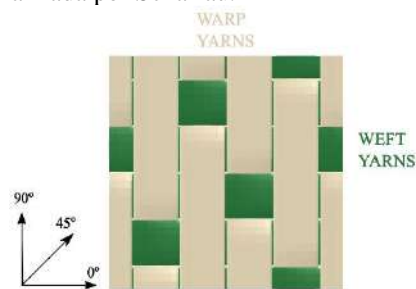


Figura 1. Detalle del tejido 5H satín de mazos de fibra de carbono. Direcciones detalladas ($0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$) hacen referencia al sistema global de coordenadas.

Tratamiento de la fibra de carbono

En primer lugar, para eliminar el agente *sizing*, el tejido se somete a un calentamiento en horno durante 45 min a una temperatura de 300 $^\circ\text{C}$. Luego el tejido se sumerge en una solución de bifosfato de amonio al 5 % en peso a 80 $^\circ\text{C}$ durante 1 hora para generar la oxidación anódica tal como se realiza en [10]. Finalmente, para asegurar de que no existen residuos contaminantes, esta es lavada y enjuagada con agua destilada varias veces y finalmente es mantenida en horno a 80 $^\circ\text{C}$ durante 10 horas.

Estudios morfológicos

Los estudios en la superficie de la fibra de carbono, antes y después de la aplicación del tratamiento son analizados en un microscopio de barrido electrónico, aplicando una intensidad de 3.0 keV.

Ensayos de tracción de los monofilamentos de carbono

Para estudiar posibles variaciones en las propiedades mecánicas de las fibras tratadas, se realizaron ensayos de tracción a los monofilamentos de acuerdo con la norma UNE-ISO 2026:2010. Estos filamentos fueron extraídos de los mazos de fibra de manera totalmente aleatoria. La máquina utilizada corresponde a un modelo Favimat+ de Textechno la cual posee una celda de carga de 210 cN. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente, a velocidad de 1 mm/min con una distancia inicial entre mordazas de 20 mm.

Esta máquina es capaz de generar resonancias en la fibra de acuerdo con la metodología establecida en la norma ASTM D1577, pudiendo determinar la densidad lineal de las fibras y, posteriormente su sección transversal. La cantidad total de ensayos realizados fueron 40, tanto para las fibras tratadas como las no tratadas, excluyendo aquellos casos en donde la fibra deslizaba o fallaba en la mordaza. Para realizar un análisis estadístico se analizaron los datos mediante una distribución Weibull.

Fabricación del compuesto

La consolidación del PEEK con los tejidos de fibra de carbono, se realizó a través de una prensa de platos calientes Fontijne Presses modelo TP400, la cual posee una capacidad máxima de 400 kN con un límite de temperatura de trabajo de 400 °C. Previo a dicha consolidación, se distribuyen 6 láminas de tejido de 270 x 270 mm en configuración compensada dentro de un molde, en donde los mazos *warp* de los 3 tejidos inferiores son colocados a 0° y los 3 superiores son orientados a 90° de acuerdo con el sistema global de referencia descrito en la figura 2. Entre los tejidos, 7 filmes de PEEK de 210 x 210 mm se distribuyen tal como se ilustra en la figura 2.

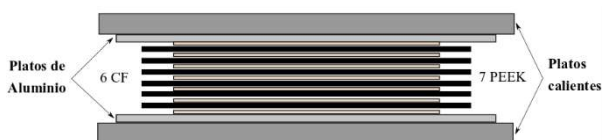


Figura 2. Esquema de consolidación en prensa de platos calientes.

Con el objetivo de comparar laminados semejantes, el ciclo de consolidación visualizado en la figura 3 fue el mismo para laminados con y sin tratamiento. El calentamiento de los platos produce un aumento de temperatura a razón de 10 °C/min, iniciando el ciclo a temperatura ambiente (20 °C aprox.). Una vez alcanzados los 395 °C, se mantiene esta temperatura de manera que el material se consolide a una presión de 3.5 MPa durante 45 minutos. Posteriormente, el enfriamiento se produce a una velocidad de 2 °C/min hasta volver a la temperatura ambiente, manteniendo en esta última etapa una presión de 4 MPa.

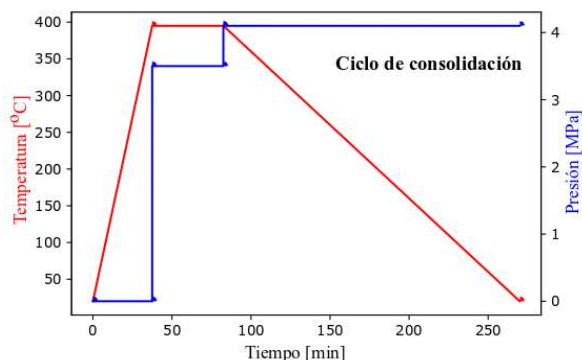


Figura 3. Ciclo de consolidación utilizado en la manufactura de los laminados.

Análisis de ultrasonido vía C-Scan

Las inspecciones a los laminados fueron realizadas con el equipo TecniTest modelo Tritón 1500, el cual trabaja mediante eco-pulsos que son emitidos y recibidos por un transductor inmerso en agua. Estas ondas ultrasónicas interactúan con el material, atenuándose cuando hay defectos tales como zonas con exceso de resina y/o burbujas de aire.

Ensayos mecánicos

Se realizaron ensayos de flexión en tres puntos y ensayos de tracción de acuerdo con las normas ASTM 7264D y ASTM D3039 respectivamente.

Para los ensayos de tracción, se obtuvieron 5 probetas de +45°/-45° y 5 en orientación 0°/90° (ver orientaciones en figura 1). Estas se montaron en una máquina universal Instron 8501 con una celda de carga de 100 kN colocando un material abrasivo en las mordazas para evitar deslizamientos.

Para los ensayos de flexión, se ensayaron 5 probetas con orientación 0°/90° en una máquina de ensayos universales Instron 8501 con una celda de carga de 25 kN.

El montaje de ambos ensayos se puede visualizar en la figura 4.

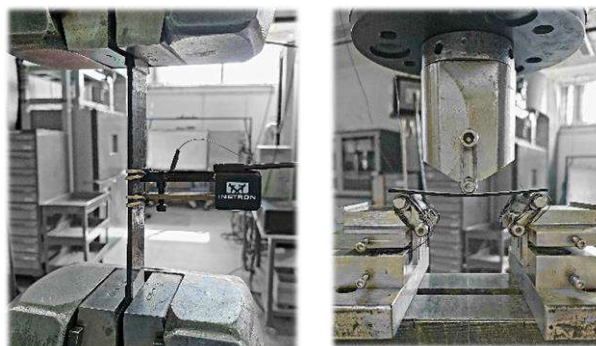


Figura 4. Montajes de ensayos de tracción y flexión en tres puntos.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Propiedades a tracción de monofilamentos de fibra de carbono

Tal como se muestra en la tabla 1, se presentan las propiedades mecánicas de los monofilamentos de fibra de carbono (Tensión de rotura σ_R y Módulo de elasticidad E) junto con los respectivos parámetros obtenidos de la distribución de Weibull, donde la expresión de distribución de probabilidad P viene dada por (1):

$$P = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_R}{\beta} \right)^\alpha \right] \quad (1)$$

Los parámetros de forma α y de escala β , representan el grado de homogeneidad en los desperfectos del material y el nivel de las tensiones de rotura de la fibra de carbono respectivamente [12]. Mientras mayor sea el valor de α , menos dispersa se hace la diferencia en los valores de rotura; cuanto mayor es el parámetro β , mayor es la resistencia de la fibra:

Tabla 1. Propiedades mecánicas y parámetros Weibull de los monofilamentos de CF.

Tipo de Fibra	Diámetro (μm)	α	β (GPa)	σ_R (GPa)	E (GPa)
Sin tratar	7.2 ± 0.4	5.4	3.5	3.3 ± 0.7	207 ± 15
Tratada	7.1 ± 0.3	7.4	3.8	3.8 ± 0.6	215 ± 10

Los resultados visualizados en la tabla 1 permiten asegurar que el tratamiento propuesto no empeora las propiedades mecánicas de las fibras, ya que los valores medios del módulo elástico, como también los valores de rotura son iguales o superiores a los de las fibras no tratadas. También, el aumento del parámetro α en las fibras tratadas se traduce en que los defectos presentes en este grupo sean más homogéneos, viéndose reflejada una dispersión menor en los valores de rotura. Se destaca también un aumento en el valor promedio de la tensión de rotura gracias al tratamiento propuesto en casi un 15 %, el cual puede deberse a un suavizado del fondo de grieta en los defectos presentes en la fibra.

Estudio morfológico de fibras tratadas y no tratadas

Las imágenes de la figura 5 permiten establecer que el tratamiento propuesto genera un cambio en la superficie de las fibras. Se puede observar un nivel de rugosidad mayor sin causar desperfectos en esta.

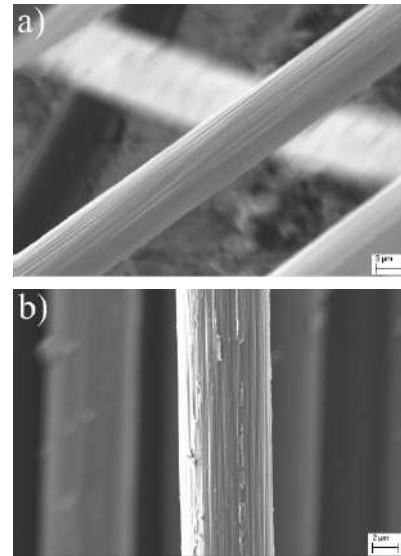


Figura 5. Imágenes SEM de fibras de carbono a) Sin tratamiento alguno y b) Sometidas a tratamiento propuesto.

Inspecciones de los laminados via C-Scan

En la figura 6, se contrasta la atenuación de la onda emitida por el equipo C-Scan en los dos tipos de laminados obtenidos. La escala de colores configurada en el equipo indica que, en zonas con una tonalidad negra, el retorno de onda es de un 100 % y, de manera contraria, una tonalidad blanca se traduce en una atenuación total de esta.

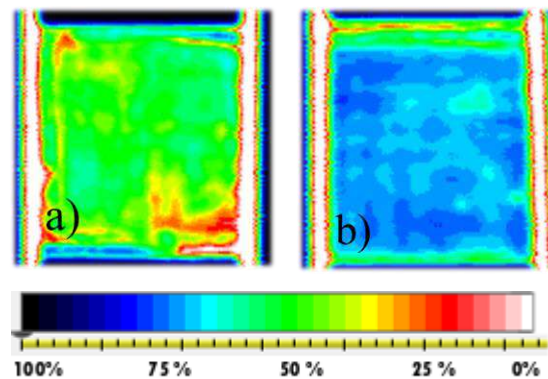


Figura 6. Inspección via CScan de a) laminado consolidado sin fibra tratada y b) con fibra tratada.

En general, se puede observar en la figura 6 que un laminado fabricado con fibras tratadas (Figura 6b) posee tonalidades más cercanas a un retorno de onda total en comparación a un laminado con fibras no tratadas (Figura 6a), concluyendo que la cantidad de defectos internos es menor en el segundo caso, atribuido a una mayor mojabilidad de la fibra.

Ensayos de Flexión en tres puntos

Los resultados de los módulos elásticos y las tensiones a rotura (E_f y $\sigma_{R,f}$ respectivamente) en los ensayos de flexión realizados a las probetas del material compuesto con y sin fibra tratada son presentados en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades elásticas a flexión de laminados sin tratamiento y con tratamiento de fibra propuesto.

Material	E_f (GPa)	$\sigma_{R,f}$ (MPa)
CF/PEEK Sin Tratamiento	59 ± 5	360 ± 40
CF/PEEK Con Tratamiento	60.8 ± 0.4	492 ± 20

En primer lugar, se observa que el tratamiento propuesto no modifica el módulo elástico a flexión. Por otra parte, el aumento de la tensión a rotura en los laminados es considerable en las muestras que son fabricadas con fibra tratada, viéndose aumentado este valor en casi un 40 %. En consecuencia, podemos concluir que las fibras tratadas poseen una mejor adherencia con el polímero y por ende una mejor resistencia a la delaminación ya que en este tipo de ensayos, el mecanismo de fractura está determinado por la delaminación del compuesto.

Ensayos de Tracción.

En la tabla 3 se observan los resultados de las probetas sometidas a tracción, extraídas de los laminados en orientaciones $0^0/90^0$ y $+45^0/-45^0$. Igual que en el caso anterior se contrastan los valores obtenidos con y sin tratamiento de fibra.

Tabla 3. Propiedades elásticas a tracción de laminados sin tratamiento y con tratamiento de fibra.

Material	E (GPa)	σ_R (MPa)	ϵ_R (%)
CF/PEEK ($0^0/90^0$) Sin Tratamiento	62.8 ± 5	614.4 ± 94.6	1.0 ± 0.2
CF/PEEK ($0^0/90^0$) Con Tratamiento	69.6 ± 4	693.7 ± 46.6	1.0 ± 0.1
CF/PEEK ($+45^0/-45^0$) Sin Tratamiento	18.9 ± 2.2	144.5 ± 16.1	1.98 ± 0.2
CF/PEEK ($+45^0/-45^0$) Con Tratamiento	23.2 ± 2.8	208.8 ± 21.7	6.3 ± 0.7

Si bien es cierto que la resistencia a la rotura de las probetas sometidas a tracción en dirección $0^0/90^0$ aumenta en casi un 13 %, existe una notable mejoría para los casos en que las probetas son traccionadas en

dirección de $+45^0/-45^0$. En estas, la tensión de rotura aumenta en promedio un 44 % y la deformación de rotura en un 210 % presentando en estos casos un comportamiento con mayor tendencia elasto-plástica. Esto último se debe a que, en esta dirección, la rotura del compuesto está íntimamente relacionada a las tensiones que son transmitidas entre la matriz y la fibra, por lo cual la mejora en la adhesión entre estos componentes ha sido fundamental para una mejora en la respuesta mecánica del compuesto.

AGRADECIMIENTOS

S. Toro desea agradecer el apoyo de la Agencia Nacional de Investigación y Desarrollo (ANID), mediante el programa de DOCTORADO BECAS CHILE/2018-72190509 del Gobierno de Chile y a la Vicerrectoría de Investigación, Desarrollo e Innovación de la Universidad de Santiago de Chile.

Los autores agradecen la financiación de la Universidad Politécnica de Madrid a través del proyecto VJIDOCUPM2019ARR.

Los autores desean agradecer también al Instituto IMDEA Materiales por facilitar los equipos necesarios para la fabricación de los laminados, en especial agradecer el apoyo de la Dra. Vanesa Martínez y de José Luis Jiménez.

REFERENCIAS

- [1] Zalaznik, M., M. Kalin, and S. Novak. "Influence of the processing temperature on the tribological and mechanical properties of poly-ether-ether-ketone (PEEK) polymer." *Tribology International* 94 (2016): 92-97.
- [2] Riveiro, A., Soto, R., Comesana, R., Boutinguiza, M. D., Del Val, J., Quintero, F., & Pou, J. (2012). Laser surface modification of PEEK. *Applied Surface Science*, 258(23), 9437-9442.
- [3] Beaumont, P. W., Soutis, C., & Hodzic, A. (Eds.). (2016). *The structural integrity of carbon fiber composites: fifty years of progress and achievement of the science, development, and applications*. Springer.
- [4] V. Mantič, L. Távora, A. Blázquez, E. Graciani, and F. París. A linear elastic-brittle interface model: application for the onset and propagation of a fibre-matrix interface crack under biaxial transverse loads. *Int J Fract* (2015) 195:15–38.
- [5] Li, Na, et al. "Effect of preheat treatment on carbon fiber surface properties and fiber/PEEK interfacial behavior." *Polymer Composites* 40.S2 (2019): E1407-E1415.

- [6] Tang, Long-Gui, and John L. Kardos. "A review of methods for improving the interfacial adhesion between carbon fiber and polymer matrix." *Polymer composites* 18.1 (1997): 100-113.
- [7] Liu, Liu, et al. "Improvement of the thermal conductivity and friction performance of poly (ether ether ketone)/carbon fiber laminates by addition of graphene." *RSC Advances* 5.71 (2015): 57853-57859.
- [8] Vautard, Frédéric, et al. "Use of plasma polymerization to improve adhesion strength in carbon fiber composites cured by electron beam." *ACS applied materials & interfaces* 6.3 (2014): 1662-1674.
- [9] Li, J. "Interfacial studies on the ozone and air-oxidation-modified carbon fiber reinforced PEEK composites." *Surface and Interface Analysis: An International Journal devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films* 41.4 (2009): 310-315.
- [10] Yumitori, Shuji, and Yoichiro Nakanishi. "Effect of anodic oxidation of coal tar pitch-based carbon fibre on adhesion in epoxy matrix: Part 2. Comparative study of three alkaline solutions." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 27.11 (1996): 1059-1066.
- [11] Luo, Honglin, et al. "Preparation of three-dimensional braided carbon fiber-reinforced PEEK composites for potential load-bearing bone fixations. Part I. Mechanical properties and cytocompatibility." *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 29 (2014): 103-113.
- [12] Nordström, Y., Joffe, R., & Sjöholm, E. (2013). Mechanical characterization and application of Weibull statistics to the strength of softwood lignin-based carbon fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 130(5), 3689-3697.

PREDICCIÓN DE FALLO DE COMPONENTES POLIMÉRICOS ENTALLADOS USANDO UN MODELO PROBABILÍSTICO

M. Muñiz-Calvente, L. Venta-Viñuela, A. Álvarez-Vázquez, F. Pelayo, M.J. Lamela*, A. Fernández-Canteli

Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón. Universidad de Oviedo. 33203 Gijón-España.

*Persona de contacto: mjesuslr@uniovi.es

RESUMEN

En este artículo se presenta el modelo local generalizado (GLM) para evaluar el comportamiento a rotura de la resina epoxi EPOLAM 2025. El GLM se basa en la derivación de la función de distribución primaria de fallo (PFCDF) como característica del material, independientemente del tipo de ensayo y la geometría de las probetas. Esta metodología se aplica a los datos experimentales de un programa que consta de tres muestras con diferente tipo de entalla. En primer lugar, se evalúan las PFCDFs para las tres muestras individuales, a partir de las cuales se obtienen las predicciones cruzadas de fallo. En segundo lugar, la evaluación de las tres muestras se realiza conjuntamente con el fin de obtener una PFCDF única, lo que permite lograr una mayor fiabilidad y la transferibilidad de la caracterización del material. Por último, se verifica la idoneidad del parámetro generalizado (parámetro de referencia) seleccionado, se estiman las probabilidades locales y globales de fallo incrementando la carga remota para realizar la comparación con las experimentales.

PALABRAS CLAVE: Efecto de entalla, Modelo local generalizado, Probabilidad de fallo.

ABSTRACT

In this paper, the so-called generalised local model (GLM) is presented to evaluate the failure behaviour of the EPOLAM 2025 epoxy resin. The GLM is based on the derivation of the primary failure distribution function (PFCDF) as a material characteristic, independent of test type and specimen geometry. This methodology is applied to the experimental data from a program consisting of three samples with different notch type. Firstly, the PFCDFs for the three single samples are assessed from which the cross predictions of failure can be obtained. Secondly, the assessment of the three samples is jointly performed in order to derive a unique PFCDF, allowing higher reliability to be achieved and transferability of the material characterisation to be accomplished. Finally, the suitability of the selected generalized parameter (driving force) is verified and the local and global probabilities of failure are estimated increasing remote load to be compared with the experimental ones.

KEYWORDS: Notch effect, Generalized local model, Probability of failure.

INTRODUCCIÓN

La presencia de entallas en componentes estructurales representa una de las causas más comunes de fallo por fractura y fatiga bajo cargas de servicio. Actualmente, sin directivas claras del concepto de integridad estructural, el diseño se enfrenta a la consideración de detalles estructurales complejos, tipo juntas o agujeros, que actúan como concentradores de tensiones.

Debido a la relevancia práctica del problema anterior, en las últimas décadas se han desarrollado diferentes modelos deterministas que tienen como objetivo resolver el efecto de las entallas. Entre ellos, varios trabajos de investigación se centran en el cálculo de la distribución de tensiones en base al concepto del factor de intensidad de tensiones para una gran variedad de tipos de entallas

y geometrías, como las publicaciones de Peterson y otros autores [1, 2, 3].

Por otro lado, el modelo basado en la teoría de las distancias críticas (TCD) propuesta por Taylor [4, 5] constituye un grupo de metodologías (métodos de punto, línea, superficie y volumen) basadas en la definición del parámetro característico del material, denominado como distancia crítica (L).

Recientemente, otros modelos consideran la influencia de efectos externos (por ejemplo, la temperatura) en la caracterización a fractura de elementos entallados, como el método de la curva maestra [6, 7, 8]. Sin embargo, la gran mayoría de los modelos anteriores solo presentan enfoques deterministas.

Asimismo, la dispersión significativa y no despreciable de los resultados de fractura en distintos materiales ha motivado el desarrollo de modelos probabilísticos. Algunos de ellos, como en los casos de modelos deterministas, tienen en cuenta el efecto combinado de la temperatura y la influencia de entallas en la resistencia aparente de materiales metálicos [9, 10].

Sin embargo, estos modelos no pueden garantizar la idoneidad del parámetro de referencia (driving force) seleccionado para el criterio de fallo adoptado. Además, ignoran la consideración del efecto de escala derivado de la distribución de tensión no uniforme presente en componentes reales y no garantizan la transferibilidad de resultados experimentales al diseño estructural.

Este artículo presenta una novedosa metodología probabilística aplicada a la caracterización de materiales poliméricos. Los principales objetivos de esta metodología son: a) obtener una relación matemática entre el valor del parámetro de referencia seleccionado (driving force) y la probabilidad de fallo, independientemente de las características de la entalla (por ejemplo, radio y tamaño), b) proponer un procedimiento para validar la idoneidad del criterio de fallo seleccionado, c) garantizar la transferibilidad de resultados entre campañas experimentales con diferentes geometrías y tamaños de entalla, así como la transferibilidad de resultados experimentales al diseño de componentes reales y d) posibilitar la evaluación conjunta de diferentes campañas experimentales para mejorar la fiabilidad de la evaluación.

PROGRAMA EXPERIMENTAL

2.1. Material

Los materiales poliméricos desempeñan un papel importante en el diseño y la fabricación de elementos estructurales en la industria aeronáutica y de automoción. La alta competitividad en este sector promueve el desarrollo de nuevos materiales con mayor resistencia y menor peso.

Por consiguiente, es esencial realizar una caracterización fiable de estos materiales avanzados para garantizar su aplicabilidad y utilidad. En este sentido, la utilización de metodologías probabilísticas adecuadas permite tener en cuenta la dispersión inherente de resultados en la evaluación de datos experimentales y en el diseño posterior de componentes.

En este trabajo, se seleccionó la resina epoxi EPOLAM 2025 como material de estudio debido a su amplio uso en aeronáutica. Para mantener las mismas propiedades mecánicas del material a lo largo de la campaña experimental, se garantizó la trazabilidad de todas las probetas que conformaron las muestras.

La resina epoxi fue suministrada por AXSON Technologies (Barcelona, España), el proceso de fabricación de las placas de resina se realizó en el Instituto Nacional de Tecnología Aeroespacial (Madrid, España) y las probetas se mecanizaron en Prodintec (Gijón, España).

Para determinar las propiedades mecánicas de la resina EPOLAM 2025 se realizaron ensayos de tracción uniaxial, dando como resultado un módulo de Young, $E = 2200 \text{ MPa}$, y un coeficiente de Poisson, $\mu = 0,36$.

2.2. Geometría de las probetas y plan de ensayos

Como aplicación de la metodología propuesta en materiales poliméricos, se llevaron a cabo ensayos a tracción con probetas de hueso de perro (dogbone) de EPOLAM 2025 con distintos tipos de entalla.

La figura 1 muestra la geometría y las principales dimensiones de las probetas pertenecientes a tres muestras de ocho probetas de tipo A, seis de tipo B y cinco de tipo C.

El programa experimental se realizó a temperatura ambiente ($16 \text{ }^\circ\text{C}$) en una máquina de ensayos de la serie MTS 642 equipada con una célula de carga de 5 kN y aplicando control de desplazamiento a una velocidad de 5 mm/min .

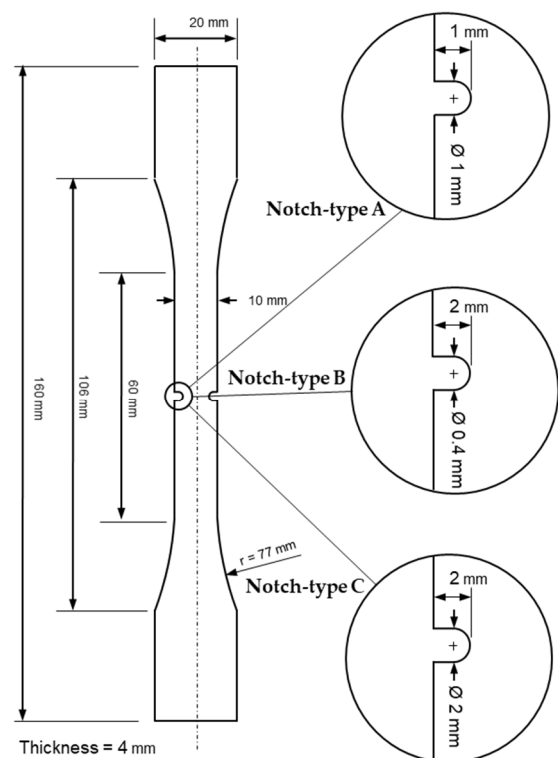


Figura 1. Geometría y detalles de la entalla en los tres tipos de probetas del programa experimental.

2.3. Resultados experimentales

La figura 2 muestra los valores de carga de rotura en los ensayos de tracción realizados junto con el valor medio de cada una de las muestras.

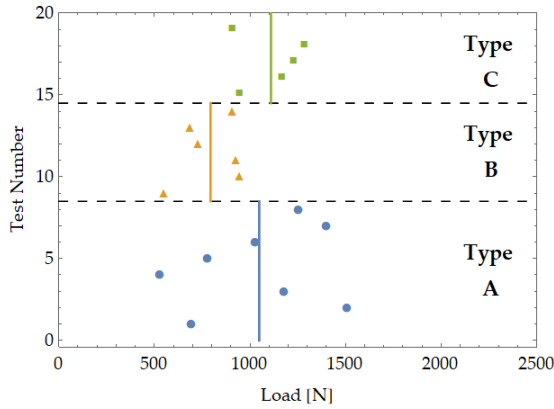


Figura 2. Resultados experimentales de las tres muestras analizadas con tipos de entalla diferente.

METODOLOGÍA PROPUESTA

En este apartado se describen las etapas necesarias para calcular y validar la función de distribución primaria de fallo (PFCDF) a través de ensayos de caracterización del material y aplicando el modelo local generalizado (GLM), desarrollado por los autores [11].

3.1. Análisis por elementos finitos (FEM)

Para determinar las condiciones críticas de tensión, se simuló cada ensayo con el software comercial ABAQUS 6.12 [12] y se adoptó la tensión principal máxima como parámetro generalizado (GP) adecuado, teniendo en cuenta el comportamiento frágil del material en estudio (EPOLAM 2025). El análisis FEM permitió el cálculo de los valores locales del parámetro generalizado mediante la aplicación progresiva de la carga remota hasta la rotura.

En los modelos de cada tipo de probeta se utilizó una malla de aproximadamente 100.000 elementos lineales de cuatro nodos con integración reducida (C3D8R). Con el fin de reproducir las condiciones de ensayo indicadas en la norma ASTM D638 (2004), se fijó la parte inferior de la probeta y se aplicó la carga en la parte superior.

Una vez realizadas todas las simulaciones numéricas, se utilizó el postprocesador Abaqus2Matlab [13] para exportar automáticamente las siguientes variables de cada ensayo (j) de Abaqus a Matlab:

- La tensión principal máxima alcanzada en cada elemento (i) para la carga de rotura: GP_{ij}
- El tamaño de cada elemento (i): S_{ij}

3.2. Evaluación individual de las muestras y validación de las PFCDFs

En una primera etapa, se aplicó el GLM [11] en la evaluación de los resultados experimentales de cada tipo de entalla y para la obtención de las PFCDFs individuales de cada muestra. Dado que la PFCDF es una propiedad intrínseca del material, independientemente del tipo de ensayo realizado, las PFCDFs individuales deberían coincidir para condiciones de carga, geometría de probetas y tamaño de muestra diferentes.

Según [14], el modelo probabilístico asociado a un problema de resistencia se debe definir con la función de distribución de Weibull para valores mínimos expresada por la ecuación (1):

$$P_{fallo} = 1 - \exp \left[- \left(\frac{GP - \lambda}{\delta} \right)^\beta \right]; GP > \lambda, \quad (1)$$

donde, GP es el parámetro generalizado (driving force) seleccionado y β , λ y δ son los parámetros de forma, localización y escala de la distribución de Weibull, respectivamente.

La PFCDF proporciona una relación inequívoca entre la probabilidad de fallo y el valor de GP aplicado uniformemente en un tamaño de referencia (S_{ref}), relacionado con el parámetro de escala. La figura 3 y la tabla 1 muestran la evaluación individual de las muestras aplicando el GLM.

Aunque los resultados obtenidos no parecen confirmar plenamente las expectativas de unicidad de la PFCDF, debido a la gran dispersión de resultados experimentales y al número limitado de ensayos en cada muestra, este hecho se puede justificar con la superposición observada de los amplios intervalos de confianza de las PFCDFs (ver figura 3).

Para garantizar la fiabilidad de las PFCDFs individuales y la transferibilidad de resultados entre los tres tipos de muestras, se obtuvieron las probabilidades locales y globales de fallo, teniendo en cuenta las distribuciones de tensiones para cada tipo de entalla y la influencia del efecto de escala.

Dado que el tamaño de los elementos (S_{ij}) en la malla de elementos finitos puede ser diferente del tamaño de referencia (S_{ref}) definido en la sección anterior, es necesario modificar la ecuación (1) incluyendo el efecto de escala, según se indica en la ecuación (2):

$$P_{fallo_{ij}} = 1 - \exp \left[- \frac{S_{ij}}{S_{ref}} \left(\frac{GP_{ij} - \lambda}{\delta} \right)^\beta \right]; GP_{ij} > \lambda \quad (2)$$

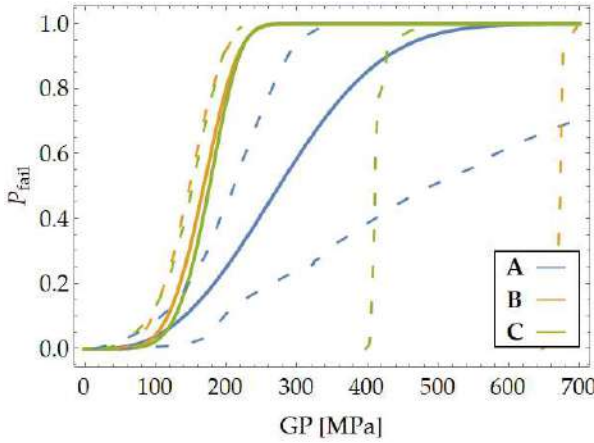


Figura 3. PFCDFs a partir de la evaluación individual de muestras con distinto tipo de entalla ($S_{ref}=1 \text{ cm}^3$).

Tabla 1. Parámetros de Weibull para las PFCDFs individuales ($S_{ref}=1 \text{ cm}^3$).

Tipo de muestra	λ	β	δ
A	15.27	2.59	299.01
B	31.62	4.02	149.70
C	21.83	5.00	166.29

La ecuación (2) expresa la probabilidad de fallo para un elemento finito de tamaño S_{ij} sometido al valor GP_{ij} del parámetro generalizado. Para realizar la predicción de las probabilidades locales de fallo en cada muestra de tipo de entalla diferente, la carga remota se incrementó gradualmente de cero a un valor que garantizaba una probabilidad de fallo cercana al 99,9% para la muestra en conjunto. La figura 4 muestra un ejemplo de las probabilidades locales de fallo (mapas de riesgo [15]) para las tres muestras (entallas tipo A, B y C) y una carga remota de 1000 N. Estas predicciones se realizaron particularizando la ecuación (2) a la PFCDF de la muestra con entalla tipo B.

Una vez obtenidos los mapas de riesgo, la probabilidad global de fallo asociada a una carga remota puede obtenerse aplicando el principio del eslabón más débil definido por la ecuación (3):

$$P_{fallo_j} = 1 - \prod_{i=1}^n (1 - P_{fallo_{ij}}) \quad (3)$$

$$= 1 - \prod_{i=1}^n \exp \left[-\frac{S_{ij}}{S_{ref}} \left(\frac{GP_{ij} - \lambda}{\delta} \right)^\beta \right]; GP_{ij} > \lambda$$

Como se expresa en la ecuación (3), la probabilidad global de fallo depende de los valores de los parámetros de Weibull (β , λ y δ). Por lo tanto, se pueden hacer distintas predicciones cruzadas entre las diferentes muestras dependiendo de la PFCDF de partida (ver tabla 1). Así, la figura 5a muestra las predicciones globales de

fallo para las probabilidades 0.05, 0.5 y 0.95 a partir de la PFCDF asociada a la muestra de entalla tipo A, la figura 5b a la muestra de entalla tipo B y la figura 5c a la muestra de entalla tipo C.

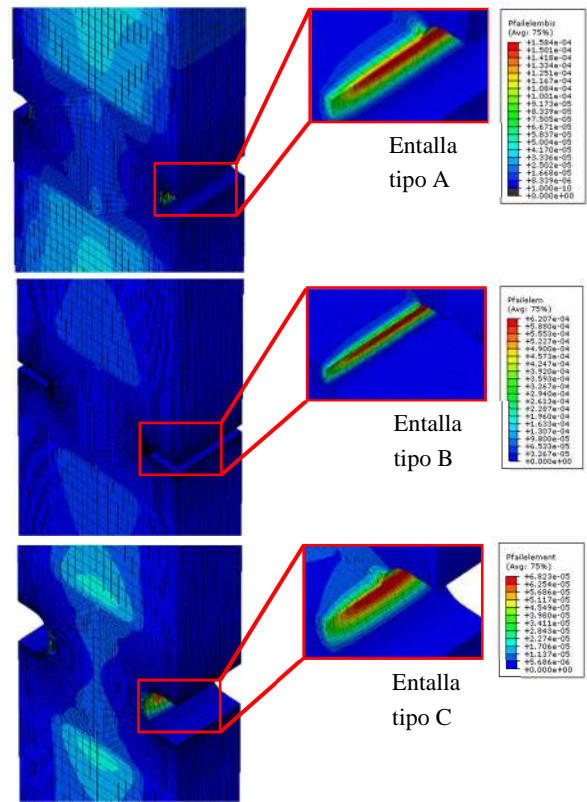


Figura 4. Distribución de la probabilidad local de fallo (mapas de riesgo) para una carga remota de 1000 N.

Como se puede ver en las figuras 5a, 5b y 5c, existe una correspondencia relativamente satisfactoria entre las predicciones cruzadas y los resultados experimentales de cada muestra, dado que la mayoría de los puntos representativos de los ensayos se encuentran en la banda de probabilidades $p = 0.05-0.95$.

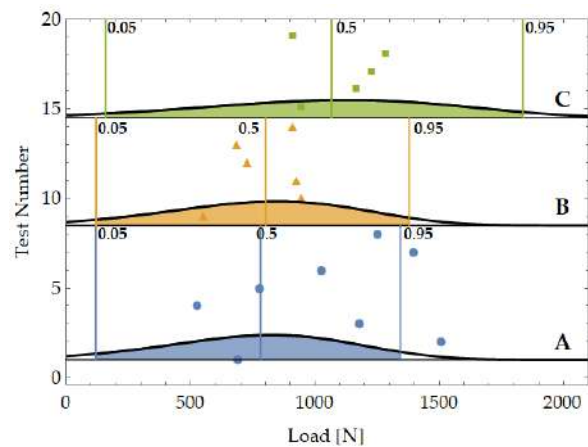


Figura 5a. Resultados experimentales y predicciones cruzadas de probabilidad global de fallo a partir de la PFCDF de la muestra de entalla tipo A.

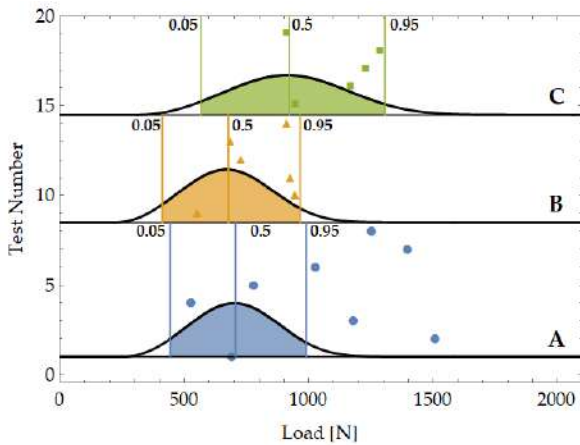


Figura 5b. Resultados experimentales y predicciones cruzadas de probabilidad global de fallo a partir de la PFCDF de la muestra de entalla tipo B.

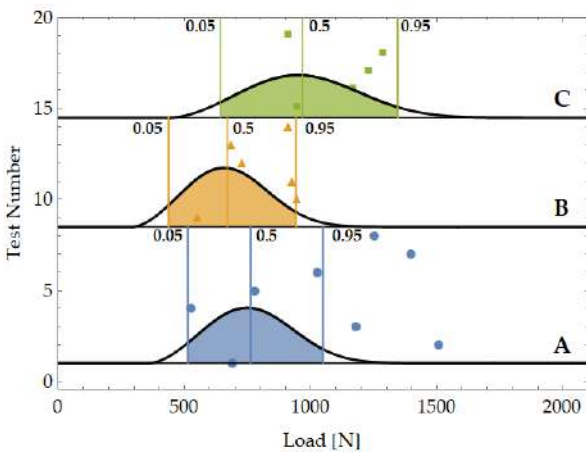


Figura 5c. Resultados experimentales y predicciones cruzadas de probabilidad global de fallo a partir de la PFCDF de la muestra de entalla tipo C.

3.3. Evaluación conjunta de las muestras y validación de la PFCDF única

En una segunda etapa, se aplicó el GLM para realizar la evaluación conjunta de todos los resultados y obtener una PFCDF única para las distintas muestras, garantizando una mayor fiabilidad en la caracterización del material al incluir la aleatoriedad de los ensayos realizados. Posteriormente, se comprobó y validó el criterio de fallo seleccionado mediante el cálculo de predicciones de probabilidad global de fallo para cada muestra.

Por lo tanto, se obtuvo una PFCDF única para el conjunto de las tres muestras con diferentes tipos de entalla, refiriendo todos los resultados experimentales al mismo tamaño de referencia [16, 17], tal como se muestra en la figura 6 y en la tabla 2.

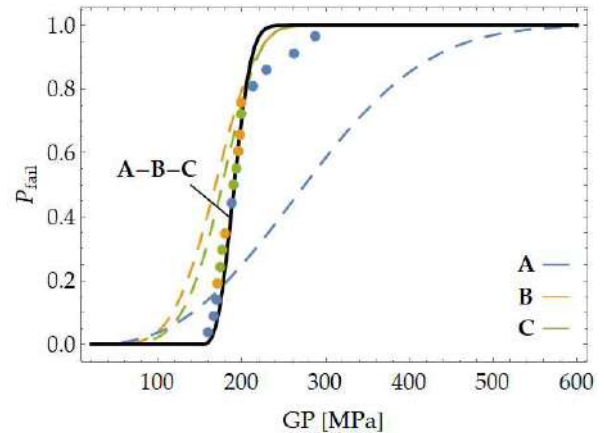


Figura 6. PFCDF obtenida por evaluación conjunta de las muestras ($S_{ref}=1 \text{ cm}^3$).

Tabla 2. Parámetros de Weibull para la PFCDF conjunta ($S_{ref}=1 \text{ cm}^3$).

Tipo de muestra	λ	β	δ
A-B-C	152.72	2.77	43.68

En este caso, la idoneidad del GP se confirma en la figura 6, porque los resultados de cada muestra se distribuyen aleatoria y homogéneamente a lo largo de la PFCDF única determinada.

A continuación, siguiendo el mismo procedimiento descrito en el apartado 3.2., a partir de la PFCDF conjunta se predijo la función de distribución de fallo global para cada muestra relativa a un tipo de entalla y se comparó con los resultados experimentales.

Como se puede observar en la figura 7, en todos los casos las predicciones concordaron bien con los resultados experimentales, validando la PFCDF única obtenida.

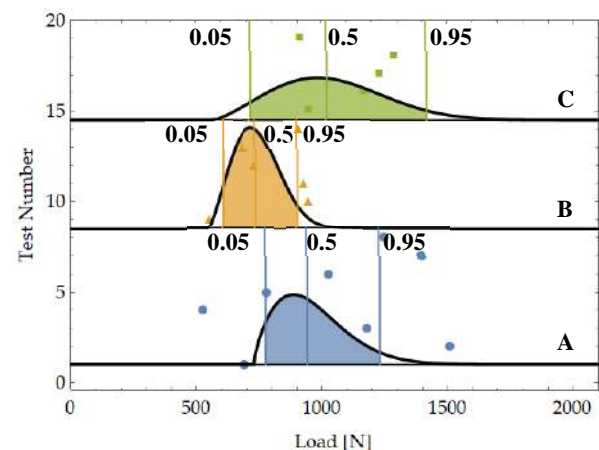


Figura 7. Resultados experimentales y predicciones de probabilidades globales de fallo para cada tipo de entalla a partir de la PFCDF única.

CONCLUSIONES

De este trabajo se pueden extraer las siguientes conclusiones:

1. La alta dispersión inherente a los datos experimentales de materiales poliméricos conlleva la necesidad de utilización de modelos probabilísticos en su caracterización para asegurar la transferibilidad de resultados y lograr diseños seguros de componentes estructurales.

2. La aplicación del GLM permite obtener la PFCDF a partir de resultados experimentales como propiedad intrínseca del material, es decir, independientemente de las condiciones de carga, la geometría de las probetas y el tamaño de la muestra del programa de ensayos realizado.

3. El GLM posibilita la evaluación conjunta de todos los datos experimentales de la resina epoxi EPOLAM 2025 agrupados en una sola muestra con diversidad de geometrías de entalla y número desigual de resultados por muestra individual.

4. La PFCDF única derivada de la evaluación conjunta garantiza una mayor fiabilidad en la caracterización del material y permite realizar predicciones de fallo para las distintas muestras. Su validez se comprueba con los resultados del programa experimental de la resina epoxi EPOLAM 2025 utilizando muestras de tres tipos de entalla diferentes.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo económico del Ministerio de Economía y Competitividad a través del proyecto de investigación Ref. DPI2016-80389-C2-2-R.

REFERENCIAS

[1] Peterson R.E. Stress Concentration Design Factors. Wiley-Interscience 1974.

[2] Peterson R.E. Stress Concentration Design Factors: Charts and Relations Useful in Making Strength Calculations for Machine Parts and Structural Elements. Wiley 1953.

[3] Pilkey W.D., Pilkey D.F. Peterson's Stress Concentration Factors. John Wiley & Sons 2008.

[4] Susmel L., Taylor D. The Theory of Critical Distances as an alternative experimental strategy for the determination of K_{Ic} and ΔK_{th} . Eng. Fract. Mech. (2010) 77 (9): 1492-1501.

[5] Taylor D. The Theory of Critical Distances: a New Perspective in Fracture Mechanics. Elsevier 2007.

[6] Cicero S., Madrazo V., García T. The Notch Master Curve: A proposal of Master Curve for ferritic-

pearlitic steels in notched conditions. Engineering Failure Analysis (2014) 42: 178-196.

- [7] Wallin K. The master curve method: a new concept for brittle fracture. Int J Mater Prod Tec (2014) 14 (2-4): 342-354.
- [8] Wallin K., Nevasmaa P., Laukkanen A., Planman T. Master Curve analysis of inhomogeneous ferritic steels. Engineering Fracture Mechanics (2004) 71 (16): 2329-2346.
- [9] Muniz-Calvente M., Blasón S., Correia J., Cicero S., de Jesus A., Fernández-Canteli A. In a probabilistic approach to derive the apparent fracture toughness of notched components based on the TCD, 1th. International Symposium on Notch Fracture (2017): 252-257.
- [10] Muñoz-Calvente M., Álvarez-Vázquez, A., Cicero S., Correia J.A.F.O., de Jesus A.M.P., Blasón S., Fernández-Canteli A., Berto F. Study of the influence of notch radii and temperature on the probability of failure: A methodology to perform a combined assessment. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures (Special Issue: Advanced Design and Fatigue Assessment of Structural Components) 2019.
- [11] Muñoz-Calvente M. The generalized local model: A methodology for probabilistic assessment of fracture under different failure criteria. PhD Thesis. University of Oviedo 2017.
- [12] Dassault Systèmes Simulia Corp. Abaqus User's Manual. Rhode Island 2013.
- [13] Papazafeiropoulos G., Muñoz-Calvente M., Martínez-Pañeda E. Abaqus2Matlab: A suitable tool for finite element post-processing. Advances in Engineering Software (2017) 105: 9-16.
- [14] Castillo E., Hadi A.S., Balakrishnan N., Sarabia J.M. Extreme Value and Related Models with Applications in Engineering and Science. John Wiley & Sons 2005.
- [15] Muñoz-Calvente M., Ramos A., Shlyannikov V., Lamela M.J., Fernández-Canteli A. Hazard maps and global probability as a way to transfer standard fracture results to reliable design of real components. Engineering Failure Analysis (2016) 69: 135-146.
- [16] Muniz-Calvente M., Ramos A., Fernández P., Lamela M.J., Álvarez A., Fernández-Canteli A. Probabilistic failure analysis for real glass components under general loading conditions. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures (2019) 42, (6): 1283-1291.
- [17] Muniz-Calvente M., Ramos A., Pelayo F., Lamela M.J., Fernández-Canteli A. Statistical joint evaluation of fracture results from distinct experimental programs: An application to annealed glass. Theoretical and Applied Fracture Mechanics (2016) 85: 149-157.

A study of the interfacial fracture on insert injection overmolding thermoplastic polymers

T. Febra^{a,1}, J.D. Costa^a, J.A.M. Ferreira^a, C. Capela^{a,b}

^a CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, 3004-516 Coimbra, Portugal

^b School of Technology and Management, Polytechnic Institute of Leiria, P2411-901 Leiria, Portugal

RESUMEN

Este artículo presenta los resultados de un estudio actual sobre el desarrollo y caracterización de materiales compuestos fabricados por inyección en los dos lados de la estera de fibra de refuerzo. Se probaron diferentes matrices de polímeros (polipropileno relleno de talco, ABS) con esteras de fibra de vidrio biaxiales (BGF) o multiaxiales (MGF).

Uno de los principales desafíos para lograr un buen rendimiento compuesto es la resistencia interfacial entre la matriz y la fibra, que depende no solo de las propiedades de la fibra y la matriz, sino también de la adhesión interfacial. Este trabajo cuantifica la fuerza interfacial en términos de la tasa crítica de liberación de energía de deformación, GC. La fuerza adhesiva interfacial se cuantificó mediante el uso de pruebas de desprendimiento en el modo I, donde la carga y el desplazamiento axial se monitorearon directamente desde el software de la máquina y la longitud de la grieta también se monitoreó a lo largo de las pruebas usando un sistema de cámara de imagen de video.

Los resultados se analizan en términos de la velocidad de liberación de energía de deformación frente a la longitud de la grieta interfacial. Se discutirá la tasa crítica de liberación de energía de deformación (Gc) para los diferentes pares de fibra / matriz. La matriz ABS conduce a una delaminación de interfaz catastrófica más temprana que la matriz PP, pero para valores similares de GC. La fibra MGF permite una mejor adhesión de la interfaz que la fibra BGF.

PALABRAS CLAVE: Composición, Adhesión interfacial, Sobremoldeo por inyección, Tasa de liberación de energía por deformación

ABSTRACT

This paper presents the results of a current study on the development and characterization of composites material manufactured by injection on the two sides of the reinforcement fiber mat. Different polymer matrices (talc filled polypropylene, ABS) with biaxial (BGF) or multiaxial glass fiber mats (MGF) were tested.

One of the main challenges for good composite performance achievement is the interfacial strength between matrix and fiber, which depends not only on the fiber and matrix properties but also on the interfacial adhesion. This work quantifies the interfacial strength in terms of the critical strain energy release rate, GC. The interfacial adhesive strength was quantified by using peel off tests in mode I, where load and axial displacement were directly monitored from the machine software and the crack length was also monitored along the tests using a video image camera system.

The results are analyzed in terms of the strain energy release rate against the interfacial crack length. Critical strain energy release rate (Gc) for the different fiber/matrix pairs will be discussed. ABS matrix leads to earlier catastrophic interface delamination than PP matrix, but for similar values of GC. MGF fiber allows better interface adhesion than BGF fiber.

KEYWORDS: Composites, Interfacial adhesion, Injection overmolding, Strain energy release rate

INTRODUCTION

The incorporation of continuous fiber reinforced polymer (FRP) composites in complex thermoplastic is an effective way to enhance mechanical properties of the thermoplastic parts. However, interfaces adhesion is commonly poor in cause the temperature gradient in conjunction non-uniform interdiffusion during the fabrication process, Huang et al. (1999). Thermodynamic compatibility of the melted and solid phases is another important factor, which affects the interface quality and hence the overall performance of the resulting part, Jiang et al. (2009).

Polymer injected overmolding fiber reinforced composites have been increasingly used in the automobile industry, particularly in panels and components, despite their low interlaminar fracture toughness (IFT) caused by manufacturing technique, which do not provide orientation of the fibers in the thickness direction to sustain transverse load, Rosselli et al. (1997). The improvement of interlaminar strength depends not only on the fiber and matrix properties but also on the interfacial properties between the fibers and the matrix, Zhang et al. (2000). Interfacial strength can be improved by optimizing processing parameters, namely the selection of the thermoplastic phases and the use of phase compatibilizers, Jiang et al. (2009), Carella et al. (2002), Schellekens et al. (2011), Dondero et al. (2009), S. Nguyen et al. (2013), Aurrekoetxea et al. (2006), Harte et al. (2007), Arzondo et al. (2004).

This paper studies the interfacial fracture performance of a single piece's final product made out of a glass fiber mat insert (with biaxial and multiaxial glass fiber mesh) and polymer injected overmolding in both sides. Polypropylene and ABS thermoplastics are used. Polymers and fiber mats have very different mechanical properties but must be safe and permanently bonded together throughout its useful life.

MATERIALS AND TESTING

The present work studied mode I interfacial adhesion on fabric insert injection overmolding polymers, using double cantilever beam (DCB) test specimens. Two overmolding matrices were used: polypropylene (PP) filled by 20% in weight of talc, Hostacom TRC 352N Titan and ABS, supplied by Yonde Basel. Two glass fiber inserts were used: fiberglass multiaxial mesh fabric (MGF) and biaxial fiberglass reinforcing mesh (BGF), supplied by HUESKER.

Three different configurations were manufactured, as is summarized in Table 1. The injection moulding process was carried out using a Sandreto 200 Ton machine, and the parameters indicated in Table 1.

An artificial delamination was simulated with a 0.004 mm thickness Teflon layer placed at polymer/fiber

interface. The specimens were machined from plates, nominally 125 mm long, 100 mm wide and 3 mm thick.

The tests were performed using a Shimadzu SLBL-5kN testing machine. Load, axial displacement and crack length were monitored during the tests. Fig. 1 shows the geometry of the specimens, a running test and an auxiliary video camera image used to measure the crack length.

Table 1. Formulation of manufactured composites.

Reference	Matrix	Insert	Mould Temp. (°C)	Processing Temp. (°C)	Injection pressure (Bar)
PP/MGF	Talc-filled PP	Multiaxial glass fiber mesh (MGF)	22	220	41
PP/BGF	Talc-filled PP	Biaxial glass fiber netting (BGF)	22	220	41
ABS/MGF	ABS	Multiaxial glass fiber mesh (MGF)	80	260	120

Mode I strain energy release rate, G_I , was calculated according ASTM D 5528 standard by means the compliance calibration (CC) and the modified compliance calibration (MCC) method, using equations (1) and (2), respectively:

$$G_I = \frac{nP\delta}{2ba} \quad (1)$$

$$G_I = \frac{3P^3C^{2/3}}{2A_1b} \quad (2)$$

where P is the load, δ is the load point displacement, b is the specimen width, h is the thickness, a is the delamination length, C is the compliance, n is a correction factor given by the slope of the straight line generated by a least squares plot of the log of the compliance C against the log of the delamination length a and A_1 is a correction factor given by the slope of the straight line generated by a least squares plot of a/h against $C^{1/3}$.



Figura 1a. Geometry os the specimens.

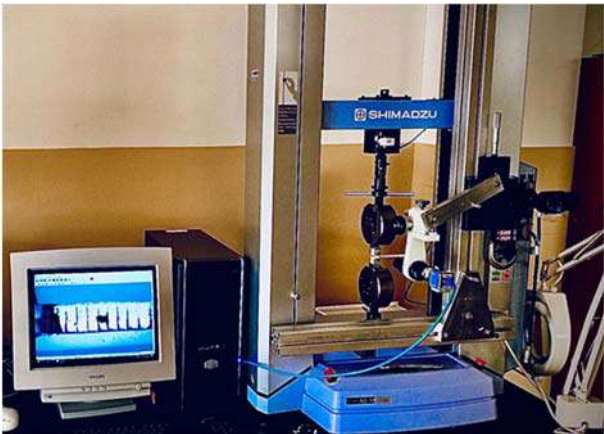


Figura 1b. Running test and the auxiliary video image camera.

than multiaxial glass fiber mesh. In any case, it should be noted that the results obtained have a high dispersion and it is recommended to complement the work with new tests.

Table 2. G_C obtained considering the 5/M criterion.

Reference	Matrix	G_C (J/m ²)
PP/MGF	Talc-filled PP	350
PP/BGF	Talc-filled PP	390
ABS/MGF	ABS	590

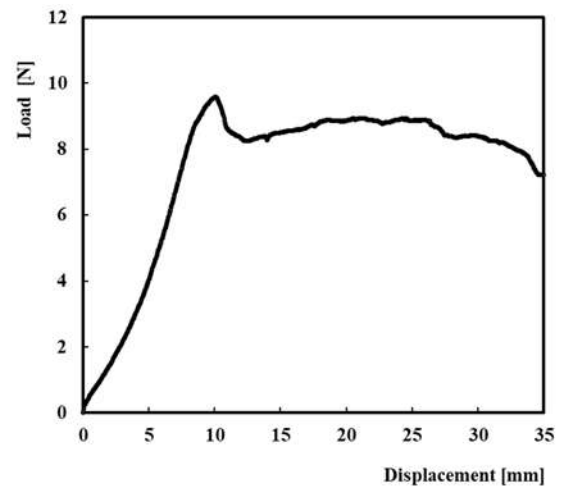


Figura 2a. Exemplary results for PP/MGF formulation: Load-displacement curve.

RESULTS AND DISCUSSION

Fig. 2a) shows an exemplary curve of load-displacement for the PP/MGF formulation, while Fig. 2b) shows the interlaminar fracture toughness (IFT), G_I , calculated using equations (1) and (2) and plotted against the crack length for the same material compositions. Figs. 3a) and b) show exemplary plots for the other composite architectures. The values of the IFT obtained using the two calculation methods are closed (CC and MCC methods), and as expected the IFT tends to a stabilized value for long crack size. Fig. 4 compares the results of G_I , plotted against the crack length for the three material compositions. A significant influence of fiber mat and matrix was observed. MGF fiber allows for higher IFT, indicating better interface adhesion than that of a BGF fiber.

The critical strain energy release rate, G_C was obtained considering the 5/M criterion using the point at which the compliance has increased by 5% and was summarized in Table 2. A significant influence of fiber mat and matrix was also observed. Notwithstanding, ABS matrix promotes higher G_C , leading to earlier catastrophic interface delamination corresponding to smaller crack length. Current preliminary work allows to indicate that biaxial glass fiber netting tends to give slightly higher G_C .

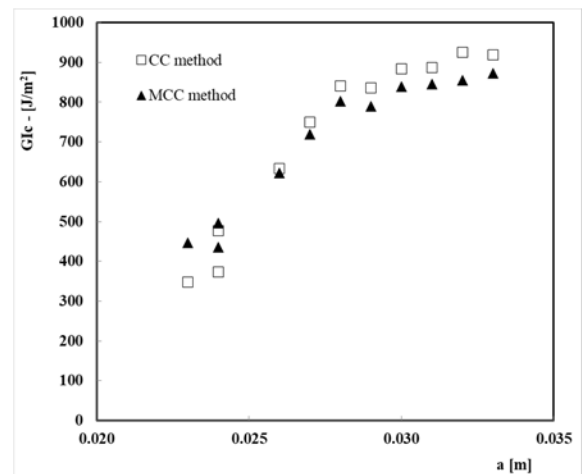


Figura 2b. Exemplary results for PP/MGF formulation: G_{Ic} against the crack length.

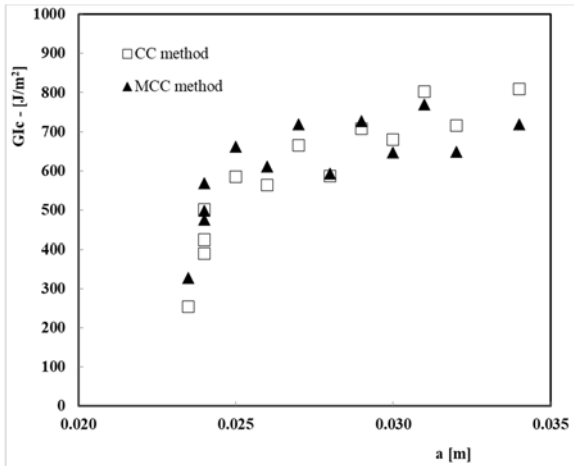


Figure 3a. Exemplary curves of G_{Ic} against the crack length for: PP/BGF samples.

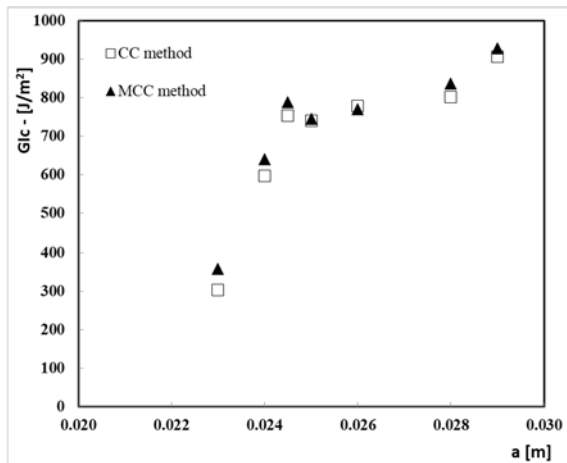


Figure 3b. Exemplary curves of G_{Ic} against the crack length for: ABS/MGF formulation.

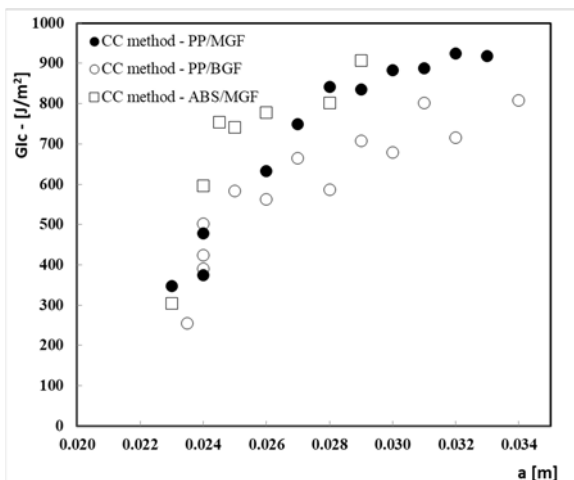


Figure 4. Comparison of G_{Ic} values for the different formulations.

CONCLUSIONS

This paper studied the interfacial fracture toughness (IFT) of a single piece made out of a glass fiber mat insert and polymer (Polypropylene and ABS thermoplastics) injected overmolding in both sides. The following conclusions can be drawn:

- The values of the IFT were calculated by CC and MCC methods, which present closed values;
- Fiber mat and matrix have significant influence on IFT;
- ABS matrix promotes higher G_c , but leads to earlier catastrophic interface delamination corresponding to smaller crack length;
- The current work indicates that biaxial glass fiber netting tends to give slightly higher G_c than multiaxial glass fiber mesh; however, as high dispersion of the results was noted, it is recommended that new tests are carried out to confirm this statement.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to acknowledge GECO-Moldes, Leiria, Portugal, for supplying the samples for the current research, which is sponsored by FEDER funds through the program COMPETE – Programa Operacional Factores de Competitividade – and by national funds through FCT – Fundação para a Ciência e a Tecnologia –, under the project UID/EMS/00285/2020.

REFERENCES

- [1] Arzondo, L.M., et al., 2004, Sequential injection overmolding of an elastomeric ethylene-octene copolymer on a polypropylene homopolymer core, *Polymer Engineering & Science*, 44, 2110-2116 (doi: 10.1002/pen.20216).
- [2] Aurrekoetxea, J., et al., 2006, Failure of multimaterial fusion bonding interface generated during over-injection molding/thermoforming hybrid process, *Journal of applied polymer science* 102, 261-265 (doi: 10.1002/app.23696).
- [3] Carella, A.R., Alonso, C., Merino, J.C., Pastor, J.M., 2002, Sequential injection of thermo-plastic polymers. Analysis of processing parameters for optimal bonding conditions, *Polym Eng Sci* 42, 2172-2181. (doi: 10.1002/pen.11107).
- [4] Dondero, M., Pastor, J.M., Carella, J.M., Perez, C.J., 2009, Adhesion control for injection overmolding of polypropylene with elastomeric

ethylene copolymers, *Polym Eng Sci* 49 (1), 886–93. (doi: 10.1002/pen.21415).

- [5] Harte, A.M. and J.F. Mc Namara, 2007, Overinjection of thermoplastic composites: I. Processing and testing of components, *Journal of Materials Processing Technology*, 182, 12-20 (doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.06.016>).
- [6] Huang, D.Y. and R.S. Chen, 1999, Bonding strength at solid-melt interface for polystyrene in a sequential two-staged injection molding process, *Polymer Engineering & Science*, 39, 2159-2171 (doi: 10.1002/pen.11605).
- [7] Jiang, G., et al., 2009, Reinforcement of solid-melt interfaces for semicrystalline polymers in a sequential two-staged injection molding process. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 47, 1112-1124 (doi: 10.1002/polb.21719).
- [8] Nguyen, S., Perez, C.J., Desimone, M., Pastor, J.M., Tomba, J.P., Carella J.M., 2013, Overmolding of elastomeric propylene copolymers on polypropylene. Effects of block and random microstructures, *International Journal of Adhesion & Adhesives* 44, 44–55.
- [9] Rosselli, F., Santare M.H., 1997, Comparison of the short beam shear (SBS) and interlaminar shear device (ISD) tests, *Compos Pt A: Appl Sci Manuf*, 28 (6) 587–594.
- [10] Schellekens, M., Twene, D., vander Waals, A., 2011, Block copolymers for waterborne coatings— a novel eco-friendly approach for improved coating adhesion to untreated polypropylene based plastics, *Prog Org Coat* 72, 138–143.
- [11] Zhang S., 2000, A simple approach to the evaluation of fiber/matrix interfacial shear strength and fracture toughness, *Compos Sci Technol*, 60, 145–158.

MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE BEHAVIOUR OF BIOLAMINATED COMPOSITES

V. Renteria¹, R. Pérez-Mora², M. Torres², E. A. Franco-Urquiza^{2*}

¹ Center for Engineering and Industrial Development (CIDESI), Av. Playa Pie de Cuesta, 702, 76125, Mexico.

² CONACYT-CIDESI, National Center for Aeronautics Technologies, Carretera Estatal 200, km 23. 76269, Mexico

* Persona de contacto: edgar.franco@cidesi.edu.mx

RESUMEN

Las fibras naturales son un recurso renovable de bajo costo, tienen una baja densidad, no son tóxicas ni tienen efectos abrasivos como las fibras de vidrio, y son totalmente biodegradables. Además, el uso de nanopartículas como refuerzo, permite aumentar las propiedades mecánicas y térmicas, así como mejorar la capacidad conductora de estos materiales. En este trabajo se evalúan las propiedades mecánicas de los biolaminados compuestos de fibra natural Ixtle (*Agave vivipara*) incrustada en una resina bioepoxi con un 45% de componente natural y con nanopartículas de ZnO a diferentes porcentajes en peso. Las propiedades mecánicas muestran un aumento en la rigidez y resistencia con la presencia de nanopartículas de ZnO. El comportamiento de fractura en el modo I registró una ligera disminución en la tenacidad, a medida que aumenta la fracción de ZnO, promovida por la inhibición de la adherencia interlaminar de las capas.

PALABRAS CLAVE: Biolaminados; Bioepoxi; Ixtle Óxido de zinc; Refuerzo de partículas; Tenacidad a la fractura

ABSTRACT

Natural fibers are a low-cost renewable resource, have a low density, are neither toxic, nor have abrasive effects such as glass fibers, and are totally biodegradable. In addition, the use of nanoparticles as reinforcement, allows to increase the mechanical and thermal properties, as well as to improve the conductive capacity of these materials. In this work the mechanical properties of biolaminates composed of Ixtle (*Agave vivipara*) natural fiber embedded in a bioepoxy resin with 45% natural component and with ZnO nanoparticles at different percentages by weight are evaluated. The mechanical properties show an increase in stiffness and strength with the presence of ZnO nanoparticles. The fracture behavior in mode I registered a slight decrease in toughness, as ZnO fraction rises, promoted by the inhibition of interlaminar adherence of the plies.

KEYWORDS: Biolaminates; Bioepoxy; Ixtle; Zinc Oxide; Particles reinforcement; Fracture Toughness

INTRODUCTION

Laminates are composite materials of thermoset matrix reinforced with long fibers. For decades, fiberglass laminates (GFRP) provide dimensional stability, low density, chemical stability, corrosion resistance and long service life. Despite the structural advantages of GFRP, there are relevant disadvantages such as the difficulty of finding solutions to relevant issues such as recycling. As examples, Aono et al. [1] and Meira-Castro et al. [2] have proposed different approaches to combine recycled GFRP materials in order to obtain comparable properties of pristine composites.

An alternative to solve this serious problem is the development of biolaminates, which are composites with natural fibers and biopolymer resins. Biolaminates are currently emerging because of the growing need of more environment friendly composites, maintaining properties like light weight, but gaining in biodegradability and renewability. Biolaminates can reduce pollution due to their ease of manufacturing and can improve the product

end-of-life (EoL) because their smooth carbon footprint [3-5].

Natural fibers are a low-cost renewable resource, have a low density, are neither toxic, nor have abrasive effects such as glass fibers and are totally biodegradable. As examples on the development of natural fiber reinforced plastics, we can cite early works such as: i) Cerqueira et al. [4] who worked with Polypropylene (PP) reinforced sugarcane bagasse composites, ii) Goulart et al. [5] who studied mechanical properties of PP reinforced with palm fibers, and more recently: iii) Parbin et al. [6] with an extensive review of mechanical properties of natural fiber reinforced epoxy composites and iv) Gheith et al. [7] who studied thermal and flexural properties of date palm fibers composites.

Among natural fibers, plant fibers are one of the most abundant natural sources of reinforcement. For centuries, cultures have based their technological development on the use of natural fiber applications. As an example, navy had a strong support by using ropes and seals made of

natural fibers. The use of natural fibers has been mostly endemic, where habitants of certain regions take advantage of the endemic plants. Cotton has its origins in North America and Asia, before its expansion worldwide. Jute is commonly used in Bangladesh and India, and more recently, Kenaf has emerged as fiber reinforcement in southern Asia.

In the particular case of Mexico, agave plants (*Asparagaceae/Agavaceae*) have been used in textiles, because of their stiffness and simplicity to knit. Two main agave species can be found in Mexico: i) Ixtle (*Agave vivipara*), and ii) Henequen (*Agave fourcroydes*). These plants have been widely used since Mexican ancient civilizations, and here now, their use as a reinforcement for plastics in automotive, navy and even aeronautics have gained attention.

Biopolymer resins are thermoset resins, with more than 30% wt of their compounds, obtained from biodiesel or biofuels. In the last decade, researchers have developed resins from different natural sources. Kuo et al. [8] synthesized bio-epoxy resins from pine bark, evaluating different catalyst amounts and temperatures to determine the optimal parameters. More recently, Cicala et al. [9] formulated bioepoxy based monomers with a cure inhibitor and a cleavable amine to obtain a recyclable epoxy system suitable for resin infusion.

The present work evaluates the thermal, mechanical and fracture properties of biolaminates with Ixtle fibers as reinforcement and bioepoxy resin as matrix. This research aims to promote the use of natural fibers as potential composite materials for non-structural components in automotive, construction and commodities industries.

MATERIALS AND METHODS

Materials

Ixtle natural fibers were employed for this study with a plain weave configuration. Epoxydized Vegetable Oil (EVO) bioepoxy resin by Sicomin Epoxy Systems®, with a mix bio-based carbon content of 45% in weight, was used as matrix.

ZnO nanoparticles were synthesized by coprecipitation method using zinc acetate ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 99.4% from J. T. Baker®), sodium hydroxide (NaOH > 97.0% from MEYER Reactives®), distilled water and ethanol at 70%. Three weight percentages, 1, 2 and 3% wt, identified as ZnO1, ZnO2 and ZnO3 respectively, were downselected as particle reinforcement for the bioresin.

Synthesis, characterization and incorporation of ZnO nanoparticles

A solution of 0.2 M $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 250 ml ethanol was prepared and stirred vigorously at 70°C for 30 min in a refluxing system. In addition, 0.5 M NaOH

solution was prepared in 250 ml ethanol (70% purity) and added to zinc acetate solution drop by drop in continuous stirring. Then, the mixture was heated at 75°C for 2 h. The precipitate obtained was sonicated for 10 min, after that, nanoparticles were dried at 110°C for 24 h.

The chemical and structural characterization of ZnO nanoparticles were carried out using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Scanning Electron Microscopy (FESEM).

Nano-reinforced polymers developed in this work involves the dispersion of nanostructured ZnO in amounts of 1, 2 and 3 % wt. of the infusion resin. Nanofillers were dispersed in 3-Animomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamine by using QSonica® Q700 equipment for ultrasonic processing at room temperature with 50% amplitude for 5 min. Then, the dispersed solution was added to EVO resin and hand mixed.

Manufacturing of biolaminate composites

Biolaminates were manufactured by Vacuum Assisted Resin Infusion (VARI). The vacuum pressure is fixed in -20 mmHg. The polymerization reaction last 24 h at 25 °C. Biolaminates have two layers, with a [0/90]₂ stacking and 30 cm x 30 cm x 0.25 cm as laminate nominal dimensions. On the top of substrate, peel ply and distribution mesh were placed over fiber and the entire configuration were covered by vacuum bag and carried out using sealant tape. After air evacuation, nanofiller reinforced resin was infused at room temperature. The resin inlet and outlet positions were at the edges of the biolaminates respectively. Fig. 1 shows the schematics of VARI process for the biolaminates.

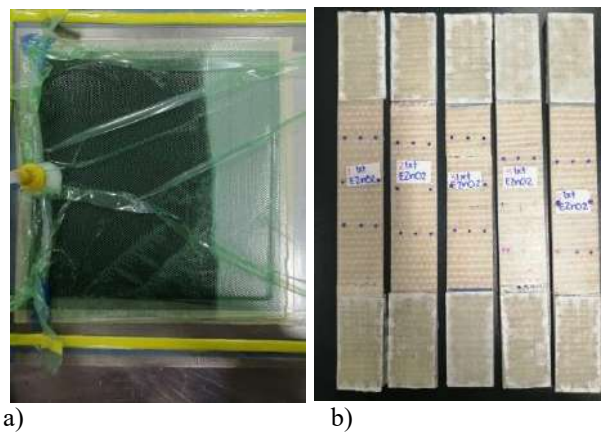


Figure 1. a) VARI process, b) Ixtle-EVO-ZnO coupons.

Dynamic Mechanical Analysis

Dynamic mechanical analyzer 800 from PerkinElmer®, was employed to conduct measurements with a loading frequency of 1Hz from 20 to 120 °C and a heating speed of 5 °C/min. Storage modulus (E'), damping factor ($\tan \delta$) and Loss modulus (E'') curves were assessed to evaluate the effect of the additional nanoparticles as well as the variation of their concentration on the mechanical behavior of biolaminates.

Tensile test

Tensile tests were performed following ASTM D3039-3039M standard, in order to determine the tensile properties of each biolaminate. The nominal dimensions of the tensile coupons were 250 x 25 x 2.5 mm, with a gage length of 150 mm. Mechanical tests were carried out in an Instron® 647 universal testing machine with a loading capacity of 100 kN. Testing was performed under displacement control at a crosshead speed of 0.5"/min (1.27 mm/min). The load displacement-curve was recorded until failure of the coupons (3 repeats of each biolaminate configuration). Videoextensometer BESMAK Manta-AVX® with a 25 mm lens, was employed to record elongation and strain for each test by a non-contact technique.

Mode I interlaminar fracture toughness test

Double Cantilever Beam tests were carried out following ASTM D5528 standard, to estimate mode I fracture toughness of biolaminates. All DCB coupons had 100 × 20 × 2.5 mm as nominal dimensions. A nylon foil with a thickness of 0.02 mm was positioned in the mid-thickness representing a pre-crack with an initial length of 25 mm. DCB tests were carried out in the universal testing machine cited above. Testing was performed under displacement control at a crosshead speed of 2 mm/min until the fracture of one of the beams or until the crack path detours the middle plane of the laminate. Coupons were connected to the testing machine by piano hinges. Crack growth was observed with the aid of a 20X magnifying lens. To ease the detection of the crack tip at any given time, coupons were painted with white color on the thickness of the laminate and marking the crack extension with a fine ball-pointed highlighter.

The modified beam theory (MBT) method was employed method to calculate the critical energy release rate (GIC). The Mode I fracture toughness, considering a uniform delamination front, is described in Equation 1 as follows:

$$G_{IC} = \frac{P\delta}{2ba} \quad (1)$$

where P is the load, δ is the load point displacement, b is the specimen width, and a is the delamination length.

Fig. 2, shows the mechanical setup for Ixtle based biolaminates.

RESULTS AND DISCUSSION

Characterization of ZnO nanoparticles

FTIR technique is used to find out information about chemical bonding in nanoparticles surface and its elemental constituents, further it is helpful to complement information obtained from other techniques such as FESEM. Zinc oxide nanoparticles FTIR spectra is shown in Fig. 3, where a strong absorption band is observed at 450 cm-1 which is consistent with Kolodziejczak et al. [10].

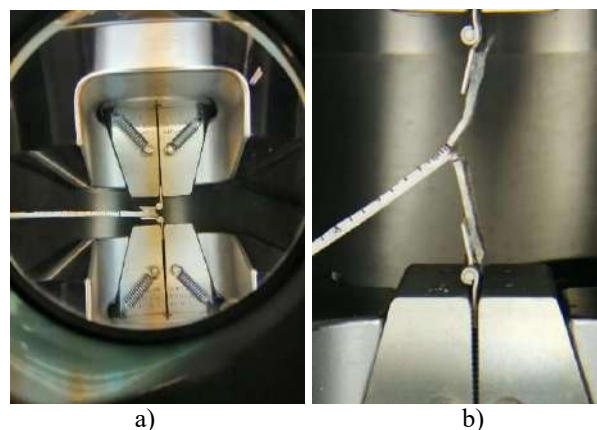


Figure 2. a) DCB test for interlaminar fracture toughness, b) failed coupon by beam's collapsing.

The 900 cm-1 band is assigned to Zn–OH vibration and some acetate bands and secondary elements are revealed in spectra due to residuals of the reaction such as 1735 cm-1 (C=O), 1430 cm-1 (C–H), 650 cm-1 (HCO3), among others. On another hand, this technique was useful to prove substitution reaction between Zn(CH3COO)2 2H2O and NaOH according to equation 2, reported by Ha et al. [11] and Osman and Mustafa [12]:

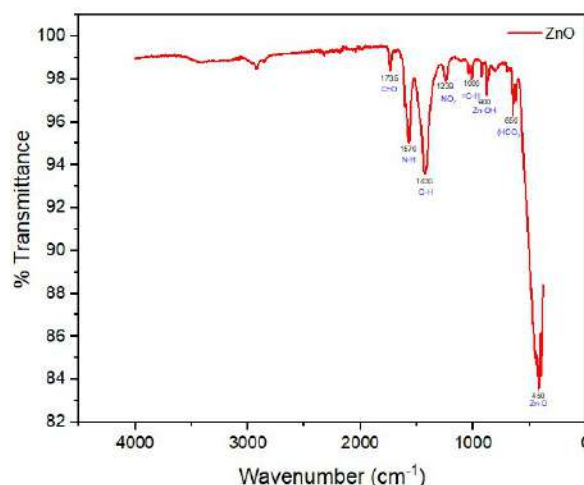
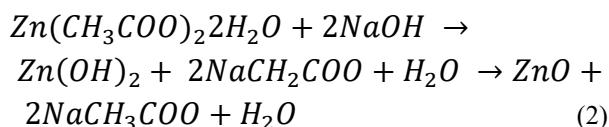


Figure 3. FTIR spectra of synthesized ZnO nanoparticles

FESEM studies were used to examine ZnO nano powder, (Fig. 4) where some areas show nanoparticles agglomeration. ZnO particle size is between 50 - 100 nm with hexagonal morphology, typical of wurzite.

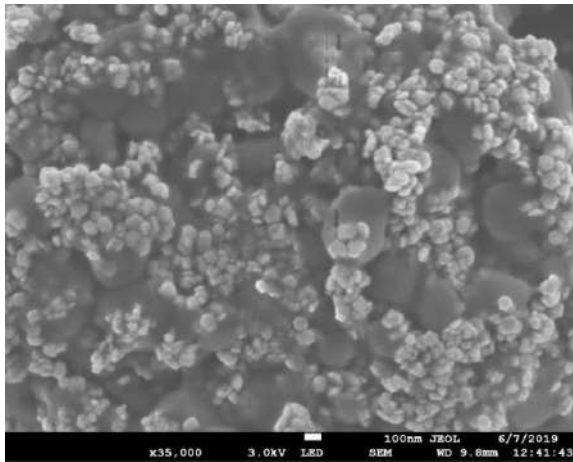


Figure 4. ZnO nanoparticles agglomeration observed by FESEM.

Dynamic Mechanical Analysis

Storage modulus, E' , damping factor, $\tan \delta$, and loss modulus, E'' , were estimated to describe the thermomechanical behavior of biolaminates, as shown in Fig 5.

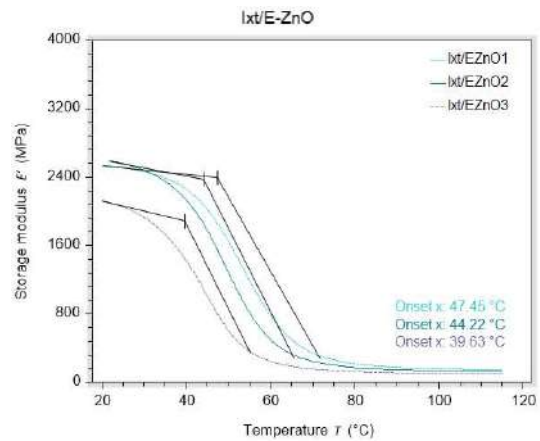
It is seen that $E'(T)$, decrease gradually with the increase of temperature (see Fig. 5a). The storage modulus at RT is 2600 MPa for 1% and 2% ZnO wt and 2200 MPa for 3 % ZnO wt. It can be assumed that storage moduli of Ixtle biolaminates decrease with increasing the fraction of ZnO. $E'(T)$ of Ixtle biolaminates drops smoothly from 45 °C and approaches to zero at 80 °C. The onset temperature fluctuates from 47 °C to 39 °C; as weight percentage of ZnO increases, the onset temperature decreases.

$\tan \delta$ have one peak point, which increases as ZnO fraction increases (see Fig. 5b). The peak points are at 52 °C, 60°C and 70 °C for 1%, 2% and 3% wt., respectively (see Fig 5b). Finally, for the loss modulus, E'' , the maximum values were located at approximately between 45 °C and 55 °C. Like $\tan \delta$, $E''(T)$ increases as ZnO fraction increases [23-25].

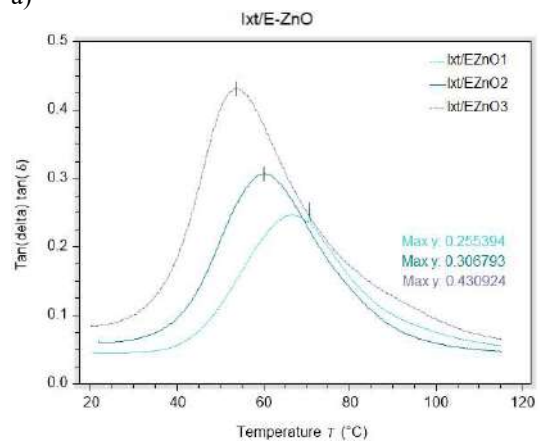
Tensile properties

Fig. 6 shows the average stress-strain curve for each biolaminate with different ZnO weight percentage. For all specimens, two regions were perfectly identified. First region comprises an elastic linear behavior, from the beginning of the test until reaching 2500 microstrains. Hereafter, the second region shows a non-linear behavior, due to the typical sticking-slipping mechanism of woven laminates. In this second region, a progressive elasto-plastic behavior is exhibited, prior to sudden failure.

Compared with Ixtle-epoxy reference, all Ixtle-EVO-ZnO composites show an increment on maximum load, elastic modulus and ultimate tensile strength (see Fig.7).



a)



b)

Figure 5. a) Storage modulus (E'), b) damping factor ($\tan \delta$) for Ixtle biolaminates for each ZnO weight percentages.

With the observed behavior, we speculate that ZnO increase the stiffness by favoring the crosslinking between epoxy chains, also, by increasing the in-plane shear strength. For a thermoset plastic, the more numerous the crosslinking are, the higher stiffness is obtained as reported by Gu et al. [14] and Mittal et al. [15]. Therefore, the addition of foreign particles in the epoxy network prohibits microcrack growth and contributes to a diminution of the sticking-slipping failure mechanism.

Mode I interlaminar fracture toughness test

The force-displacement curves for each biolaminate with different ZnO weight percentage are compared. For all coupons, the slope of the force-displacement curve is linear till the maximum force was reached. Maximum peak load decreases as ZnO weight percentage increases (see Fig. 8). For the Ixtle biolaminates, the maximum peak load is 18 N, 11 N and 13 N for 1%, 2% and 3% ZnO wt respectively. Ixtle composites average peak load is five times lower than carbon-epoxy plain weave composites (85 N) reported by Torres et al. [16]. After the first delamination has grown, the average subsequent loading-unloading steps are fuzzy.

The average subsequent loading–unloading steps are between 3 and 10 N, before failure by beam’s collapsing.

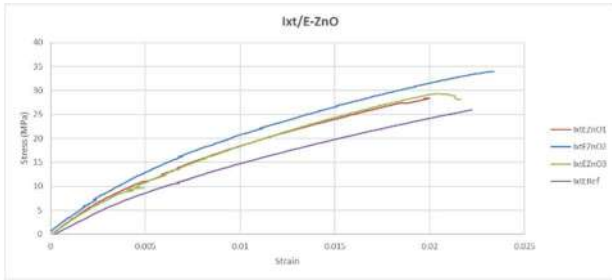


Figure 6. Average tensile load-displacement curves for Ixtle biolaminates with different ZnO weight percentages.

For the Ixtle biolaminates, by means of the modified beam theory, GIC depends inversely of ZnO weight fraction. Average GIC is $0.77 \pm 0.23 \text{ Nmm/mm}^2$, $0.56 \pm 0.09 \text{ Nmm/mm}^2$ and $0.80 \pm 0.23 \text{ Nmm/mm}^2$ for 1%, 2% and 3% ZnO wt. respectively (see Fig. 9). Woven composites have significantly greater scatter, compared to unidirectional composites, associated with varying toughness because the interaction of crack with interlaminar resin pockets as the delamination grows. Nonetheless, the GI average values, as delamination extends, the fracture toughness is in the same order of magnitude, before beam’s collapsing.

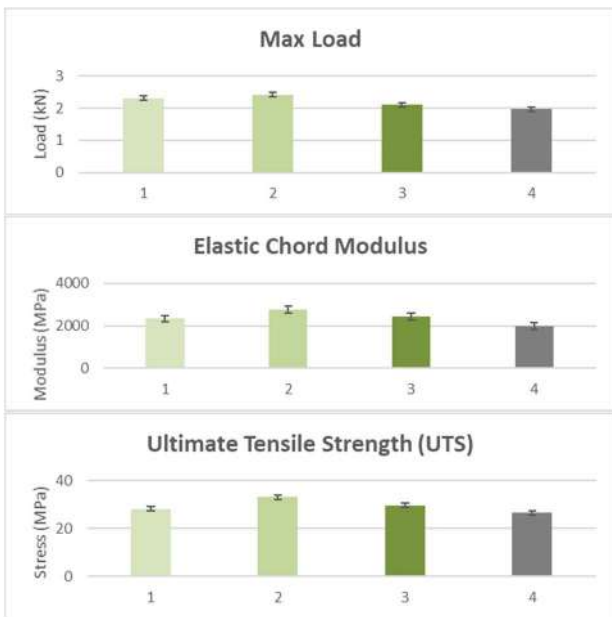


Figure 7. Mechanical properties of Ixtle biolaminates with different ZnO weight percentages. (1, 2 and 3 are for ZnO % wt., 4 is for reference)

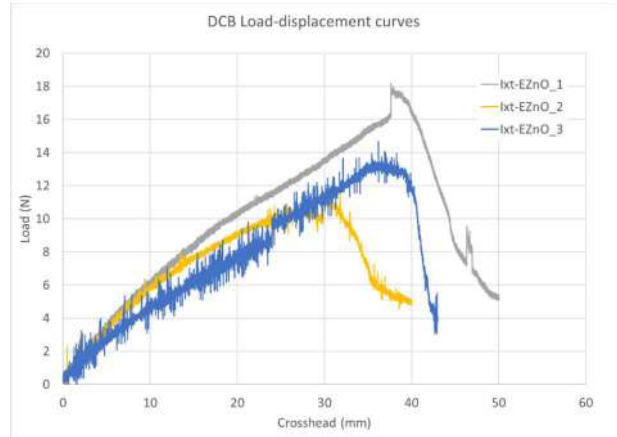


Figure 8. Average load-displacement curves using DCB for Ixtle biolaminates with different ZnO weight percentages.

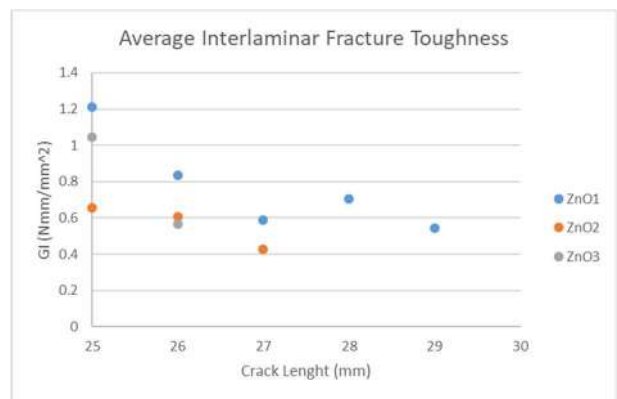


Figure 9. Average Mode I interlaminar fracture toughness (GIC) for Ixtle biolaminates with different ZnO weight percentages.

CONCLUSIONS

Biolaminates composed of Ixtle natural fiber embedded in a bioepoxy resin with 45% natural component and with ZnO nanoparticles at different percentages by weight are evaluated.

ZnO nanoparticles were obtained by coprecipitation method using zinc acetate, with a hexagonal morphology and a particle size between 50 and 100 nm.

From DMA tests, storage moduli, $E'(T)$, of Ixtle biolaminates decrease with increasing the fraction of ZnO. $\tan \delta$ and $E''(T)$ increases as ZnO fraction increases.

Compared with Ixtle-epoxy reference, all Ixtle-EVO-ZnO composites show an increment of at least 10% on maximum load, elastic modulus and ultimate tensile strength. There is not clear evidence of dependence between mechanical properties and ZnO weight ratio.

From the DCB tests, maximum peak load decreases as ZnO weight percentage increases. After the first delamination has grown, subsequent loading–unloading steps are fuzzy, before failure by beam’s collapsing.

With these results, biolaminates with Ixtle, bioepoxy resin and ZnO nanoparticles show promising features to be applied in automotive and construction industries.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was funded by the Secretary of Public Education and CONACYT through the Basic Science Fund (SEP-CONACYT Ciencia Básica), grant number 257458.

V. Renteria thanks CONACYT for the scholarship to pursue her master's degree.

Edgar A. Franco-Urquiza, Mauricio Torres and Ruben Perez convey their special appreciation to the "CONACYT Researchers Program (Cátedras CONACYT)".

Manufacturing procedure was inspected by M. Sc. Víctor Gómez. Mechanical tests were performed by Eng. Ricardo Lozada.

REFERENCIAS

- [1] Aono Y, Murae S, Kubo T. Static Mechanical Properties of GFRP Laminates with Waste GFRP Interleaf. *Procedia Engineering* 2011;10:2080–5.
- [2] Meira Castro AC, Carvalho JP, Ribeiro MCS, Meixedo JP, Silva FJG, Fiúza A, et al. An integrated recycling approach for GFRP pultrusion wastes: recycling and reuse assessment into new composite materials using Fuzzy Boolean Nets. *Journal of Cleaner Production* 2014;66:420–30.
- [3] Thyavihalli Girijappa YG, Mavinkere Rangappa S, Parameswaranpillai J, Siengchin S. Natural Fibers as Sustainable and Renewable Resource for Development of Eco-Friendly Composites: A Comprehensive Review. *Frontiers in Materials* 2019;6:226.
<https://doi.org/10.3389/fmats.2019.00226>.
- [4] Cerqueira EF, Baptista CARP, Mulinari DR. Mechanical behaviour of polypropylene reinforced sugarcane bagasse fibers composites. *Procedia Engineering* 2011;10:2046–51.
- [5] Goulart SAS, Oliveira TA, Teixeira A, Miléo PC, Mulinari DR. Mechanical Behaviour of Polypropylene Reinforced Palm Fibers Composites. *Procedia Engineering* 2011;10:2034–9.
- [6] Parbin S, Waghmare NK, Singh SK, Khan S. Mechanical properties of natural fiber reinforced epoxy composites: A review. *Procedia Computer Science* 2019;152:375–9.
- [7] Gheith H, Aziz M, Ghori S, Saba N, Asim M, Jawaid M, et al. Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy composites. *Journal of Materials Research and Technology* 2018;8.
- [8] Kuo P-Y, Sain M, Yan N. Synthesis and Characterization of an Extractive-based Bio-Epoxy Resin from Beetle Infested *Pinus contorta* Bark. *Green Chemistry* 2014;16.
- [9] Cicala G, Pergolizzi E, Piscopo F, Carbone D, Recca G. Hybrid composites manufactured by resin infusion with a fully recyclable bioepoxy resin. *Composites Part B: Engineering* 2018;132:69–76.
- [10] Kolodziejczak-Radzimska A, Markiewicz E, Jesionowski T. Structural Characterisation of ZnO Particles Obtained by the Emulsion Precipitation Method. *Journal of Nanomaterials* 2012;2012.
- [11] Ha TT, Canh TD, Tuyen NV. A Quick Process for Synthesis of ZnO Nanoparticles with the Aid of Microwave Irradiation. *ISRN Nanotechnology* 2013;2013:497873.
- [12] Osman D, Mustafa M. Synthesis and Characterization of Zinc Oxide Nanoparticles using Zinc Acetate Dihydrate and Sodium Hydroxide. *Journal of Nanoscience and Nanoengineering* 2015;1:248–51.
- [13] Sperandio C, Laachachi A, Ruch D, Poilâne C, Bourson P, Salvestrini JP, et al. Use of functionalized nanosilica to improve thermo-mechanical properties of epoxy adhesive joint bonding aluminium substrates. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 2010;10:2844–9.
- [14] Gu J, Yang X, Lv Z, Li N, Liang C, Zhang Q. Functionalized graphite nanoplatelets/epoxy resin nanocomposites with high thermal conductivity. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 2016;92:15–22.
- [15] Mittal G, Rhee KY, Mišković-Stanković V, Hui D. Reinforcements in multi-scale polymer composites: Processing, properties, and applications. *Composites Part B: Engineering* 2018;138:122–39.
- [16] Torres M, Tellez R, Hernández H, Camps T. Mode I interlaminar fracture toughness of carbon-epoxy coupons with embedded ceramic sensors. *Advances in Polymer Technology* 2017;37.

IMPACT BEHAVIOR OF PLA/PCL BIOBLEND S

N.León¹, T. Abt¹, M. Hórtos², S. Espino², O.O. Santana¹, M.Ll. MasPOCH^{1,*}

¹ Centre Català del Plàstic (CCP), Departament de Ciència i Enginyeria de Materials, Universitat Politècnica de Catalunya, BARCELONATECH, Avda. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, Spain.

² Ercros S.A., Av. Diagonal 595, 08014 Barcelona, España.

* Persona de contacto: maria.lluisa.masPOCH@upc.edu

RESUMEN

Se ha evaluado el efecto de la adición de policaprolactona (PCL) sobre el comportamiento a impacto del ácido poliláctico (PLA). Las bio-mezclas (con y sin compatibilizante) fueron preparadas en una planta piloto (extrusión doble-husillo, 5 kg/h) en diferentes proporciones. Los ensayos fueron realizados mediante impacto por caída de dardo instrumentado a temperatura ambiente sobre placas obtenidas por moldeo por compresión (100x100x1 mm³). Este método ha servido como técnica de control de calidad y ha permitido optimizar las condiciones de proceso a escala pre-industrial así como la proporción de los diferentes componentes de la mezcla. Los resultados ponen de manifiesto que la eficiencia del compatibilizante no solo viene dictada por su proporción en la mezcla sino también por la homogeneidad y uniformidad de la morfología de mezcla obtenida.

PALABRAS CLAVE: Bio-mezclas, PLA, PCL, Impacto instrumentado, Morfología

ABSTRACT

The effect of adding polycaprolactone (PCL) on the impact behavior of poly(lactic acid) (PLA) has been evaluated. Bioblends (with and without compatibilizer) were prepared in a pilot plant (twin screw extrusion, 5kg/h) in different compositions. Impact testing was carried out using instrumented falling weight impacts at room temperature on plates obtained by compression moulding (100x100x1 mm³). This method has served as a quality control technique and has allowed optimizing the processing conditions at a pre-industrial scale, as well as the composition of the different blends. The results revealed that the compatibilizer efficiency is not only governed by its weight fraction in the blend but also by the homogeneity and uniformity of the obtained blend morphology.

KEYWORDS: Bioblends, PLA, PCL, Instrumented impact, Morphology

1. INTRODUCTION

Regarding bio-based polymeric materials, poly(lactic acid) (PLA) has been viewed as a promising material to replace conventional polymers. Nevertheless, the use of PLA in some specific applications is still complicated, mainly due to its brittleness due to its high physical aging rate at room temperature [1]. Consequently, in the last decade a particular interest has been observed in many laboratories around the world both in academia and industry in order to solve these limitations. Among the ways used to solve those limitations is of particular interest the blending with other thermoplastics for developing bio-based formulations with tailored performances. This is a relatively quick and inexpensive way to adapt the properties which could play a crucial role in increasing the competitiveness of PLA [2].

Blends based on PLA using poly(ϵ -caprolactone) (PCL)

as minority phase are of great interest because of their wide variety of physical properties and bio-based nature. In these blends, at room temperature the glassy PLA shows excellent tensile strength, while the rubbery PCL would bring toughness to the blend [3]. However, due to the lack of miscibility between PLA and PCL, a phase separated morphology is generated with low interfacial adhesion which tends to degrade their mechanical properties [4].

Therefore, the addition of a compatibilizer is required to ensure the transmission of tensions between the phases when the system is subjected to a mechanical loading. For these blends, different strategies of compatibilization can be identified: reactive and non-reactive. In the case of non-reactive methods copolymers such as block copolymers are added to the blend. In contrast, in the reactive compatibilization the block copolymers form in situ during blending thanks to the addition of a polymer

with reactive groups or an additional reagent. In both cases, one type of constitutive blocks of the copolymer is miscible with one blend component while the other block of the copolymer is miscible with the second component [5].

This work summarizes the results within a collaboration between the company Ercros S.A. and the technological center Centre Català del Plàstic (CCP). Ercros, producer of PLA compounds, set as the main objective to develop a bioblend (i.e. biodegradable) based on PLA with impact behavior similar to the one of polypropylene (PP). This communication presents the stages of the work from blend conception until formulation optimization.

With that aim in mind, bioblends with different compositions of PLA, PCL and a compatibilizer C were prepared. To find an optimal composition, instrumented falling weight impact tests were performed using the flexed plate test configuration. This configuration allows a multi-axial loading at high rate which is more representative of the real end-use conditions [6].

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE AND MATERIALS

2.1. Materials

The base materials used in this study were PLA (PLA ErcrosBio[®] LL712, Ercros S.A., Barcelona, Spain) as matrix of the blend and PCL (PCL CAPA[®] 6500, Ingevity, North Charleston, SC, USA) as a second phase. In addition, a suitable compatibilizer of both phases was used. Due to a confidentiality agreement between Ercros S.A. and the Centre Català del Plàstic no more details about materials can be provided.

2.2. Processing

Prior to processing, all materials were dried at 80 °C for 4h using a dehumidifier hopper (DSN506HE, Piovan S.p.A., Santa Maria di Sala, Italy) with a dew point of -40 °C. Processing was performed in three consecutive steps: (1) compatibilizer masterbatch preparation, (2) bioblend production, and (3) sample manufacturing (square plates).

The masterbatch was produced by compounding PLA and the compatibilizer at 20% w/w in a single-screw extruder with a screw diameter of 30 mm and L/D ratio of 25 (IQAP-LAP E30-25D, IQAP Masterbatch Group S. L., Les Masies de Roda, Spain). The screw speed and the barrel temperature profile were 60 rpm and 140-145-150-150 °C, respectively. Once the masterbatch was obtained, it was recrystallized for 1.5h at 90 °C.

Bioblend pellets of PLA/PCL with and without compatibilizer (i.e. masterbatch) were prepared by melt

mixing in a co-rotating twin-screw extruder with a screw diameter of 25 mm and L/D ratio of 36 (Collin Knetter 25x24D, Collin Lab & Pilot Solutions GmbH, Maitenbeth, Germany). The screw speed and the barrel temperature profile were 40 rpm and 50-160-165-170-175-180-180 °C, respectively. The composition and codification of the prepared bioblends are indicated in Table 1, respecting the confidentiality agreement between Ercros and CCP.

From the bioblend pellets previously obtained, square plates of 100 x 100 x 1 mm³ were manufactured by compression moulding in a hot plate press (IQAP LAP PL-15, IQAP Masterbatch Group S. L., Les Masies de Roda, Spain) using a moulding pressure and temperature of 4 MPa and 180 °C, respectively. The processing time was 3 minutes. After moulding the plates were cooled to room temperature at a cooling rate of around -50 °C in the cold stage of the press.

Table 1. Prepared materials and codification

Reference material	Composition	Thickness (mm)
PLA	100% PLA	1.08 ± 0.14
PP	100% PP	1.23 ± 0.04
3PCL-0C	PLA + 3x% PCL	1.04 ± 0.01
3PCL-3C	PLA + 3x% PCL + 3y% C	0.96 ± 0.02
2PCL-2C	PLA + 2x% PCL + 2y% C	0.93 ± 0.02
1PCL-1C	PLA + 1x% PCL + 1y% C	0.96 ± 0.02
3PCL-1C	PLA + 3x% PCL + 1y% C	0.98 ± 0.01
2PCL-1C	PLA + 2x% PCL + 1y% C	0.95 ± 0.04

2.3. Instrumented falling weight impact tests

Impact tests were carried out on fully clamped square plates employing an instrumented vertical drop weight testing machine (CEAST Dartvis, Instron, Norwood, MA, USA) at room temperature (23°C). A hemispherical striker of 3.243 kg with 12.7 mm in diameter was dropped from a fixed height (500 mm), preserving the quasistatic conditions required for the validity of parameter estimations, i. e. the impactor velocity at the end of the event (v_f) is not less than 90% of the initial one (v_0). Under these conditions, the curves of reaction force (F) vs. striker-test specimen contact time (t) were recorded [7].

The characteristic parameters of maximum registered force, or peak force, (F_p), energy consumed until this point (E_p), and total energy at the end of the impact event, (E_t), were determined. The energetic parameters were calculated applying the quasistatic model for this kind of loading. According to this model, as the striker mass (m), the striker velocity at the initiation of contact (v_0) and the registered $F(t)$ in every instant “i” of the contact striker-

test sample are known, the displacement (x) of the striker (which is assumed is the same as the sample), can be determined according the following expressions [8]:

$$F = ma = m \frac{dv}{dt} \quad (1)$$

$$F dt = m dv \quad (2)$$

then,

$$v = v_o - \frac{1}{m} \int F dt \quad (3)$$

$$v = \frac{dx}{dt} \quad (4)$$

$$x = \int v dt = v_o t - \frac{1}{m} \iint F dt^2 \quad (5)$$

The energy consumed as a function of time ($E(t)$) can be calculated if the kinetic energy of the striker is known at the contact initiation (E_0) and the kinetic energy at every instant "i":

$$E = \frac{1}{2} m v_o^2 - \frac{1}{2} m v^2 = v_o \int F dt - \frac{1}{2m} \left[\int F dt \right]^2 \quad (6)$$

Prior to testing, plates were stored during a week at room temperature in order to reach the thermodynamic equilibrium state of end use (physical aging). For each material studied, a total number of 5 samples were tested.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Effect of PCL addition on PLA

Figure 1a shows 3 typical $F(t)$ vs. t traces obtained during the impact tests for PLA, PP, and 3PCL-0C respectively, while in Table 2 the characteristic numerical parameters obtained are shown.

For PP a characteristic ductile behavior is observed. First, the force increased until a unique maximum where it began to decrease in a continuous way until a clear change in the decrease is observed. Inspection of the broken sample (Figure 1b) let infer the deformation events: At the maximum force registered (F_p) the striker began to plastically deform the surrounding ductile material, forming a cup into the square plate. As the striker advanced, this region began to neck until the tear and rupture of the sample occurred. This point was reached at about 7 ms (arrow in Figure 1a).

In the case of PLA, the $F(t)$ vs. t trace highlights a brittle behavior with multiple peaks related to unstable crack propagation. Here, the initial crack could be generated at

the region where instability of the $F(t)$ vs. t traces was observed and showed an unstable propagation at about 1 ms. The photograph in Figure 1b shows four cracks at about 90° departing from the center of the specimen where it was struck by the hemispherical tip. As can be seen in Table 2, the mean value of F_p for the PLA was approximately 85 N, much lower than that for PP. Mean E_p and E_t values are not reported because they could not be determined with sufficient precision due to the high instability and variability in the trace.

The addition of PCL to PLA caused an almost ten-fold increase of the maximum registered force. However, after the maximum force was reached an abrupt fall in load-carrying capacity was observed, indicating that an uncontrolled crack was propagating. As observed in Figure 1b, the bioblend accomplished a certain degree of plastic deformation but still retained its inherently brittle nature that led to breakage without significant tearing. The energy at the peak force values were close to those of PP, considering the dispersion of the mean.

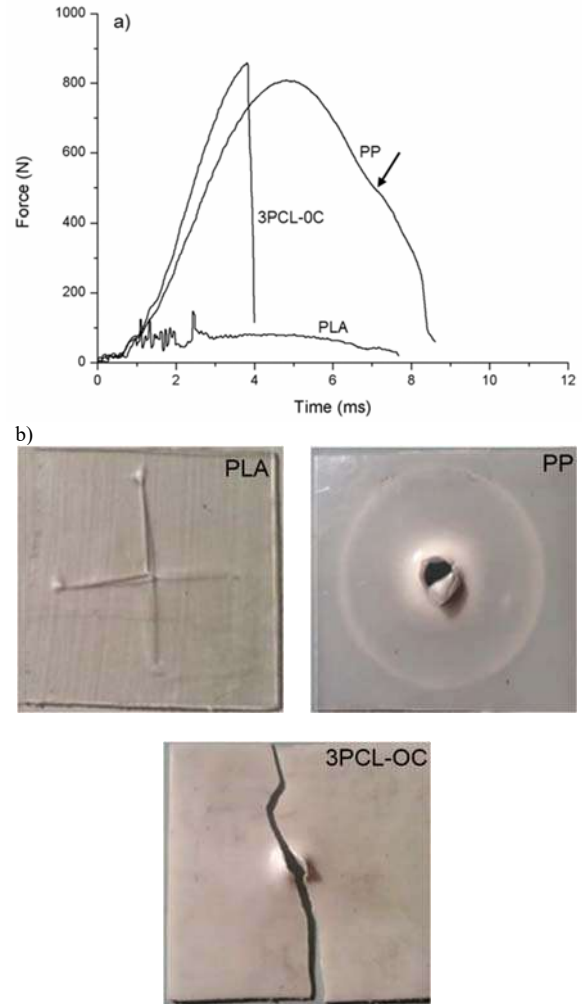


Figure 1. a) Representative force versus time curves recorded by instrumented falling weight impact tests for PLA, PP, and 3PCL-0C; b) Representative photographs of specimens after impact tests: PLA, PP, 3PCL-0C. Table 2. Characteristic mechanical parameters obtained

from the instrumented falling weight impact tests performed on the selected material shown in Figure 1.

Material	Peak Force (N)	Peak Energy (J)	Total Energy (J)
PLA	85.2 ± 14.0	–	–
PP	788.1 ± 27.1	5.5 ± 0.5	10.3 ± 0.9
3PCL-0C	838.1 ± 28.6	3.9 ± 0.4	3.9 ± 0.4

3.2. Effect of the compatibilizer

To improve the behavior of the 3PCL-0C bioblend, in a way that the occurrence of brittle fracture was diminished or even avoided, both PLA and PCL were compatibilized with different weight percentages of a product C whose details cannot be given.

Figure 2a shows a representative $F(t)$ vs. t curve of 3PCL-3C bioblend and the mean characteristic parameter values obtained as well as a picture of the broken specimen (Figure 2b).

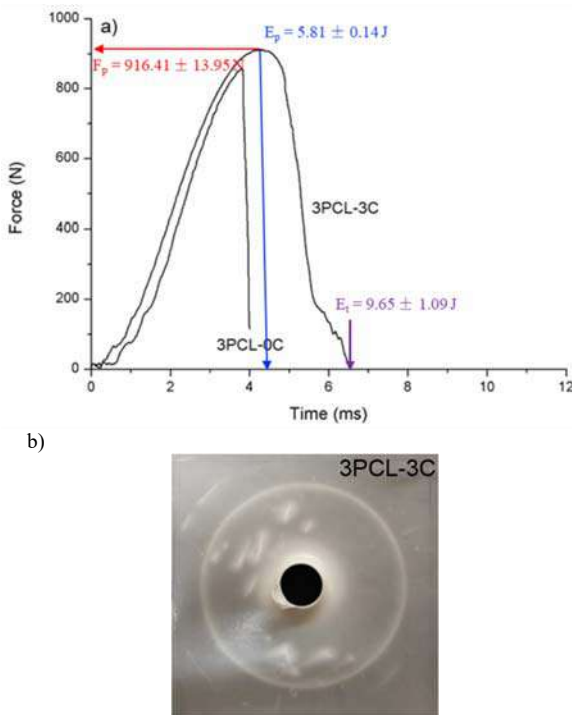


Figure 2. a) Representative force versus time curve recorded by instrumented falling weight impact tests for 3PCL-3C; b) Representative photograph of specimen after impact test.

For comparison purposes, the representative trace obtained for 3PCL-0C was also included in Figure 2a. It is apparent that the addition of the compatibilizer, in the relative proportion used, eliminated the brittle behavior as observed for 3PCL-0C. In this case, the broken surface

showed the necked cup similar to what was observed for PP (see Figures 1b and 2b). When 3PCL-3C characteristic parameter values are compared to those obtained for PP (Table 2), it can be observed that both were quite similar.

3.3. Combined effect of PCL and compatibilizer content: Formulation optimization

It is of interest to optimize the cost of the blend. Increasing the PLA content in the bioblend would reduce the cost (since PLA is currently cheaper than PCL) and increase the bio-based content of the formulation, maintaining the biodegradability properties. For this reason, 2 additional bioblend compositions were prepared, changing the relative proportion between PLA and PCL and preserving the relative amount of compatibilizer with respect to PCL, the blends analyzed were those identified as: 1PCL-1C, 2PCL-2C and 3PCL-3C.

Figure 3a shows the representative impact $F(t)$ vs. t traces obtained. In addition, representative photographs of broken test specimens for each material are included (Figure 3b). In Table 3 the mean values of the characteristic parameters obtained are shown. In the case of bioblend 1PCL-1C, some specimens failed in a brittle manner (Figure 3b), but others failed in a ductile way. This caused a wide dispersion of impact test results, as can be seen in Table 3. This fact would indicate that the relative amount of PCL added to PLA is not enough to stabilize the crack propagation at high loading rates. Perhaps the size of the PCL phase and its distribution act as a stress concentrator, preventing local triaxiality relief. Therefore, the formulation was discarded because it could not guarantee a regular and repetitive behavior.

Both 2PCL-2C and 3PCL-3C bioblends showed a quite similar fracture behavior, namely a necked cup formation without crack outside the cup zone (see Figure 3b).

In the case of 2PCL-2C, the $F(t)$ vs. t traces revealed a greater extent of cup elongation until the crack initiated and propagated. This situation could indicate that with this proportion of PCL the minimum required condition about size and distribution of PCL phase was reached to act as an effective local triaxiality reliever. Yet, from an industrial point of view the 2PCL-2C formulation is more attractive.

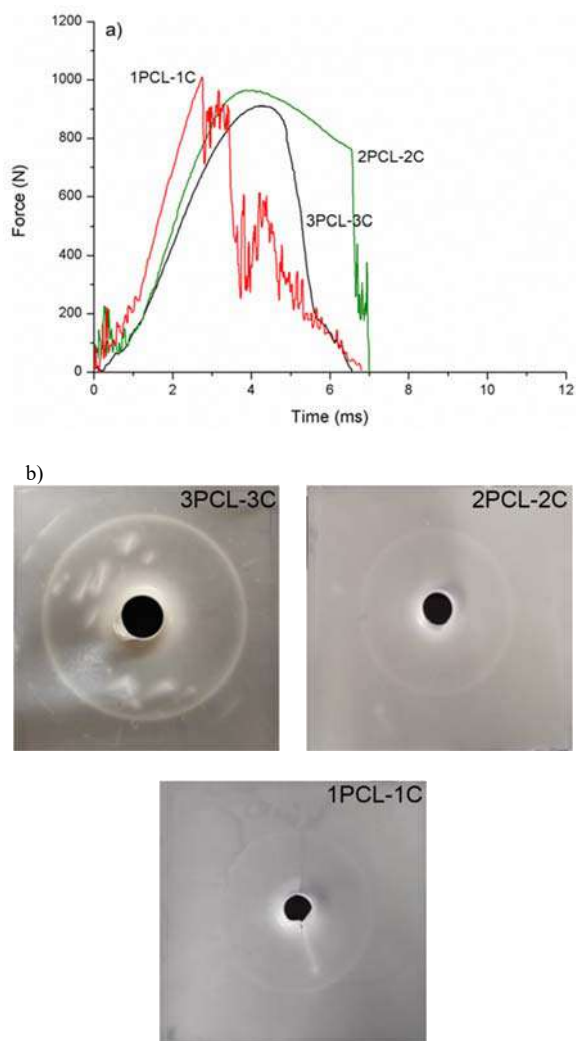


Figure 3. a) Representative force versus time curves recorded by instrumented falling weight impact tests for 3PCL-3C, 2PCL-2C, and 1PCL-1C; b) Representative photographs of specimens after impact tests: 3PCL-3C, 2PCL-2C, and 1PCL-1C.

Table 3. Characteristic mechanical parameters obtained from the instrumented falling weight impact tests performed on the selected material shown in Figure 3.

Bioblend	Peak force (N)	Peak energy (J)	Total energy (J)
3PCL-3C	916.4 ± 14.0	5.8 ± 0.1	9.7 ± 1.1
2PCL-2C	1025.0 ± 63.3	6.0 ± 0.5	11.2 ± 0.7
1PCL-1C	1096.9 ± 86.3	5.9 ± 2.0	11.0 ± 3.1

In an attempt to optimize the content of compatibilizer, its relative amount with respect to the PCL phase was reduced. For this purpose, the 3PCL-1C and 2PCL-1C bioblends were prepared and compared to bioblends 3PCL-3C and 2PCL-2C. Figure 4a shows a representative $F(t)$ vs. t trace for each new blend composition. In the same figure photographs of tested

specimens are included (Figure 4b). Also, Table 4 shows the mean values of the characteristic parameters for each blend extracted from the $F(t)$ vs. t traces.

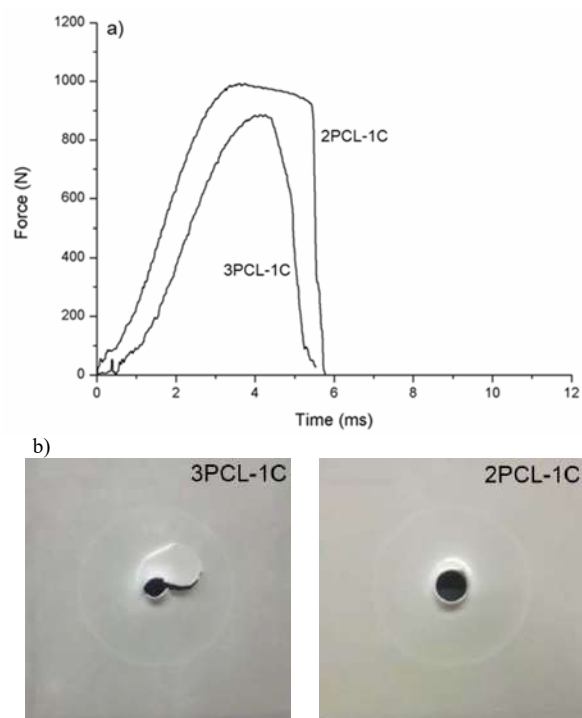


Figure 4. a) Representative force versus time curves recorded by instrumented falling weight impact tests for 3PCL-1C and 2PCL-1C; b) Representative photographs of specimens after impact tests: 3PCL-1C and 2PCL-1C.

Table 4. Characteristic mechanical parameters obtained from the instrumented falling weight impact tests performed on the selected material shown in Figure 4.

Bioblend	Peak force (N)	Peak energy (J)	Total energy (J)
3PCL-1C	790.2 ± 100.0	3.6 ± 1.2	5.0 ± 1.7
2PCL-1C	965.4 ± 29.1	5.6 ± 0.3	10.9 ± 1.1

Both blends showed the typical ductile $F(t)$ vs t trace with cup formation. However, 2PCL-1C presented a higher extension of cup deformation before rupture. Observing the broken region of the tested sample, it is clear that in the case of 3PCL-1C developed cracks that spread out of the cup region in all the square plates, while for 2PCL-1C the crack was located at the region of the hemispherical striker base (Figure 4b). The situation presented in 3PCL-1C indicates that the amount of compatibilizer added was not sufficient to homogenize the obtained phase morphology and/or to generate an effective anchor for the stress transfer between phases during mechanical loading at high rate. So, the bioblend with relative proportion of parent polymer identified with

3PCL was discarded.

Comparing the mean values of total energy absorbed (E_T) for 2PCL-2C (Table 3) and 2PCL-1C (Table 4) bioblends, it can be observed that for bioblend 2PCL-1C this value was close to the one obtained by 2PCL-2C, but with greater relative error (10% vs. 6%). The higher dispersion in the impact test results for 2PCL-1C could be attributed to the fact that this relative proportion of compatibilizer was not sufficient to ensure a good homogenization and/or local stress transfer between phases.

4. CONCLUSIONS

A PLA-based bioblend with impact behavior similar to the one of PP was obtained. The composition of this bioblend was optimized by instrumented falling weight impact tests, analyzing the impact behavior of different compositions of PLA, PCL and a compatibilizer C. Instrumented falling weight impact tests can be considered valid tests for applying quality control and a relatively quick assessment of the behavior of these materials. Flexible materials of series ErcrosBio[®] LM82000 and LM50005 commercialized by Ercros are based on the PLA-based bioblends with similar impact to PP developed in this work.

ACKNOWLEDGEMENTS

Authors acknowledge to the Spanish Ministry of Economy and Competitiveness for their financial support through the project MAT2016-80045-R.

REFERENCES

- [1] J. Cailloux, O.O. Santana, E. Franco-Urquiza, J.J. Bou, F. Carrasco, M.Ll. MasPOCH. Sheets of branched poly(lactic acid) obtained by one-step reactive extrusion-calendering process: physical aging and fracture behavior. *J Mater Sci* (2014) 49: 4093-4107. <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8101-y>.
- [2] J. Cailloux, T. Abt, V. García-Masabet, O.O. Santana, M. Sánchez-Soto, F. Carrasco, M. Ll. MasPOCH. Effect of the viscosity ratio on the PLA/PLA10.10 bioblends morphology and mechanical properties. *Express Polym Lett* (2018) 6: 569-582. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2018.47>.
- [3] D. Wu, Y. Zhang, M. Zhang, W. Zhou. Phase behavior and its viscoelastic response of polylactide/poly(ϵ -caprolactone) blend. *Eur Polym J* (2018) 44: 2171-2183. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2008.04.023>.
- [4] M. Todo, T. Takayama. Fracture Mechanisms of Biodegradable PLA and PLA/PCL Blends. *Biomaterials - Physics and Chemistry*, R. Pignatello (Ed.), InTechOpen 2011, pp. 490. <https://doi.org/10.5772/24199>.
- [5] B. Imre, B. Pukánsky. Compatibilization in bio-based and biodegradable polymer blends. *Eur Polym J* (2013) 49: 1215-1233. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.01.019>.
- [6] M.M. Gauthier (Ed.). *Engineered Materials Handbook Desk Edition*. ASM International Handbook Committee, United States of America 1995, pp. 1317.
- [7] A.B. Martínez, D. Arencón, J. Navas, J.L. Velasco. Low Energy Impact Indentation of a Modified Polyethylene Terephthalate by Instrumented Falling Weight. *J Appl Polym Sci* (2012) 127: 2983-2989. <https://doi.org/10.1002/app.37969>.
- [8] A.B. Martínez (Ed.). *Técnicas de impacto de materiales plásticos y compuestos*. Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Barcelona 1988, pp. 111.

PLA/BIOPA BIOBLEND S FOR FDM: MECHANICAL AND FRACTURE BEHAVIOUR

J. Cailloux¹, V. García-Masabet¹, D. Loeza¹, F. Carrasco², M. Ll. MasPOCH¹,
O. Santana Pérez^{1*}

¹ Centre Català del Plàstic (CCP) - Universitat Politècnica de Catalunya Barcelona Tech (UPC-EEBE).
Av. Eduard Maristany 16, Barcelona 08019, Spain.

² Centre Department of Chemical Engineering, Universitat de Girona (UdG).
Campus Montilivi s/n, Girona 17071, Spain

* Contact person: orlando.santana@upc.edu

RESUMEN

Se realizó el estudio del comportamiento a fractura de las biomezclas de PLA/PA procesadas mediante Modelado de Deposición de Fundido usando como suministro de material granza (FDM-p). Se evalúa la viabilidad de la formación de compuestos microfibrilados in situ (MFC) de la fase dispersa de PA como una forma de fortalecer y endurecer el PLA usando la FDM-p. El comportamiento mecánico se evaluó mediante ensayos de tracción uniaxial realizados a temperatura ambiente (22°C) utilizando probetas tipo 1BA (ISO527-2) que presentan un patrón de relleno unidireccional totalmente orientado en la dirección longitudinal de las muestras. El comportamiento a fractura se evaluó mediante la determinación del valor de CTOD justo antes del inicio de la propagación de grietas en una geometría “single-edge-notched tensión” (SENT) que presenta un patrón de relleno multicapa. Para todas las muestras, se predefinió una densidad de llenado nominal del 100%. Las observaciones morfológicas revelaron que las condiciones de impresión 3D utilizadas en este estudio permitieron la fabricación de MFC in situ con un diámetro promedio de las microfibrillas de PA de 320 nm. La morfología desarrollada condujo a un aumento significativo en la integridad estructural de las piezas fabricadas a través de FDM-p, como lo demuestra claramente el aumento del 206% en los valores de CTOD en comparación con las muestras obtenidas mediante moldeo por compresión convencional utilizando la misma granza.

PALABRAS CLAVE: PLA, Biomezclas, Bio-PA, CTOD, Modelado de deposición fundida

ABSTRACT

The fracture behaviour of PLA/PA bioblends has been investigated in order to extend its processing through fused deposition modeling printing by pellets supply (FDM-p). The viability of the processing technique in creating in situ microfibrillated composites (MFCs) through the microfibrillation of the PA dispersed phase has been evaluated as a way to strengthen and toughen PLA. The mechanical behaviour was assessed through uniaxial tensile tests performed at room temperature (22°C) using type 1BA dumbbell tensile test specimens (ISO527-2) featuring an unidirectional infill pattern fully oriented in the longitudinal direction of the samples. The fracture behaviour was assessed through the determination of the CTOD value just before the crack propagation onset in single-edge-notched tension (SENT) test geometry featuring a multi-axial multilayer infill pattern. For all the samples, a nominal filling density of 100 % was predefined. Morphological observations revealed that the 3D printing conditions used in this study allowed the manufacturing of in-situ MFCs with an average diameter of the PA microfibrils as low as 320 nm. The developed morphology led to a significant increase in the structural integrity of the parts manufactured through FDM-p, as clearly evidenced by the 206% increase in the CTOD values as compared to samples obtained through conventional compression-moulding using the same raw pellets.

KEYWORDS: PLA, Bioblends, Bio-PA, CTOD, Fused deposition modeling

1. INTRODUCTION

Melt blending Poly(Lactic Acid) (PLA) with other polymers is considered as the most practical and economic strategy to improve its properties and industrial applicability. Among the numbers of second polymer phase combinations, melt compounding PLA with biobased Polyamides (BioPA) has gained an increasing

interest in the last years despite the well reported immiscible character between both polymers [1–4]. As for any immiscible polymer blend, the main challenges are focused on both their “compatibilization” and the control of the resulting morphology because both contribute in the effectiveness of local stress transfer between phases during mechanical loading.

In this context, Li et al. reported that the creation of a fibrillar morphology in polypropylene/poly(ethylene terephthalate) blend, suitably compatibilized and oriented during final part's manufacturing, could increase the fracture toughness, particularly during crack propagation [5]. This type of polymer blends has been referred to as *in-situ microfibrillated composites (MFCs)*. Regarding PLA/BioPA blends, Kakroodi et al. concluded that the generation of these in-situ MFCs has a great potential to enhance PLA crystallization and its mechanical properties [2].

However, manufacturing MFCs involves at least a three-step process: 1) the melt blending of both polymers using a twin screw extruder, 2) the manufacturing of pellets with a precursor morphology (by single or twin screw extruder) and finally 3) the processing of the final part. Nevertheless, it is well known that PLA is highly sensitive to thermo-oxidative degradations during processing at high temperatures. Due to this chemical instability, the control of the final morphology in PLA-based blends is complex because the break up stage of the fibrillar phase could be easily reached due to the meniscal instability. Therefore, a mixed morphology consisting of drops and fibrils below their critical reinforcement length is usually obtained, decreasing the potential reinforcement effect [6].

The inherent processing characteristic of the Fused Deposition Modeling (FDM) printing with pellets supply can take advantage of the MFC technology avoiding at least two processing stages during piece manufacturing. As it is well known, parts manufactured through FDM suffer from poor mechanical properties and low surface quality, as compared to injection molded items. Both of them are controlled by the adhesion quality of the different filaments and the global porosity of the part obtained. Thus, a controlled fibrillar morphology can contribute to mitigate this concern.

The present communication aims at presenting the most relevant results in terms of mechanical behavior and structural integrity regarding the use of PLA/BioPA bioblends for the manufacturing of *in situ MFC* parts through FDM.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Materials

A commercially available PLA grade (Ingeo PLA4032D, D-lactic content $\approx 2\%$, MFI (210°C , 2.16kg) = 6.4 ± 0.3 g/10 min, $\rho(25^\circ\text{C}) = 1.24 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) was purchased from Natureworks LLC (Arendonk, Belgium). A styrene-acrylic multifunctional-epoxide oligomeric agent (referred to as SAMfE), namely Joncryl-ADR-4400F®, was kindly supplied by BASF (Ludwigshafen, Germany) with an epoxy equivalent weight of $485 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ and a functionality of about 14. The predominantly bio-based

PA10.10 ($\rho(25^\circ\text{C}) = 1.05 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) was kindly supplied by Dupont (Midland, USA) under the trade name Zytel RS LC1000 BK385.

2.2. Processing and bioblends manufacturing

In the present study, the above mentioned low thermal stability of PLA at high temperatures was counteracted through reactive extrusion. Pre-dried PLA pellets were melt blended with 0.5 wt.% of SAMfE following the procedure and conditions previously reported in [4]. The manufactured material was referred to as PLA_{REX}.

A two-step process was used to manufacture PLA_{REX}/PA parts through FDM. Initially, PLA_{REX} pellets were melt compounded with 30 wt.% of PA using a co-rotating twin-screw extruder with a screw diameter of 25 mm (L/D=36) (Kneeter 25X24D, Collin GmbH, Ebersberg, Germany). More information regarding the processing conditions and experimental procedure can be found in [6]. The unstretched extrudate was water-cooled and pelletized. Prior to the different processing steps, all the materials were dried at 80°C for 4h in a Piovan hopper-dryer (dew point $= -40^\circ\text{C}$).

Finally, 3D printing of type 1BA dumbbell tensile test specimens (ISO527-2) and single-edge-notched tension (SENT) test geometry was performed using a Voladora NX-pellets printer (Tumaker, Oyarzun, Spain) from the obtained pellets. The pattern used for the printing was 2 shells and the infill nominal density was set to 100%. Dumbbell specimens were printed using a rectilinear infill pattern fully oriented in the longitudinal direction of the samples in order to evaluate the effect of the morphology on the mechanical properties. SENT samples were printed using a multi-axial multilayer infill pattern. The printing speed was 1260 mm/min, resulting in an apparent shear rate of approximately 210 s^{-1} in the nozzle exit (nozzle diameter 0.8 mm). The nozzle temperature was set to 220°C and the bed temperature to 110°C . Prior to printing, pellets were vacuum dried at 80°C for 4 hours. For comparison purposes, PLA_{REX} was printed following the same procedure.

In the present work, results obtained on the 3D printed parts were compared to solid samples. For this purpose, both PLA_{REX} and PLA_{REX}/PA pellets were compression moulded into 0.6 mm thick plates in a hot plate press (IQAP LAP PL-15, IQAP Masterbatch SL, Barcelona, Spain) for 3 min at 220°C under 40 MPa. Since both melt processes induced a different thermal history to the manufactured parts, an annealing procedure was performed on all the samples at 110°C for 2h30.

2.3. Morphology observation

Scanning electron microscopy (SEM, JEOL, JSM-70001F, Japan) observations were carried out at 2 kV on the cryogenically fractured surface of the compression moulded and 3D printed PLA_{REX}/PA samples. Prior to

observation, sample surfaces were sputter coated with a thin platinum-palladium layer. The cryofractured surfaces of PLA_{REX}/PA samples have been equally etched in order to highlight the dispersion of the PA phase. For this purpose, fractured samples were immersed in a water-methanol solution (1:2 by volume) containing 0.025 mol.L⁻¹ of NaOH for 6 days at 23°C.

2.4. Tensile testing

The uniaxial tensile behavior was assessed according to ISO 527 using a universal testing machine (Sun 2500, Galdabini, Cardano al Campo, Italy) equipped with a 5 kN load cell and type 1BA dumbbell specimens. Deformations were measured using a video extensometer (OS-65D CCD, Minstron, Taiwan). All experiments were performed at room temperature (RT). The Young's Modulus (E), the yield strength (σ_y), the strain at yield (ϵ_y) and the strain at break (ϵ_b) were determined from the engineering stress-strain curves. All reported values are averages of 5 valid specimens tested at a crosshead speed of 10 mm.min⁻¹ whereas E was determined at 1 mm.min⁻¹.

2.5. Fracture characterization

The fracture analysis was carried out by determining the crack tip opening displacement (CTOD) at the onset of crack propagation. SENT specimens features the following nominal dimensions: Length L= 65 mm, width W=15 mm, thickness t=2 mm (3D printed) and t= 0.6 mm (compression moulded) and distance between grips ZG=45 mm. The initial crack (a) was sharpened using a fresh razor blade with an edge radius of 0.13 μ m. In order to perform a preliminary inspection of a possible change in the fracture behavior, a unique ligament length equal to 7.5 mm was tested (a/W=0.5). Uniaxial tests were performed at RT on a servo-hydraulic testing system (Amslet HC25, Zwick Roell, Ulm, Germany), equipped with a 25 kN load cell at a crosshead speed of 1 mm.min⁻¹. A video monitoring system (two digital cameras Xenoplan 1.4/23-0.902, Schneider Kreuznach, Germany) coupled to an optical strain measurement system (ARAMIS®, GOM GmbH, Germany) was used to determine the CTOD value just before the crack propagation onset. The interested reader can find more information regarding the parameters used for the digital image correlation analysis in [7].

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Morphological analysis

Since the final part properties are highly dependent on the induced morphology during processing, SEM observations were carried out on the cryogenically fractured surface of the 70/30 PLA_{REX}/PA blends manufactured through compression moulding and 3D printing, respectively. As shown in Figure 1.a and 1.b, the cryofractured surface morphology of the PLA_{REX}/PA

items manufactured through both melt-processing did not display any clear evidence of phase-separated domains. The cryo-induced fracture did not induce voiding nor phase particle debonding, suggesting a proper interfacial adhesion between both polymers. Similar morphological observations have already been reported by [8,9] for PLA/PA blends manufactured through reactive processing. Authors ascribed these observations to a synergetic effect between a possible reactive compatibilization together with a decrease in the interfacial energy between both polymers during melt-blending, thus enhancing the interfacial adhesion. Such behaviour is essential to provide efficient load transfer from the PLA matrix to the PA disperse phase during mechanical loading.

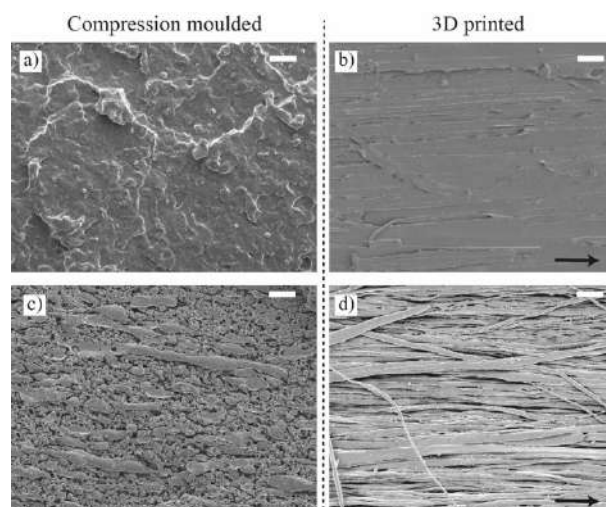


Figure 1. SEM micrographs of the cryofractured surface of PLA_{REX}/PA blends manufactured through compression moulding and 3D printing before (a and b) and after (c and d) the selective surface etching process. In figure b and d, the arrow indicates the printing direction. Scale bare = 2 μ m.

Since the real dispersion of the PA phase into the PLA_{REX}-based bioblends was not clearly revealed on the previous cryo-fractured surfaces, selective surface etching of the PLA_{REX} matrix was performed. Figure 1.c and 1.d show the dispersion of the remaining PA phase after the selective PLA_{REX} surface etching procedure. Regarding PLA_{REX}/PA bioblends manufactured through compression moulding, it can be seen that submicronic near-spherical droplets coexist with elongated PA domains. Significant morphological changes occurred with the modification of the processing technique. Regarding PLA_{REX}/PA bioblends manufactured through 3D printing, the high shear rate applied at the nozzle exit enabled a successful stretching of the PA phase into fine microfibrillar structures which seem to be homogeneously dispersed and fully oriented in the printing direction. The average diameter of the PA microfibrils was as low as 320 nm. The microfibrils also seem to have very high aspect ratios. However, it was not

possible to measure the aspect ratio of the individual microfibrils because of their excessive length.

3.2. Tensile properties

Typical tensile engineering stress-strain curves are shown in Figure 2 and the tensile properties are summarized in Table 1. Compression moulded PLA_{REX} samples exhibited a local maximum in the engineering stress-strain curve associated with a yield point. Nevertheless, the formation of crazes prevented the propagation of a stable neck, resulting in a brittle fracture. According to table 1, it is interesting to note that PLA_{REX} 3D printed samples exhibited similar E, σ_y and ϵ_y values that the compression moulded ones taking into account the standard deviations. Upon yielding, the numerous thin PLA filaments (0.75 cm of diameter) which are fully oriented in the load direction allowed to reduce the overall triaxial stress state generated under tensile loading, thus leading to a 50% increase in the strain at break as compared to compression moulded samples.

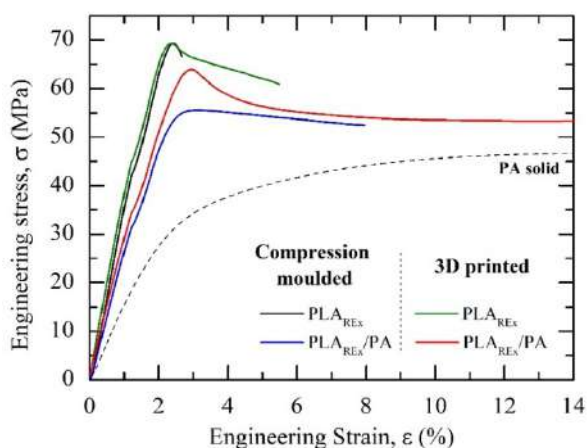


Figure 2. Typical tensile engineering stress-strain curves for compression moulded and 3D printed samples.

As expected, the addition of 30 wt.% of PA led to a decrease in the stiffness and strength from 3.5 to 2.4 GPa and from 70 to 55 MPa for the compression moulded samples. Regarding the failure strain, a brittle behavior was equally observed for these samples due to the unstable necking of the tensile specimens. This was ascribed to the irregular microstructure featuring large PA domains, leading to premature failure. Interesting results were found when studying the tensile behavior of PLA_{REX}/PA bioblends manufactured through 3D printing. Hence, PLA_{REX}/PA samples exhibited a ductile behaviour wherein a yield point is clearly observed in the engineering stress-strain curve, followed by the propagation of a stable neck up to 100% of deformation (c.f. table 1). It can be observed that the elastic modulus and the yield stress of 3D printed samples increased up to 9% and 16 %, respectively, as compared to

Table 1. Uniaxial tensile properties at 10 mm.min⁻¹ (E at 1 mm.min⁻¹)

Processing	Compression Moulding			3D printing	
	PA	PLA _{REX}	PLA _{REX} /PA	PLA _{REX}	PLA _{REX} /PA
E (MPa)	1.5	3.5	2.4	3.6	2.6
	±	±	±	±	±
	0.1	0.2	0.2	0.3	0.2
σ_y (MPa)	46	70	55	69	64.1
	±	±	±	±	±
	1	1	2	± 7	0.8
ϵ_y (%)	18	2.36	2.9	2.2	3.2
	±	±	±	±	±
	2	0.09	0.2	0.2	0.3
ϵ_b (%)	155	2.7	8	6	97
	±	±	±	±	±
	27	0.1	2	1	7
X _c (%) ^a	n/d ^b	41	42	41	42

^a The tested specimens were cut from the annealed tensile samples. The degree of crystallinity, X_c, was determined from the first DSC heating runs at 10 °C.min⁻¹, as follows $X_c = \Delta H_m / \Delta H_m^0 * 100$. Where ΔH_m is the melting enthalpy and ΔH_m^0 the melting enthalpy for a 100% crystalline PLA (93.6 J.g⁻¹) (Hakim et al. (2017))

^b not determined

compression moulded specimens. Since all samples exhibited a similar X_c (c.f. Table 1), such increase in stiffness and strength can be attributed to the reinforcement effect provided by the creation of numerous and regular microfibrils mainly oriented in the load direction. This observation equally suggested that the microfibrils length is above the critical fibre length to achieve reinforcement. Upon yielding, the presence of the abovementioned microstructure together with a proper adhesion between both phases (c.f. Figure 2) greatly enhanced the toughness of the 3D printed samples.

According to the above, since 3D printed dumbbell specimens can be compared to a unidirectional composite material, the elastic modulus values are likely to be predicted using micromechanics (i.e. mixing rule). In this context, it was considered that the fibre length was greater than the critical reinforcement length and that a good adhesion was achieved between both phases. Under isostress conditions, calculations allow to determine that E= 2.42 GPa, while under isotrain conditions, E= 2.83 GPa. These results are in line with the experimental results compiled in table 1 and confirmed that 3D printed PLA_{REX}/PA samples tend to behave as long fibre-reinforced composite materials featuring continuous unidirectional fibers mainly oriented in the load direction.

3.3. Fracture behaviour

After verifying the creation of a microfibrillar morphology in the samples manufactured through 3D printing, the structural integrity was evaluated. In this context, a preliminary inspection of the possible change in the fracture toughness was evaluated through the

determination of the CTOD at the onset of crack propagation. For this purpose, SENT specimens were prepared with a multidirectional filling pattern, as previously described in section 2.2.

Due to the shell (outfill region) that is required for manufacturing parts through FDM, in the crack propagation analysis, it was necessary to consider how far to extend the sharpening of the notch. After analyzing different options, it was decided to extend this sharpening so that it exceeds the shell region. The reproducible results between specimens led authors to consider this configuration as the most representative of the propagation process in the structure given the filamentary texture of the 3D printed part.

Figure 3.a shows a series of representative curves recorded during the test for the materials and processes obtained. For comparison purposes, authors chose to represent the Nominal engineering stress (σ) vs. the relative displacement of the analyzed region normalized by the actual ligament length (after notch sharpening) of the sample. Regardless of the type of processing, it can be seen that PLA_{REX} samples exhibited a brittle behaviour, while PLA_{REX}/PA bioblends exhibited a ductile behaviour, which one was much more pronounced for 3D printed samples. Figure 3.b shows the visual aspect of all the samples after testing at 1 mm.min⁻¹.

Table 2 compiles the values obtained after the DIC analysis. Regardless of the processing technique, adding 30 wt.% of PA to PLA clearly increased the CTOD values. That is, the value increased by 44% and 206% for compression moulded samples and 3D printed samples, respectively. This observation suggested that the PA phase is acting as reinforcement.

When the processing technique is considered, it can be observed that no significant differences were observed in the CTOD values between both PLA_{REX} samples when the standard deviations are taken into account. In the present case and contrary to the behaviour observed through uniaxial testing tests for the 3D printed PLA_{REX} samples, the reduced triaxial stress state induced by the numerous thin filaments was not sufficient to modify the inherent PLA brittleness. In contrary, 3D printed PLA_{REX}/PA bioblends registered an increase of 139% in the CTOD values as compared to compression moulded specimens. Even though compression moulded samples are thinner (lower triaxiality), the behaviour observed for 3D printed PLA_{REX}/PA samples can be principally attributed to the PA microfibrillar morphology which is acting as reinforcement, hence enhancing fracture toughness.

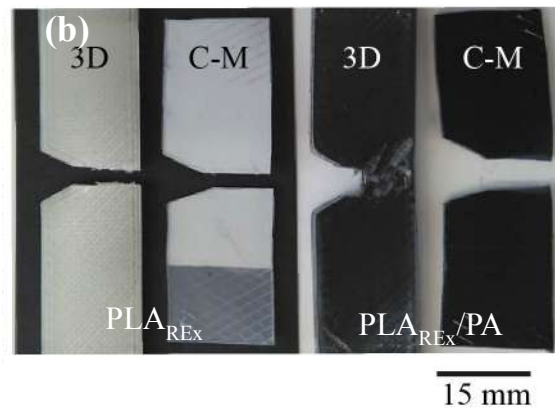
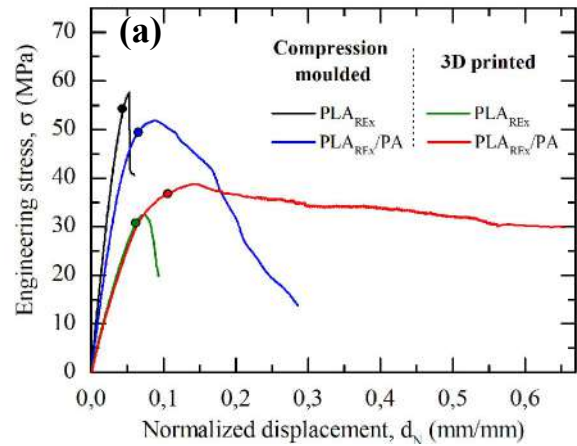


Figure 3. a) Engineering stress vs. normalized displacement (by a nominal ligament length of 7.5 mm) for all the samples; b) Visual aspect of the sample after testing at 1 mm.min⁻¹ (C-M: compression moulded).

Table 2. Mean values of the parameters obtained after DIC analysis of SENT tests.

Processing	Compression moulding		3D printing	
	PLA _{REX}	PLA _{REX} /PA	PLA _{REX}	PLA _{REX} /PA
CTOD (mm)	0,16	0,23	0,18	0,55
	± 0,02	± 0,03	± 0,03	± 0,05
Stress at CTOD (MPa)	53,9	47,4	28,2	32,4
	± 4,1	± 2,7	± 4,9	± 7,5
G _{c-App} (KJ.m ⁻²)	15,3	22,5	19,2	46,2
	± 6,7	± 2,1	± 4,5	± 9,9

In Figure 3.a, the stress level at which the crack started to propagate, stress at CTOD, is indicated by a dot for each material. The corresponding values were equally compiled in table 1. As can be seen, compression moulded PLA_{REX}/PA samples exhibited higher stress levels than 3D printed ones. However, given the large experimental error reported, no clear conclusion can be highlighted considering this parameter.

In an attempt to obtain a numerical parameter that considered the stress combined with the CTOD value at the crack propagation onset, the analytical relationship proposed by Rivlin and Thomas (1953) was applied. According to these authors, the Critical Strain Energy Release Rate (G_c) for catastrophic fracture of rubbers in the presence of cracks (where the relationship proposed by Griffith is not satisfied) can be calculated for any relation of extension (λ) and crack length (a) from:

$$G(a, \lambda) = 2aK(\lambda)W_{UT}(\lambda) \quad (1)$$

Where W_{UT} is the elastic energy stored by the material which in our case is considered to be reached when observing crack propagation, as the latter occurs in the elastic region. Based on experimental work the factor K has been defined as follows [10]:

$$K(\lambda) \cong 3/\sqrt{\lambda} \quad (2)$$

Considering this parameter (and its dispersion), the trends observed for the CTOD values are confirmed, although with a more conservative increase after the addition of PA (approximately 100%).

4. CONCLUSIONS

In this study, a rheologically modified PLA was melt blended with 30 wt.% of PA in order to successfully manufacture, in a second step, in situ-microfibrillated composites through a 3D fused deposition modeling process. Morphological observations revealed a proper interfacial adhesion between both polymers since no particle debonding was observed during the cryo-induced fracture. The high shear rate applied at the nozzle exit allowed the formation of long PA microfibrils, with a diameter as low as 320 nm, mainly oriented in the printing direction. Mechanical and fracture characterization revealed that adding 30 wt.% of PA to PLA promoted an increase in the structural integrity of the manufactured parts. That is, the microfibrillated PA phase acted as reinforcement, as clearly evidenced by the 206% increase in the CTOD value as compared to samples obtained through conventional compression-moulding. Finally, it can be affirmed that the FDM processing technique can be a useful tool for manufacturing in situ PLA/PA MFC parts with enhanced mechanical performances.

ACKNOWLEDGEMENTS

Authors thank the Spanish Ministry of Economy and Competitiveness for the Project MAT2016-80045-R (AEI/FEDER,UE). D. Loeza would like to express his gratitude to the Mexican National Council for Science and Technology (CONACYT) for the financial support for his PhD studies (grant number: 472122).

REFERENCES

- [1] G. Stoclet, R. Seguela, J.M. Lefebvre, Morphology, thermal behavior and mechanical properties of binary blends of compatible biosourced polymers: Polylactide/polyamide11, *Polymer*. 52 (2011) 1417–1425.
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2011.02.002>.
- [2] A.R. Kakroodi, Y. Kazemi, W.D. Ding, A. Ameli, C.B. Park, Poly(lactic acid)-Based in Situ Microfibrillar Composites with Enhanced Crystallization Kinetics, Mechanical Properties, Rheological Behavior, and Foaming Ability, *Biomacromolecules*. 16 (2015) 3925–3935.
<https://doi.org/10.1021/acs.biomac.5b01253>.
- [3] M. Yousfi, T. Dadouche, D. Chomat, C. Samuel, J. Soulestin, M.F. Lacrampe, P. Krawczak, Development of nanofibrillar morphologies in poly(l-lactide)/poly(amide) blends: Role of the matrix elasticity and identification of the critical shear rate for the nodular/fibrillar transition, *RSC Adv*. 8 (2018) 22023–22041.
<https://doi.org/10.1039/c8ra03339k>.
- [4] J. Cailloux, T. Abt, V. Garcia-Masabet, O. Santana, M. Sánchez-Soto, F. Carrasco, M.L. MasPOCH, F. Carrasco, M. Sanchez-Soto, O. Santana, V. Garcia-Masabet, J. Cailloux, Effect of the viscosity ratio on the PLA/PA10.10 bioblends morphology and mechanical properties, *Express Polym. Lett*. 12 (2018) 569–582.
<https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2018.47>.
- [5] Z.M. Li, W. Yang, R. Huang, X.P. Fang, M.B. Yang, Essential work of fracture parameters of in-situ microfibrillar poly(ethylene terephthalate)/polyethylene blend: Influences of blend composition, *Macromol. Mater. Eng*. 289 (2004) 426–433
<https://doi.org/10.1002/mame.200300397>.
- [6] V. García-Masabet, O.S. Pérez, J. Cailloux, T. Abt, PLA / PA Bio-Blends: Induced Morphology by Extrusion, *Polymers*. 12 (2019) 10–32.
<https://doi.org/10.3390/polym12010010>.
- [7] J. Cailloux, O.O. Santana, E. Franco-Urquiza, J.J. Bou, F. Carrasco, M.L. MasPOCH, Sheets of branched poly(lactic acid) obtained by one-step reactive extrusion-calendering process: Physical aging and fracture behavior, *J. Mater. Sci*. 49 (2014) 4093–4107.
<https://doi.org/10.1007/s10853-014-8101-y>.
- [8] F. Walha, K. Lamnawar, A. Maazouz, M. Jaziri, Rheological, morphological and mechanical studies of sustainably sourced polymer blends based on poly(lactic acid) and polyamide 11, *Polymers*. 8 (2016) 61.

<https://doi.org/10.3390/polym8030061>.

- [9] J. Cailloux, T. Abt, V. García-Masabet, O. Santana, M. Sánchez-Soto, F. Carrasco, M.L. MasPOCH, Effect of the viscosity ratio on the PLA/PA10.10 bioblends morphology and mechanical properties, *Express Polym. Lett.* 12 (2018) 569–582.
<https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2018.47>.
- [10] D. Roucou, J. Diani, M. Brieu, A. Mbiakop-Ngassa, Critical strain energy release rate for rubbers: single edge notch tension versus pure shear tests, *Int. J. Fract.* 216 (2019) 31–39.
<https://doi.org/10.1007/s10704-018-00336-8>.

06 - FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y MODELO CONSTITUTIVO DEL HUESO TRABECULAR PORCINO

C.Quintana¹, C. Rodríguez¹, C. Betegón¹, G. Álvarez¹, A. Maestro^{1,2}

¹ SIMUMECAMAT Research Group.

Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón-Universidad de Oviedo.

² Jefe de Servicios Médicos en Real Sporting de Gijón.

* Persona de contacto: quintanacovadonga@uniovi.es

RESUMEN

Este trabajo es parte de una investigación cuyo principal objetivo es la optimización y personalización de la operación de reconstrucción del ligamento cruzado anterior (LCA) a partir de un modelo numérico de elementos finitos (FEM) basado en una simulación de la citada reconstrucción. Cada paciente posee unos parámetros característicos que podrán introducirse en el modelo, modificándolo geométrica y mecánicamente. Uno de los principales ítems de dicho modelo biomecánico es la correcta definición en los modelos constitutivos de los materiales implicados, siendo el hueso trabecular uno de los más importantes en su labor de retener, mediante presión y con la ayuda del tornillo de fijación, el nuevo ligamento. En este marco, este trabajo se centra en la caracterización experimental de hueso trabecular tibial y femoral de origen porcino. Para ello se han llevado ensayos de compresión uniaxial sobre muestras extraídas tanto en dirección longitudinal como transversal de ambos tipos de hueso. La medida de la deformación se ha realizado utilizando tanto un extensómetro tipo COD colocado entre los platos de compresión como haciendo uso de técnicas de correlación de imágenes digitales (DIC), destacando la gran diferencia entre los valores del módulo elástico obtenidos utilizando una u otra técnica. Señalar así mismo que aún bajo el prisma de la elevada dispersión de resultados obtenidos para el tipo de muestra y técnica experimental utilizada, el hueso trabecular porcino exhibe una clara anisotropía, independientemente de su procedencia. Por su parte, las propiedades mecánicas exhibidas por el hueso trabecular tibial son ligeramente superiores a las correspondientes al hueso femoral.

PALABRAS CLAVE: LCA, ensayo de compresión, Correlación de imágenes, FEM

ABSTRACT

This work is part of a research whose main objective is the optimization and personalization of anterior cruciate ligament reconstructions (ACL) from a numerical model (FEM) based on the simulation of the aforementioned reconstruction. The parameters that characterize each patient can be modified, both geometrically and mechanically. One of the main items of this biomechanical model is the proper definition of the materials in the constitutive models, being the trabecular bone one of the most important of all: its function is holding the graft by pressure, with the help of the interference screw. This work focuses on the experimental characterization of porcine tibiae and femurs trabecular bone. For this purpose, uniaxial compression tests have been performed over tibiae and femurs samples taken both in the longitudinal and transverse direction. The deformation has been measured using two methods: a COD type extensometer placed between the compression plates and digital image correlation techniques (DIC), highlighting the great difference between the values of the elastic modulus obtained from both techniques. It has to be noticed that despite of the high dispersion of results obtained with the sample and experimental technique chosen, porcine trabecular bone exhibits a clear anisotropy, regardless of its origin. For its part, the mechanical properties obtained in the tibia trabecular bone are slightly higher than those corresponding to the femoral bone.

KEYWORDS: ACL, compression test, Digital Image Correlation, FEM

1. INTRODUCCIÓN

La lesión de ligamento cruzado anterior (LCA) afecta a un 0.4% de la población, produciéndose 2/3 de estas lesiones en el ámbito del deporte profesional, la mayoría de ellas, en gente activa y joven [1]. El éxito de la reconstrucción del LCA radica tanto en la correcta elección del tendón o plastia sustituta de ligamento dañado, como en la de todos aquellos aspectos que intervienen en que se produzca una correcta

osteointegración de los distintos elementos intervinientes (geometría y material del tornillo interferencial, relación entre el diámetro del túnel y el diámetro del tornillo, calidad del hueso, etc.). Son tantos los parámetros a analizar, que la única forma de hacerlo de una manera eficiente es mediante el uso de técnicas numéricas [2]. No obstante, el éxito de cualquier análisis numérico requiere la previa alimentación de dicho modelo de datos correctos sobre el comportamiento mecánico de los materiales intervinientes (tornillo, ligamento y hueso).

En este trabajo nos centraremos en el análisis del modelo biomecánico del hueso trabecular, responsable del alojamiento de la plastia y el tornillo y cuya respuesta mecánica es crucial en el éxito de la reconstrucción LCA.

Los huesos están compuestos por dos zonas bien diferenciadas: el hueso cortical, compuesto de osteones y láminas (a su vez formadas por fibras de colágeno) y el hueso trabecular (Figura 1), compuesto de trabéculas que se encuentran orientadas en direcciones del espacio diferentes y de forma completamente aleatoria.

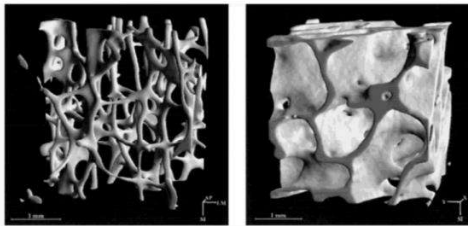


Figura 1. Hueso trabecular. Estructura interna. [3]

El hueso trabecular es un material biológico tremendamente complejo, cuyo comportamiento mecánico ha sido analizado en múltiples trabajos a lo largo de los años [5-8]. No obstante, las propiedades mecánicas de este material se ven afectadas por numerosos factores, como la localización anatómica [5,6], el estado de cargas al que se ve sometido el hueso, su densidad mineral [7], sexo, edad [8], y, obviamente, al estado de salud del propio paciente. Esta es la razón por la que la bibliografía exhibe una gran variabilidad de resultados sobre los parámetros mecánicos característicos del hueso, por lo que de cara a realizar un correcto análisis lo más conveniente sea caracterizar experimentalmente el tipo de hueso concreto que posteriormente se utilizará para calibrar el modelo.

En este sentido, los tipos de ensayos utilizados para caracterizar este tipo de hueso son múltiples, desde ensayos mecánicos macroscópicos (tracción, compresión, cortadura, etc.) hasta microscópicos (nanoindentación), así como diferentes tipos de ensayos indirectos como la tomografía computerizada [9], ultrasonidos [10], etc. No obstante, e incluso comparando resultados obtenidos con el mismo tipo de procedimiento experimental los resultados casi siempre resultaron ser muy diferentes [11,12]. Además, la mayoría de los análisis realizados se limitan a proporcionar las propiedades elásticas del material, cuando se sabe que el comportamiento de este tipo de hueso es mucho más complejo [13]. Así, mientras que la respuesta del hueso trabecular a tracción es elástica lineal hasta su rotura, el comportamiento a compresión se parece más al exhibido por algunas espumas, que tras alcanzar el límite elástico (mayor que la resistencia a la tracción), muestran un palier de cedencia prácticamente plano y posteriormente, un fuerte endurecimiento. Este tipo de comportamiento no responde a los modelos convencionales de deformación plástica, siendo necesario buscar el modelo más adecuado para su descripción.

En función de todo lo anterior, en este trabajo se aborda la caracterización mecánica de hueso trabecular procedente de tibias porcinas. Para ello, tras una amplia campaña experimental, se analiza y define el modelo constitutivo más adecuado, proponiéndose un método que permite definir de una forma sencilla los coeficientes necesarios para su posterior implementación en un código de elementos finitos.

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTOS

2.1. Materiales

La caracterización experimental se ha realizado utilizando tibias de origen porcino. Inmediatamente después de su sacrificio, se procedió a la extracción, mediante aserrado, de secciones transversales y longitudinales respecto a la dirección longitudinal del hueso, que fueron congeladas a -22°C hasta 24 horas antes de su ensayo. Tras el proceso de descongelación, realizado en el interior del frigorífico ($3-5^{\circ}\text{C}$, durante 24h), se procedió a extraer las probetas de ensayo mediante troquelado de las rodajas de hueso. Para ello se fabricó un dispositivo especialmente diseñado al propósito (figura 2.a), con el que se obtienen probetas cilíndricas de unos 10 mm de diámetro y altura igual al espesor de la rodaja de hueso de la que se extrae (figura 2.b). Tras la extracción, y al objeto de obtener una geometría óptima para los ensayos de compresión, las caras de las probetas se sometieron a un cuidadoso proceso de pulido hasta que las dos caras que iban a entrar en contacto con los platos de compresión fuesen lo suficientemente planas y paralelas. Es necesario señalar aquí, que este último proceso, tremendamente complejo, produjo en algunos casos, la rotura y pérdida de algunas trabéculas.

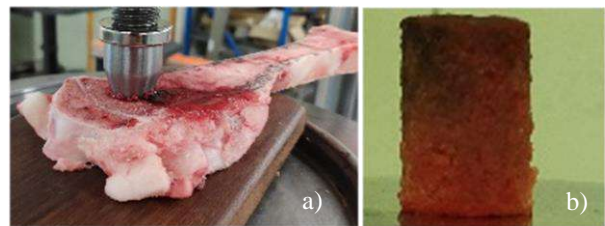


Figura 2. Momento de extracción (a) y geometría de las probetas de compresión

2.2. Ensayos de compresión

La caracterización mecánica se realizó mediante ensayos de compresión uniaxial y compresión confinada [4], a temperatura ambiente y utilizando una máquina estática Instron MTS SMT3-166 de 5 kN de capacidad de carga y una velocidad de 2.5 mm/min. La medida de la deformación se realizó en la mayoría de los casos utilizando un extensómetro tipo COD colocado entre los dos platos de compresión (Figura 3).

Así mismo, en algunos casos, se utilizó un equipo de video-correlación digital de imágenes (DIC) modelo GOM ARAMIS 5M, con lentes de 50 mm de distancia

focal y panel de calibración tipo CQCCP20 30x24, con una zona de medida de 35x29 mm. El uso de este dispositivo permitió tanto la obtención de medidas de deformación entre trabéculas cercanas, como del coeficiente de Poisson del hueso en cada dirección. En los casos en los que se utilizó este equipo, las probetas tuvieron que ser tratadas superficialmente aplicándoles un moteado negro sobre fondo blanco, y al objeto de no perder estas referencias, no fueron hidratadas durante el ensayo.

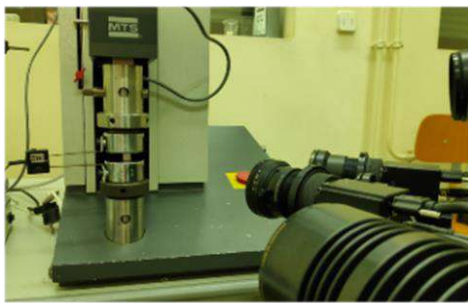


Figura 3. Imagen del ensayo de compresión uniaxial.

Por último, los ensayos de compresión confinada se llevaron a cabo utilizando el mismo equipamiento y proceso descritos anteriormente, pero dejando confinadas las probetas en el mismo dispositivo con el que fueron extraídas de la laja de hueso. El hueso, confinado en el cilindro de acero, es sometido a la acción de un punzón cilíndrico de diámetro idéntico al del interior del troquel. En este caso las deformaciones sólo pueden obtenerse con la ayuda del extensómetro COD.

3. RESULTADOS

3.1. Ensayos de compresión uniaxial

La Figura 4 muestra las curvas tensión-deformación obtenidas tras los ensayos de compresión uniaxial de probetas de hueso trabecular en dirección longitudinal (figura 4.a) y transversal (figura 4.b). Los valores representados corresponden a la tensión aparente (se utiliza la sección transversal total de la probeta) y la deformación obtenida mediante el extensómetro COD.

Como puede observarse, el comportamiento en todos los casos es semejante: tras una zona inicial lineal, se alcanza la cedencia, S_y , tras la que sobreviene un palier plástico en el que la tensión prácticamente se mantiene constante hasta que tras una considerable deformación se produce un endurecimiento debido a la densificación del hueso. Este comportamiento, ya observado por otros investigadores, se explica en virtud de la estructura trabecular de este tipo de hueso, que hace que se comporte como una espuma [14].

Es importante destacar, que aun procediendo del mismo tipo de hueso y de individuos de semejante edad y complejión, existe una elevada dispersión de resultados, típica de este tipo de hueso, y debida a muy diferentes motivos (distinta densidad ósea entre individuos, distinta

posición en el hueso, pequeñas imprecisiones en la preparación de las muestras, etc.). No obstante, eliminados los casos en los que el fallo estaba claramente influido por anomalías geométricas de la probeta, la Tabla 1, recoge los valores medios y la desviación standard del módulo elástico, E , y el límite de cedencia, S_y , teniendo en cuenta los resultados de todos los ensayos y con los valores de deformación obtenidos a través del extensómetro COD. En la Tabla 1 también se recoge el valor del coeficiente de Poisson, ν , obtenido utilizando el equipo de DIC. Al igual que aseveraron otros investigadores [15, 16] el hueso trabecular porcino muestra una clara anisotropía, mostrando una rigidez longitudinal que prácticamente triplica a la mostrada en dirección transversal, a la vez que el doble de resistencia.

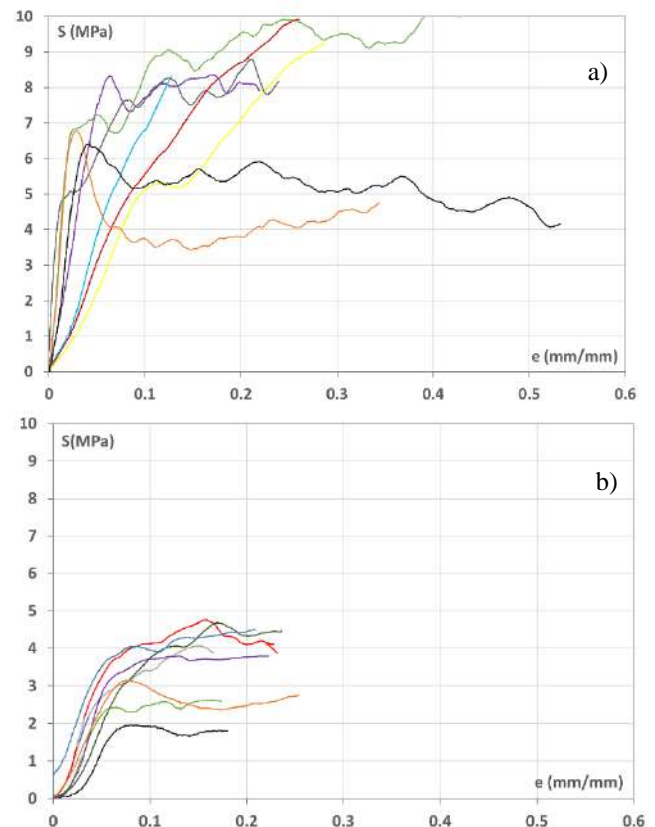


Figura 4. Curvas de compresión uniaxial en dirección: a) longitudinal, b) transversal

Tabla 1. Parámetros de hueso trabecular porcino a compresión uniaxial

Test direction	E (MPa)	S _y (MPa)	ν
Longitudinal	218±134	5.3±1.1	0.25±0.02
Transversal	73±15	2.8±0.7	0.27±0.02

En este punto, conviene destacar, como otra fuente de dispersión de resultados, el procedimiento que se utilice para medir la deformación. Así, la Figura 5 recoge las curvas tensión-deformación obtenidas, en el ensayo de la misma probeta, pero utilizando los dos sistemas de medida: COD y DIC. Además, en el caso del sistema DIC se comparan los resultados obtenidos utilizando

diferentes distancias iniciales de medida. Como puede observarse, la rigidez obtenida aumenta conforme disminuye la distancia inicial entre puntos. Cuando se utiliza el sistema DIC, las medidas, además de poder realizarse entre puntos muy concretos y cercanos (con muy pocas trabéculas intermedias), no se ven, además, influenciadas por las posibles imperfecciones de la probeta (pequeñas desalineaciones, falta de paralelismo entre las caras planas, etc.) que si detecta el extensómetro COD. De este modo, y tal y como se refleja en la Tabla 2, el uso de un sistema u otro, e incluso la utilización de una longitud de referencia u otra cuando se utiliza DIC, hacen que las diferencias obtenidas en la medida del módulo elástico lleguen a ser el doble con respecto a los ensayos convencionales. Estos resultados dan otra razón para la elevada dispersión de resultados reflejada en la bibliografía, así como la conveniencia de describir de forma muy precisa el procedimiento utilizado en la obtención de los parámetros mecánicos, de cara a poder correlacionar unos valores con otros.

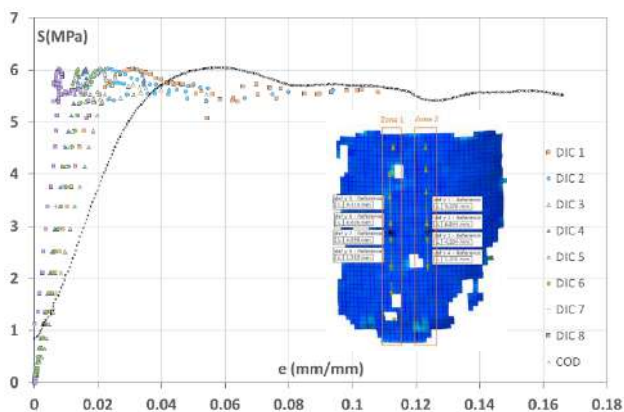


Figura 5. Curvas tensión-deformación DIC vs COD

Tabla 2. Valores del módulo elástico en función del método utilizado y la longitud de referencia

MÉTODO	L_0 (mm)	E (MPa)
DIC 1	9.378	319.2
DIC 2	6.844	384.0
DIC 3	4.334	398.2
DIC 4	1.370	441.38
COD	11.3	153.8

3.2. Ensayos de compresión confinada

La Figura 6 muestra las curvas obtenidas en los ensayos de compresión confinada de probetas cargadas en dirección transversal. El hecho de haber realizado este tipo de ensayos únicamente en dirección transversal, se debe a la escasez de material, que ha llevado a decidir utilizar esta dirección como representativa, al ser la que exhibe la menor rigidez y resistencia.

Los resultados obtenidos vuelven a poner de manifiesto una la elevada dispersión. La figura 6, también recoge, a modo de comparación, una curva representativa de los ensayos de compresión uniaxial. Como puede

observarse, la forma de las nuevas curvas es muy similar a las de compresión uniaxial, si bien la rigidez y resistencia de las muestras confinadas es, como cabía esperar, superior. El valor medio de la pendiente inicial en los ensayos de compresión confinada es de 106 ± 38 MPa, mientras que el valor medio de la tensión de cedencia en los ensayos confinados, $S_{yconf} = 5.1 \pm 1.5$ MPa, prácticamente duplica el obtenido en los ensayos uniaxiales.

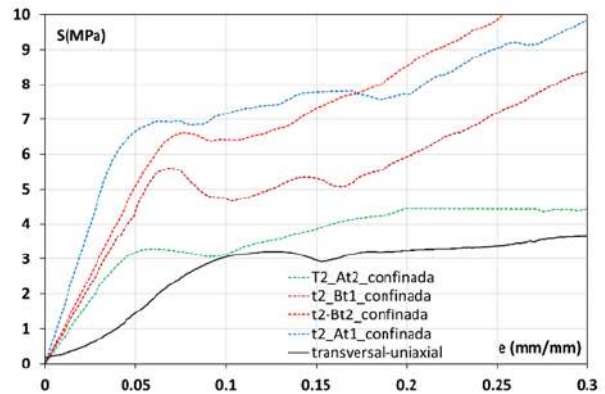


Figura 6. Curvas representativas de los ensayos de compresión confinada vs uniaxial

4. MODELO CONSTITUTIVO DEL MATERIAL

Como ya comentamos anteriormente, las curvas tensión-deformación obtenidas, parecen indicar un claro patrón de comportamiento. Una zona inicial elástica lineal, donde se empezarán a deformar elásticamente las paredes trabeculares; una segunda zona de tensión aproximadamente constante, en la que además de producirse la plastificación del material que constituye las trabéculas se va produciendo el colapso de algunas de ellas, situadas a modo de columna y, finalmente, si dejamos avanzar el ensayo, se vería como las trabéculas situadas a modo de dintel entran en contacto, eliminándose los huecos iniciales y produciéndose la densificación del hueso, lo que provoca un rápido incremento exponencial de la tensión. Este comportamiento es semejante al exhibido por otros materiales porosos como las espumas.

Así, un primer vistazo de las curvas obtenidas en el ensayo de compresión uniaxial, parece indicar que el material exhibe un claro comportamiento elasto-(quasi) perfectamente plástico, modelizable según la teoría clásica de plasticidad de Von Mises (o la teoría de Hill para materiales ortótropos). Sin embargo, estos modelos solo pueden aplicarse en el caso de que la deformación plástica dependa únicamente de la componente desviadora del tensor de tensiones, q , lo que, en virtud de los resultados obtenidos en los ensayos de compresión confinada, no parece ser el caso del hueso trabecular, cuyas deformaciones dependerán también de la componente hidrostática de tensiones, p .

Dentro de los posibles modelos que proponen la dependencia de la deformación plástica tanto de la

componente hidrostática como de la desviadora, las que mejor parecen describir el comportamiento de estos materiales, semejante al de las espumas, son las que exhiben una superficie de plastificación en el plano p - q en forma de elipse, tal y como se muestra en la Figura 7. Este es el caso de los modelos constitutivos denominados “crushable foam” e incluidos en el programa de elementos finitos ABAQUS®, herramienta que se utilizará posteriormente en el análisis numérico de la reconstrucción LCA. Este programa contempla la posibilidad de definir dos tipos de comportamiento “crushable foam”: isotrópico y volumétrico. El modelo isotrópico definiría aquellos materiales que además de exhibir la relación elíptica en el plano p - q , tuviesen el mismo comportamiento a tracción y a compresión (comportamiento simétrico), conservándolo, además, conforme crece la plastificación. Sabiendo que el comportamiento del hueso trabecular a tracción y a compresión es claramente diferente, con relaciones tracción/compresión entre 0.6-0.9 [17], el modelo isotrópico no parece ser el más acertado, señalando hacia el volumétrico como el modelo ideal.

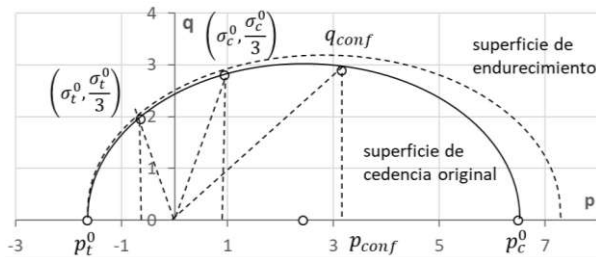


Figura 7. Elipse en el plano q - p del modelo CFV para el hueso trabecular.

El modelo “volumetric crushable foam” describe la superficie de plastificación, en el plano p - q , a través de una relación semejante a la descrita en la Figura 7, en la que no sólo el límite de cedencia a tracción es distinto al de compresión, sino que esta diferencia va aumentando conforme aumenta la deformación, ya que sólo se produce endurecimiento a compresión.

Para definir este modelo de forma correcta se necesitarían conocer los límites de cedencia en condiciones hidrostáticas de tracción ($-p_t$) y compresión (p_c^0), que definirían los dos extremos del lado mayor de la elipse, así como un tercer punto, que normalmente es el límite elástico a compresión uniaxial (σ_c^0). En el programa ABAQUS®, estos datos se introducen a través de los coeficientes K y K_t :

$$K = \frac{\sigma_c^0}{p_c^0} \quad (1)$$

$$K_t = \frac{p_t^0}{p_c^0} \quad (2)$$

No obstante, la gran dificultad de obtener los valores de los límites elásticos a tracción y a compresión en condiciones hidrostáticas, hace que muchos autores hayan recurrido a definir la elipse a través de supuestos y

la ayuda de métodos numéricos [4] o a partir de resultados de ensayos que proporcionen tres puntos de la elipse [19].

En este caso se ha recurrido a una solución intermedia. Por un lado, para definir la elipse, contamos con dos puntos obtenidos experimentalmente: el límite elástico a compresión uniaxial (situado en el punto $q = 3p$) y el límite elástico en el ensayo de compresión confinada ($q/p = 0.92$). El tercero lo definimos a partir del límite elástico a tracción, que, aunque no ha sido obtenido en este trabajo, otros autores [19] definen como un 70% del límite elástico a compresión y estaría situado en el punto ($q = -3p$).

A partir de estos tres puntos se construye la elipse y se obtienen los valores necesarios para definir los dos coeficientes K y K_t a introducir en el programa de elementos finitos. Definidos los coeficientes, se procede a simular el ensayo de compresión confinada evaluando la bondad del mismo comparando los resultados numéricos con los experimentales. Las posibles diferencias únicamente deberían deberse a una incorrecta definición del límite elástico a tracción, que se reajustaría hasta alcanzar el resultado óptimo.

Los dos tipos de ensayo (uniaxial y confinado), han sido modelizados mediante un modelo 2D axisimétrico de una probeta cilíndrica de 10 mm de alto y 10 mm de diámetro, a la que se le aplican las condiciones de contorno necesarias para un caso u otro. El mallado de la probeta se realizó con 200 elementos de tipo quadratic cuadrilateral (CAX8) e integración completa. Además de los coeficientes K y K_t obtenidos mediante el procedimiento descrito anteriormente, las propiedades mecánicas utilizadas han sido las obtenidas experimentalmente en el ensayo de compresión uniaxial en dirección transversal ($E=73\text{MPa}$, $S_y=2.8\text{MPa}$, $\nu=0.27$).

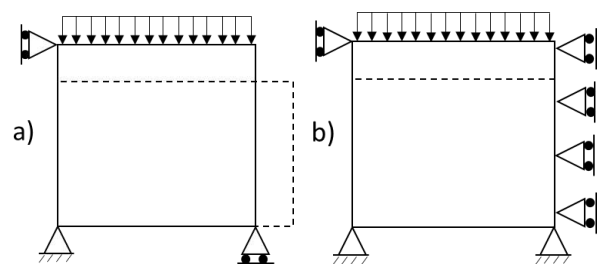


Figura 8. Condiciones de contorno del modelo numérico del ensayo de compresión: a) uniaxial, b) confinada

La Figura 9 muestra, a modo de comparación, algunas de las curvas obtenidas numéricamente junto con dos curvas representativas de los ensayos experimentales de los dos tipos de ensayo de compresión analizados. Como puede observarse, los coeficientes que proporcionan el mejor ajuste han sido $K=0.43$ y $K_t=0.25$, que resultan ser los que se han obtenido a partir del procedimiento experimental expuesto en este artículo. Se observa, además que, siguiendo el procedimiento sugerido, pero

utilizando valores del límite elástico a tracción del 80% o 60% del de compresión ($K=0.39$, $K_t=0.35$; $K=0.48$, $K_t=0.2$) se obtienen tensiones de cedencia ligeramente más bajas. Por su parte, cuando los coeficientes utilizados se eligen arbitrariamente, como sucede en los casos en los que no se dispone de un método consistente para la elección de los mismos [4], los resultados previstos por el modelo se alejan mucho de los obtenidos experimentalmente.

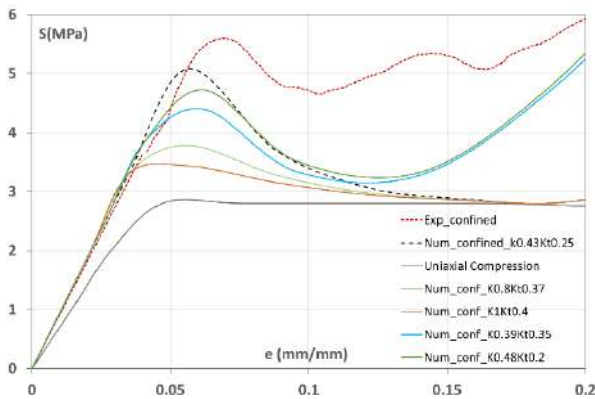


Figura 9. Curvas tensión-deformación experimentales vs numéricas. Efecto de los parámetros del modelo

5. CONCLUSIONES

Los ensayos de compresión uniaxial sobre muestras longitudinales y transversales de hueso trabecular porcino muestran un comportamiento mecánico claramente anisótropo, con una mayor rigidez y resistencia en dirección longitudinal que en la dirección transversal. El módulo elástico longitudinal triplica el exhibido transversalmente, mientras que el límite elástico es prácticamente el doble.

Los resultados de deformación dependen fuertemente del método de medida utilizado, por lo que es necesario tener en cuenta el procedimiento experimental de medida como una de las posibles causas de las grandes diferencias entre los valores del módulo elástico reportados por unos autores y por otros.

La utilización de técnicas de correlación de imágenes ha permitido obtener el módulo de Poisson de este tipo de hueso, que resulta ser de 0.25 en dirección longitudinal y 0.27 en dirección transversal.

El diseño y realización de ensayos de compresión confinada ha permitido confirmar al “volumetric crushable foam” como el modelo constitutivo que mejor describe el comportamiento post-cedencia del hueso trabecular porcino.

Se ha desarrollado un procedimiento que, combinando resultados numéricos y experimentales, ha permitido definir los parámetros característicos del modelo sin tener que recurrir a la realización de ensayos hidrostáticos de tracción y compresión.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean, en primer lugar, agradecer al grupo MasyMas (Principado de Asturias) el suministro del material biológico utilizado. Asimismo, el grupo SIMUMECAMAT agradece la ayuda concedida por el Principado de Asturias a través del Plan de Ciencia, Tecnología e Innovación (IDI/2018/0000134). Por último, C. Quintana agradece al gobierno regional del Principado de Asturias por la ayuda concedida a través del programa de formación predoctoral Severo Ochoa (contrato BP17-27 QBC).

REFERENCIAS

- [1] Y. Takazawa et al. *The Knee* 22 (2015) 569-573.
- [2] E. Peña, B. Calvo, M. Doblaré. *Rev. Int. Mét. Num. Cál. Dis. Ing.* (2006) 22,1, 63-78.
- [3] T. Hildebrand et al. *J Bone Miner Res* (1999) 14(7):1167-74.
- [4] N. Kelly. PhD Thesis, National University of Ireland: Galway, 2012.
- [5] E.F. Morgan, T.M. Keaveny. *J Biomech* (2001) 34(5):569-577.
- [6] E.F. Morgan et al. *J Biomech* (2003) 36(7):897-904.
- [7] D.L. Kopperdahl, T.M. Keaveny. *J Biomech* (1998) 31(7): 601-608.
- [8] R.W. McCalden, J.A. McGeough. *J Bone Jt Surg* (1997) 79(3):421.
- [9] G.L. Niebur et al. *J Biomech* (2000). 33(12):1575-1583.
- [10] J.Y. Rho. *Ultrasonics* (1996) 34:777-783.
- [11] S.A. Goldstein et al. *J Biomech* (1983) 16(12):965-969
- [12] L.Røh et al. *J Biomech* (1991) 24(12):1143-1149.
- [13] M. Chizari, B. Wang, M. Snow. *Proceedings of the World Congress on Engineering* (2007). Vol II (London).
- [14] A.H. Burstein et al. *J Bone Jt. Surg* (1975) 57-A:956-961.
- [15] D.C. Wirtz et al. *J Biomech* (2000) 22:1325-1330.
- [16] A. Dorogoy et al. *J Mech Behav Biomed* (2017) 68:42-50.
- [17] T.M. Keaveny et al. *J Biomech* (1994) 27 (9):1137-1146.
- [18] V.S. Deshpande, N.A. Fleck. *J Mech Phys Solids* (2000) 48:1253-1283.
- [19] I. Carranza et al. *J Mater Sci* (2019) 54:11328-11344.

07 - FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

EFFECTOS DEL HIDRÓGENO EN LA TENACIDAD A LA FRACTURA Y EL COMPORTAMIENTO A FATIGA DE LA ZONA AFECTADA TÉRMICAMENTE DE UN ACERO 42CrMo4 TEMPLADO Y REVENIDO

A. Zafra*, G. Álvarez, J. Belzunce y C. Rodríguez

Grupo de Investigación Simumecamat
E. P. Ingeniería, campus universitario, 33203 Gijón (universidad de Oviedo)
* Persona de contacto: zafraalfredo@uniovi.es

RESUMEN

Con objeto de simular la zona afectada térmicamente de grano grueso (ZAT-GG) que se forma al soldar un acero 42CrMo4 templado y revenido a 700°C, se ha realizado un tratamiento térmico en el laboratorio, consistente en una austenización a 1200°C durante 20 minutos, seguida de un enfriamiento en aceite y posteriormente un tratamiento de revenido a 700°C (2 h), igual al que se le aplica al acero base original. Se ha obtenido de este modo una microestructura final uniforme de martensita revenida de grano grueso, con un tamaño medio de grano austenítico de 150 µm y una dureza de 230 HV30, similares a las que se generan en la mencionada ZAT-GG durante el soldeo convencional del citado acero. Posteriormente se ha procedido a estudiar el comportamiento de esta ZAT-GG en presencia de hidrógeno interno mediante ensayos de tenacidad a la fractura y ensayos de crecimiento de grieta por fatiga, bajo distintas condiciones de sollicitación. Para ello se han utilizado probetas compactas CT, precargadas con hidrógeno en un reactor a elevada presión y temperatura (19.5 MPa y 450°C) durante 21 h. Además, se ha determinado el coeficiente de difusión del hidrógeno en el acero, así como el contenido de hidrógeno presente en las probetas en el curso de los correspondientes ensayos, mediante desorción térmica, utilizando pequeñas probetas cilíndricas precargadas de hidrógeno en las mismas condiciones que las probetas CT. Los resultados de todos estos ensayos se compararon con los obtenidos en el acero base original (207 HV30). Se ha comprobado que la fragilización por hidrógeno de la ZAT-GG ha sido considerablemente mayor que la medida en el acero original, de grano fino (20 µm). La mayor dureza y por lo tanto mayor densidad de dislocaciones de la microestructura de la ZAT-GG provoca una mayor acumulación de hidrógeno en la misma, así como una difusión más lenta de este elemento, que finalmente se traduce en una disminución de la tenacidad a la fractura y un aumento de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga. Además, haciendo uso de la microscopía electrónica de barrido, se han podido detectar cambios significativos en los micromecanismos de fractura operativos en ambos aceros (de dúctil a frágil) al ser ensayados en presencia de hidrógeno interno, siendo este cambio mucho más acusado en la microestructura más grosera de la ZAT-GG.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, acero 42CrMo4, ZAT, tenacidad a la fractura, fatiga, micromecanismos de fractura.

ABSTRACT

In order to simulate the coarse grain heat affected zone (CG-HAZ) produced in welding processes of a 42CrMo4 steel quenched and tempered at 700°C, a laboratory heat treatment consisting in austenitizing at 1200°C for 20 minutes, quenching in oil, followed by tempering at 700°C for 2h (as the original steel grade) was performed. In this way, a homogeneous coarse-grain tempered martensitic microstructure, with an average grain size of 150 µm and hardness of 250 HV, similar to the ones generated in the aforementioned CG-HAZ in welding, was obtained. Afterwards, the behaviour of the simulated CG_HAZ in presence of internal hydrogen was studied by means of fracture toughness and fatigue crack growth tests under different conditions. For this purpose, compact tension (CT) specimens were hydrogen pre-charged in a high pressure reactor at 19.5 MPa and 450°C for 21h. Moreover, the hydrogen diffusion coefficient and the hydrogen content present in the specimens during the mechanical tests, were estimated making use of thermal desorption analysis (TDA) on cylindrical specimens pre-charged in the same conditions. These results were compared with those obtained with the original fine-grain steel grade. In general terms, the embrittlement experienced by the CG_HAZ was considerably greater than that measured in the original steel grade. The greater hardness and higher dislocation density characteristic of the CG-HAZ microstructure justifies a higher hydrogen concentration and a lower diffusivity, which explains the stronger drop in fracture toughness and the acceleration of the fatigue crack growth rate. Additionally, making use of scanning electron microscopy, relevant changes in the operative fracture micromechanisms (from ductile to brittle) were detected in both steel grades when tested in presence of internal hydrogen, being this change more noticeable in the coarser CG-HAZ microstructure.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, 42CrMo4 steel, HAZ, fracture toughness, fatigue, fracture micromechanisms.

1. INTRODUCCIÓN

Hasta la fecha, los principales usos del hidrógeno se encontraban en la industria petroquímica y química, en refinerías de petróleo y en la obtención de amoníaco; aunque también se emplea en la industria metalúrgica y aeroespacial. Actualmente se está generalizando su uso como combustible, especialmente debido al desarrollo de vehículos propulsados por hidrógeno. De hecho, el hidrógeno se postula como alternativa al diésel e incluso al coche eléctrico, en especial desde que el gobierno español ha anunciado que planea prohibir los combustibles fósiles a partir del año 2050, según el borrador de la futura Ley de Cambio Climático.

Sin embargo, la energía basada en el hidrógeno aún tiene una serie de barreras tecnológicas que superar. Y es que, pese a su elevada relación energía-peso, el hidrógeno también tiene una elevada densidad en estado gaseoso 1.33 kg/m^3 (casi el doble que el metano), lo que provoca que las presiones de transporte y almacenamiento del mismo deban ser considerablemente mayores para poder utilizarlo de forma eficiente y rentable respecto a los hidrocarburos tradicionales. En este contexto, la selección de materiales idóneos para la fabricación de recipientes, que trabajen en presencia de hidrógeno gaseoso a elevadas presiones de forma segura, juega un papel fundamental. El uso de aceros estructurales de media-alta resistencia representa una de las opciones más viables [1, 2].

Sin embargo, es ampliamente conocido el hecho de que esta familia de aceros sufre el fenómeno conocido como fragilización por hidrógeno (FPH), que merma considerablemente sus propiedades mecánicas [1-4] y puede dar lugar a roturas repentinas y catastróficas.

En trabajos previos [5-7], se ha demostrado el efecto negativo del hidrógeno en las propiedades a tracción, tenacidad a la fractura y en la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga del acero 42CrMo4 templado y revenido a diferentes temperaturas. Sin embargo, como en la fabricación de depósitos y tuberías es preciso realizar uniones soldadas, es necesario un estudio de las microestructuras más frágiles que se desarrollan en este tipo de uniones, que suelen encontrarse en la zona afectada térmicamente (ZAT).

En este contexto, el objetivo de este trabajo es analizar la influencia del hidrógeno en la tenacidad a la fractura y en la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga de la zona afectada térmicamente de grano grueso (ZAT-GG) del acero 42CrMo4 templado y revenido a 700°C , comparándola con el comportamiento del acero base original, de grano fino.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Acero y tratamientos térmicos

La composición química del acero 42CrMo4 estudiado se recoge en la Tabla 1. El acero base (42CrMo4_845-700) estaba austenizado a 845°C durante 45 min, templado en agua y revenido a 700°C durante 2h.

Tabla 1. Composición química (% en peso) del acero 42CrMo4.

C	Cr	Mo	Mn	Si	Cu	V
0.42	0.98	0.22	0.62	0.18	0.02	0.01

Con el fin de simular la ZAT-GG de una soldadura, tras el análisis de la microestructura de la citada zona tras un proceso de soldeo convencional, el citado acero base fue austenizado a 1200°C durante 20 min, templado en aceite y revenido a 700°C durante 2 horas, obteniéndose así el grado de acero de grano grueso designado 42CrMo4_1200-700.

2.2. Carga de hidrógeno

Las probetas utilizadas en este trabajo se cargaron con hidrógeno gaseoso en un reactor a presión disponible en las instalaciones del centro tecnológico Idonial, en Avilés, Asturias. Con este fin, las probetas permanecieron en contacto con el hidrógeno gaseoso durante 21 h a 450°C bajo una presión de 19.5 MPa. Para la extracción de las mismas, se aplicó siempre una rampa de enfriamiento de 1 h hasta unos 80°C , durante la que se mantuvo constante la presión (19.5MPa) para intentar minimizar la salida de hidrógeno de las probetas. De cualquier manera, en esta etapa tiene lugar siempre una pérdida significativa de hidrógeno. Una vez extraídas las probetas, se mantuvieron en nitrógeno líquido (-196°C) hasta el momento de su ensayo.

2.3. Medidas del contenido de hidrógeno

El equipo empleado para medir el contenido de hidrógeno de las probetas fue el analizador de hidrógeno Leco DH603. Se utilizaron pines cilíndricos de 10 mm de diámetro y 30 mm de longitud y para asegurar la completa extracción del hidrógeno, las muestras se calentaron a 1100°C durante unos 6 minutos.

La curva de desorción de hidrógeno a temperatura ambiente (TA) del acero se obtuvo con estos mismos pines. Una vez cargados de hidrógeno en las condiciones indicadas se mantuvieron a TA durante diferentes periodos de tiempo, con objeto de determinar la evolución del contenido de hidrógeno, C_H (ppm), en función del tiempo de permanencia a TA. Esta curva de desorción también se ha utilizado para evaluar el coeficiente de difusión aparente del hidrógeno en el acero, D_{app} .

2.4. Ensayos de tenacidad a la fractura J- Δa

La caracterización a fractura se realizó empleando probetas compactas (CT) de 48 mm de ancho y 12 mm de espesor. Partiendo de una profundidad de entalla inicial $a_n=20\text{mm}$, las probetas fueron preagrietadas mediante fatiga ($R=0.1$ y $f=10\text{Hz}$), siguiendo la norma ASTM E1820, hasta conseguir una relación de longitud de grieta/ancho, $a/W=0.5$. Posteriormente, fueron entalladas lateralmente para obtener un espesor neto en la zona de la entalla, $B_n=10\text{mm}$.

Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos dinámicos MTS dotada de una célula de carga de 100 kN y se utilizó un extensómetro MTS de tipo COD. La medida del crecimiento de la grieta en el curso del ensayo se llevó a cabo con la ayuda del extensómetro realizando descargas parciales y utilizando el método de la flexibilidad. Por otro lado, el valor de J en cada descarga se calculó como suma de sus componentes elástica y plástica. La primera se determinó a partir del factor de intensidad de tensión, K , y la segunda integrando el área debajo del gráfico carga-desplazamiento del punto de carga. Se obtuvieron de este modo las curvas de resistencia $J-\Delta a$ y la tenacidad a la fractura medida en el inicio del crecimiento de la grieta, $J_{0.2/BL}$, que se define como el valor de J para el que tiene lugar un crecimiento real de la grieta de 0.2 mm (para lo que se ha tenido en cuenta el enromamiento del frente de la grieta, a través de la línea de enromamiento o “blunting line”).

Los ensayos sin hidrógeno se realizaron bajo una velocidad de desplazamiento nominal de 0.1 mm/min, mientras que en el caso de las probetas con hidrógeno interno se empleó una velocidad 100 veces menor, 0.01 mm/min, para dar más tiempo a la fragilización por el hidrógeno. Además, en el acero 42CrMo4_1200-700 se realizó un ensayo de fractura adicional, también a 0.01 mm/min, pero después de haber sometido a la probeta a un proceso de precarga, en el dominio elástico, bajo un factor de intensidad de tensión constante igual a $80 \text{MPa}\sqrt{m}$ (60% de la carga máxima) durante 6 h. El objetivo de este ensayo era generar, antes del propio ensayo de fractura, una región tensionada en el entorno del frente de grieta, con una alta triaxialidad, de manera que altos valores de hidrógeno se acumulasen en esa zona de proceso antes del inicio del ensayo de fractura propiamente dicho.

Para evaluar la disminución de la tenacidad a la fractura, se ha utilizado el índice de fragilización ($IF(J_{0.2/BL})$), cuya expresión se muestra en la Ecuación 1. Este parámetro varía entre 0 ($J_{0.2/BL H} = J_{0.2/BL}$, no hay fragilización alguna) y 1 ($J_{0.2/BL H} = 0$, fragilización máxima).

$$IF(J_{0.2/BL})[\%] = \frac{J_{0.2/BL} - J_{0.2/BL H}}{J_{0.2/BL}} \cdot 100 \quad (1)$$

2.5. Ensayos de crecimiento de grieta por fatiga

El estudio experimental se completó con ensayos de medida de la velocidad de crecimiento de grieta por

fatiga, que fueron realizados con la misma máquina, sobre probetas compactas, CT, de 48 mm de ancho y 10 mm de espesor, preagrietadas igualmente por fatiga hasta una relación longitud de grieta/ancho, $a/W=0.2$. La metodología empleada en estos ensayos se adecuó a la norma ASTM E647. La medida del avance de la grieta en el ensayo se realizó por el método de la flexibilidad con la ayuda de un extensómetro tipo CTOD.

Se empleó en todos los casos una relación de carga $R=0.1$, y una frecuencia nominal de 10 Hz en el caso de las probetas sin hidrógeno interno y de 1 y 0.1 Hz en el caso de las probetas con hidrógeno interno, con el fin de dar tiempo al daño por hidrógeno y poder comparar adecuadamente el comportamiento a fatiga de ambos grados de acero en presencia de hidrógeno.

2.6. Observación microestructural y de las superficies de fractura

Tanto las superficies de fractura como la microestructura resultante del tratamiento térmico se analizaron haciendo uso de un microscopio electrónico de barrido (MEB) JEOL-JSM5600, situado en los Servicios Científico Técnico de la Universidad de Oviedo.

3. RESULTADOS

3.1. Microestructuras y propiedades mecánicas

En la Figura 1 se muestran respectivamente las microestructuras del acero original 42CrMo4_845-700 y del acero de mayor tamaño de grano 42CrMo4_1200-700. En ambos casos la microestructura es martensita revenida, observándose una homogénea precipitación de carburos ricos en Fe y Cr, que ha tenido lugar durante la etapa de revenido.

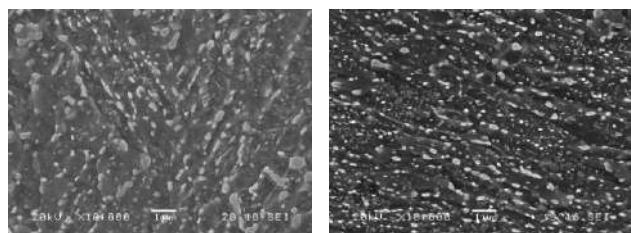


Figura 1. Microestructuras del acero (a) 42CrMo4_845-700 y (b) 42CrMo4_1200-700. SEM, 10000x.

La principal diferencia entre ambos grados de acero reside, principalmente, en su dureza y en el tamaño de grano austenítico, 207 HV30 y 20 μm para el acero base y 230HV30 y 150 μm para el acero 42CrMo4_1200-700. Es decir, la mayor temperatura de austenización empleada para simular la microestructura de la ZAT-GG provoca un aumento del tamaño de grano austenítico y el mayor gradiente térmico que se aplica al templar desde una temperatura tan elevada, genera una microestructura más distorsionada, con mayores tensiones internas y una mayor dureza, y estas diferencias se mantienen tras el revenido. Desde un punto de vista práctico, la

microestructura relativa a la ZAT-GG, más dura, tendrá una mayor densidad de dislocaciones, que son los principales lugares de acumulación de hidrógeno en los aceros estructurales, y que además, favorecen su movilidad en el transcurso de los ensayos mecánicos y, por lo tanto, su potencial transporte hasta la región del frente de grieta.

3.2. Curva de desorción de hidrógeno

En la figura 2 se muestran las curvas de desorción de hidrógeno obtenidas a TA para los dos grados de acero, así como el ajuste numérico empleado para la determinación del coeficiente de difusión, que se ha basado en la aplicación de la Ley de Fick (ecuación 2), donde J representa el flujo de hidrógeno, D_{app} el coeficiente de difusión aparente y C_H la concentración de hidrógeno en la probeta.

$$J = -D_{app} \nabla C_H \quad (2)$$

Para el ajuste se ha utilizado el software Abaqus suponiendo una difusión unidireccional radial. Además, en la Tabla 2 se recoge el contenido inicial de hidrógeno, C_0 , y el contenido de hidrógeno final, C_f , (hidrógeno fuertemente retenido en la microestructura, tras 300 h a TA). El hidrógeno difusible, C_d , que es la diferencia entre el inicial y el residual, constituye el hidrógeno que es capaz de moverse libremente a través de la microestructura del acero a TA. En la misma tabla también se incluye el coeficiente de difusión aparente de hidrógeno, D_{app} , determinado en los dos grados de acero mediante la simulación numérica del proceso de difusión y su ajuste con los resultados experimentales.

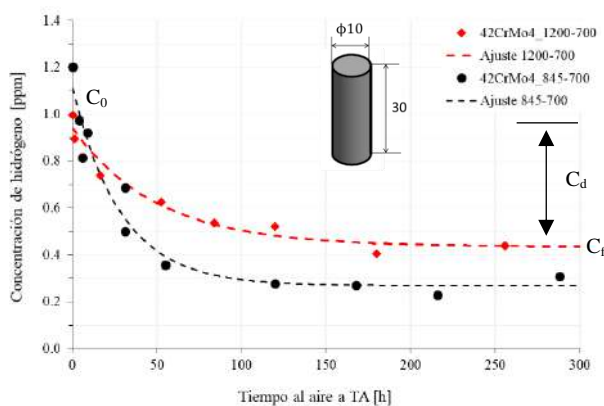


Figura 2. Curvas de desorción de hidrógeno (experimental) y ajuste con Abaqus (FEM).

Tabla 2. Hidrógeno inicial (C_0), final (C_f), difusible (C_d) y coeficiente de difusión aparente del hidrógeno (C_{app}).

Grado Acero	C_0 [ppm]	C_f [ppm]	C_d [ppm]	D_{app} [m^2/s]
845-700	1.2	0.3	0.9	$4.2 \cdot 10^{-10}$
1200-700	1.0	0.45	0.55	$2.6 \cdot 10^{-10}$

Estos resultados se explican en virtud de la mayor dureza, y por lo tanto mayor densidad de dislocaciones (que

constituyen la principal trampa de hidrógeno en estas microestructuras) del acero austenizado a mayor temperatura (42CrMo4_1200-700). Este grado de acero tiene mayor capacidad para atrapar hidrógeno, lo que explica la mayor concentración de hidrógeno final, y su menor coeficiente de difusión.

3.3. Ensayos de tenacidad a la fractura J-Δa

Los resultados obtenidos en los ensayos de fractura con ambos aceros, llevados a cabo sobre probetas CT sin hidrógeno y con hidrógeno interno, se resumen en la Tabla 3, que incluye las condiciones de ensayo, su duración, el contenido aproximado de hidrógeno a lo largo del mismo (C_H), el valor de la tenacidad a fractura ($J_{0.2/BL}$) y el índice de fragilización asociado. Además, se indican los micromecanismos de fractura operativos en cada caso, tanto en la zona de iniciación del crecimiento de la grieta como en la de propagación.

Así mismo, en la Figura 3 se comparan las curvas J-Δa de ambos aceros, obtenidas sin hidrógeno (1 mm/min) y con hidrógeno a 0.01 mm/min. En ausencia de hidrógeno, el acero con el tamaño de grano grueso muestra una tenacidad a la fractura algo menor (en torno a un 20%) que la del acero base, que podemos justificar en virtud de su mayor dureza. Por otro lado, se evidencia el efecto perjudicial del hidrógeno sobre la tenacidad a la fractura en ambos aceros, que además tiende a acentuarse al aumentar el tamaño del grano austenítico. De hecho, la disminución del parámetro $J_{0.2/BL}$ fue del 41% para el acero base y del 52% para el acero 42CrMo4_1200-700 al ser ensayados a 0.01 mm/min.

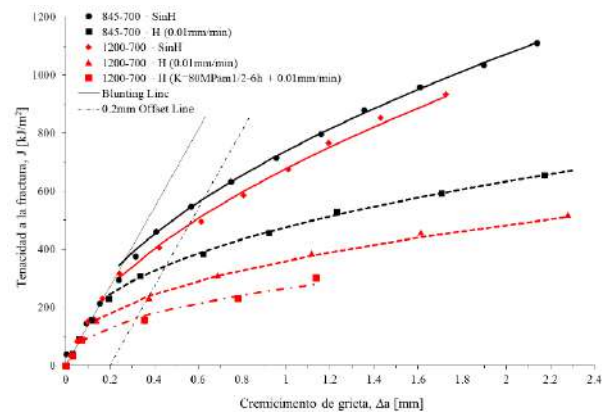


Figura 3. Curvas J-Δa de ambos grados de acero ensayados sin H y con H bajo diferentes condiciones.

Además, también se puede ver que al someter a la probeta a un proceso de precarga de 6h bajo un factor de intensidad de $80MPa\sqrt{m}$, el índice de fragilización asociado a la tenacidad es aún mayor, alcanzando el 67% (véanse Figura 3 y Tabla 3). El mantenimiento durante unas horas de una zona tensionada en el entorno del frente de grieta, en la que se genera una alta triaxialidad, favorece la acumulación del hidrógeno en esa zona de proceso, que explica la mayor fragilización.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de fractura con y sin hidrógeno bajo diferentes condiciones. *Micromecanismos de fractura: CMH=coalescencia de microhuecos, DLM= descohesión lajas martensíticas, IG=intergranular.

Grado Acero	V _{ensayo} [mm/min]	Precarga [MPa√m]	Duración	C _H [ppm]	J _{0.2/BL} [kJ/m ²]	IF(J _{0.2/BL}) [%]	Micromecanismos de fractura*	
							Iniciación	Propagación
845-700	1	---	40 min	---	580	---	CMH	
	0.01	---	8.3 h	1.2→0.9	345	41	DLM (250μm)	CMH
1200-700	1	---	18 min	---	488	---	CMH	
	0.01	---	6.2 h	1.0→0.9	233	52	IG+DLM (500μm)	CMH+IG
	0.01	80 (6h)	2.5 h	1.0→0.9	162	67	IG+DLM (600μm)	CMH+IG

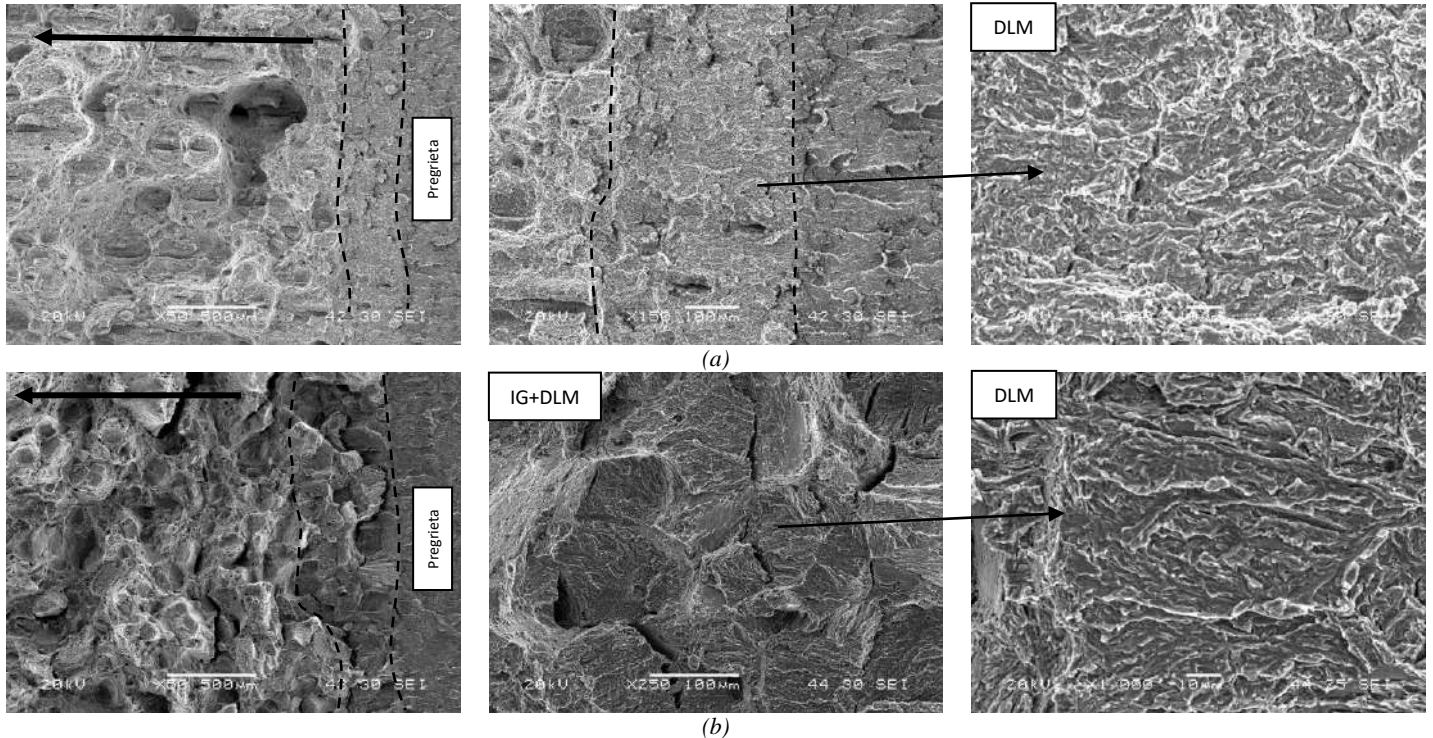


Figura 4. Superficies de fractura (SEM) de (a) 42CrMo4_845-700 con H a 0.01mm/min y (b) 42CrMo4_1200-700 con H a 0.01mm/min.

El micromecanismo de fractura operativo en las probetas ensayadas sin hidrógeno interno fue en ambos aceros de tipo dúctil en toda la superficie de fractura (tanto en la región de iniciación como en la de propagación), caracterizado por la coalescencia de microhuecos (CMH). La superficie de fractura del acero base ensayado con hidrógeno interno a 0.01 mm/min se muestra en la Figura 4(a) bajo diferentes aumentos. Se observan dos zonas claramente diferenciadas, la zona de iniciación del crecimiento de grieta, de unos 250 μm, en la que el micromecanismo de fractura operativo ha sido la descohesión de las intercaras entre las lajas martensíticas (DLM), seguida de la zona de propagación, dónde el micromecanismo de fractura operativo principal ha vuelto a ser la coalescencia de microhuecos (CMH). De forma análoga, y para comparar los micromecanismos presentes, en la Figura 4(b) se muestra la superficie de fractura del acero correspondiente a la microestructura de grano grueso ensayado también con hidrógeno a 0.01 mm/min. Al igual que en el acero base, también se diferencia claramente la zona de iniciación de la de propagación. La zona de iniciación, que es ahora de unos 500 μm, se caracteriza por un micromecanismo de fractura mixto, de fractura intergranular, IG, junto a DLM, destacando el gran tamaño de las unidades fracturadas (lajas y granos), en virtud del tamaño grueso

del grano de este acero. En la región de propagación, vuelve a predominar el mecanismo CMH, pero se observa también una cierta fracción de fractura intergranular, IG [8].

3.4. Ensayos de crecimiento de grietas por fatiga

Las curvas de velocidad de crecimiento de grieta por fatiga (da/dN) frente a la amplitud del factor de intensidad de tensión (ΔK), para ambos grados de acero ensayados a R=0.1 sin hidrógeno (f=10Hz) y con hidrógeno interno (f=0.1Hz), se muestran en la Figura 5. Cabe destacar que los aceros ensayados con hidrógeno a 1 Hz no mostraron aceleración alguna del crecimiento de la grieta, por lo que no se han incluido en la gráfica.

En ambos grados de acero se observa claramente el efecto acelerador del hidrógeno sobre la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga, que se reduce a medida que aumenta el factor ΔK aplicado, siendo también el citado efecto más notable en el acero de grano grueso. Así, para un ΔK de 40 MPa√m, el acero base ha visto multiplicada por 4.6 su velocidad de crecimiento de grieta debido al hidrógeno interno, mientras que en el acero austenizado a mayor temperatura (ZAT-GG) el factor multiplicador se ha elevado hasta 7.2.

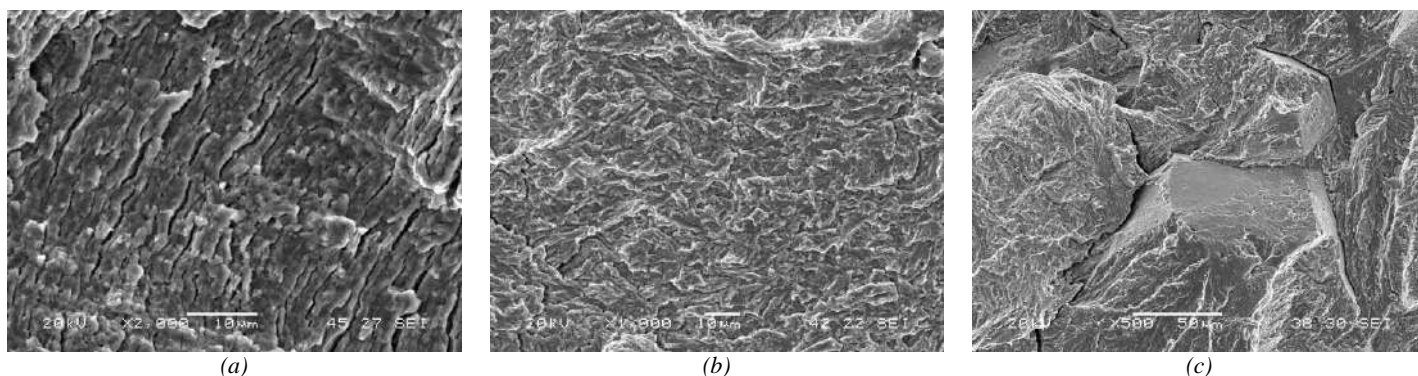


Figura 6. Superficies de fractura en los ensayos de fatiga (SEM) de (a) 42CrMo4_1200-700 sin H a 10Hz, (b) 42CrMo4_845-700 con H a 0.1Hz y (c) 42CrMo4_1200-700 con H a 0.1Hz

Cabe igualmente destacar que, en presencia de hidrógeno, la velocidad de crecimiento de grieta se mantiene prácticamente constante en el rango de los valores bajos de ΔK (apenas depende del valor de ΔK aplicado) de un modo similar a lo que sucede en los ensayos de crecimiento de grieta bajo carga constante asistidos por el medio ambiente.

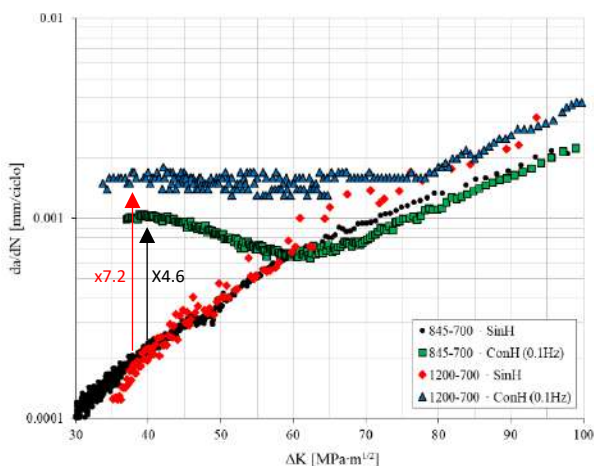


Figura 5. Curvas $da/dN-\Delta K$ de ambos grados de acero ensayados a $R=0.1$ sin H (10 Hz) y con H (0.1 Hz)

Además, el comportamiento comentado en relación a las curvas $da/dN-\Delta K$, coincide con las observaciones realizadas sobre las superficies de fractura (Figura 6). En las probetas ensayadas sin hidrógeno de ambos grados de acero, el micromecanismo característico consiste en la formación de las típicas estrías de fatiga (sinónimo de un comportamiento dúctil), Figura 6(a). Sin embargo, en las probetas del acero base ensayadas con hidrógeno interno a 0.1 Hz, el micromecanismo de fractura operativo prácticamente a lo largo de toda la extensión de la grieta fue la descohesión de las intercaras entre las lajas martensíticas (DLM), Figura 6(b), mientras que en el acero de grano grueso, ensayado en las mismas condiciones, se ha observado un micromecanismo de fractura mixto, caracterizado por descohesión entre granos austeníticos (IG), y DLM, como se muestra ahora en la Figura 6(c).

CONCLUSIONES

La presencia de hidrógeno interno ha provocado una disminución de la tenacidad a la fractura, así como un aumento de la velocidad de crecimiento de grieta por

fatiga que ha sido significativamente mayor en la microestructura que simula la ZAT-GG que en el acero base original. Se han detectado igualmente cambios en los mecanismos de fractura operativos, de dúctil a frágil. Estos resultados se justifican en virtud de mayor dureza que se genera tras el temple realizado desde una temperatura superior, que se mantiene tras el revenido final, lo que da lugar a una mayor densidad de dislocaciones, que favorecen el atrapamiento del hidrógeno y su acumulación en la zona de proceso. Además, factores como la velocidad de aplicación de la carga y la aplicación de una precarga en los ensayos de fractura, así como la frecuencia de ensayo y la amplitud del factor de intensidad de tensión aplicado en los ensayos de crecimiento de grieta por fatiga, desempeñan un papel fundamental en el proceso de daño inducido por el hidrógeno.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades en el marco del proyecto RTI2018-096070-B-C31 (H2steelweld) y A. Zafra su contrato dentro del programa "Severo Ochoa" financiado por el Principado de Asturias dentro del proyecto PA-18-PF-BP17-038.

REFERENCIAS

- [1] L. Briottet, R. Batisse, G. de Dinechin, P. Langlois, L. Thiers. Int. J. Hydrogen Energy 37 (2012) 9423-9430.
- [2] Y. Murakami, S. Matsuoka. Eng. Fract. Mech. 77 (2010) 1956-1940.
- [3] J. Yamabe, T. Awane, S. Matsuoka. Int. J. Hydrogen Energy 40-34 (2015) 11075-11086.
- [4] M. Nagumo, Fundamentals of Hydrogen Embrittlement, 1st ed. (2016) Springer.
- [5] A. Zafra, L.B. Peral, J. Belzunce, C. Rodríguez. Int. J. Hydrogen Energy 42 (2018) 9068-9082.
- [6] A. Zafra, L.B. Peral, J. Belzunce, C. Rodríguez. Int. J. Pressure Vessels and Piping 171 (2019) 34-50.
- [7] L.B. Peral, A. Zafra, S. Blasón, C. Rodríguez, J. Belzunce. Int. J. of Fatigue 120 (2019) 201-214.
- [8] A. Nagao, M. Dadfarnia, B. P. Somerday, P. Sofronis, R. O. Ritchie. J. Mech. Phys. Solids 112 (2018) 403-430.

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE RECUBRIMIENTOS W/CU PARA SU APLICACIÓN EN LOS FUTUROS REACTORES DE FUSIÓN

S. Tarancón¹, E. Tejado¹, M. Richou², JY. Pastor¹

¹ Departamento de Ciencia de Materiales-CIME, Universidad Politécnica de Madrid, Madrid, España

² CEA Cadarache, Research Institute for Magnetic Fusion IRFM, 13108, Saint-Paul-Lez-Durance, Francia

RESUMEN

El diseño del futuro reactor de fusión DEMO requerirá materiales capaces de soportar las extremas condiciones de operación en su interior, especialmente en el divertor, donde tendrá lugar la mayor carga térmica. En este componente, se ha propuesto la introducción de una intercara W/Cu para reducir las tensiones térmicas y aumentar así la durabilidad del sistema de refrigeración, por lo que la caracterización mecánica de estos materiales en condiciones de operación resulta necesaria. En este trabajo se ha realizado la caracterización mecánica y microestructural de recubrimientos W/Cu fabricados mediante la técnica de proyección en frío o Cold-Spray mediante distintas técnicas de análisis, destacando entre ellas, la determinación del módulo de elasticidad por resonancia de los sistemas recubrimiento-sustrato y su correlación con las medidas directas de los recubrimientos y, especialmente, la medida de su resistencia a tracción. Estos ensayos revelaron un comportamiento elástico y lineal hasta rotura, cuya resistencia a tracción aumenta proporcionalmente con el contenido de W, por lo que es muy posible que estas partículas actúen de barrera para ralentizar el avance de las grietas, aumentando hasta un cincuenta por ciento la resistencia de los recubrimientos.

PALABRAS CLAVE: Wolframio, Cobre, recubrimientos, propiedades mecánicas

ABSTRACT

The design of the future fusion reactor DEMO involves the selection of materials able to withstand the extreme operating conditions inside it; especially in the divertor, where the highest thermal loads are expected. In this component, the introduction of a W/Cu interface to reduce the thermal stresses and increase the durability of the heat sink has been proposed. Therefore, the mechanical characterisation of these materials under the operating conditions seems necessary. In this work, the mechanical and microstructural characterisation of W/Cu coatings manufactured by Cold-Spray has been carried out by means of different analysis techniques. Among them, the determination of the Young's Modulus of the coating-substrate systems and its correlation with the direct measurements of the coating itself and, especially, the measurement of their tensile strength, stand out. These tests revealed an elastic and linear behaviour until fracture, whose tensile strength increases proportionally with the W content, as these W-particles act as crack arrestors, increasing up to fifty per cent the resistance of the coatings.

KEYWORDS: Tungsten, Copper, coatings, mechanical properties

1. INTRODUCCIÓN

En el futuro reactor de fusión DEMO se espera conseguir una mejora en cuanto al rendimiento de ITER: pasando de una ganancia de energía, Q , de diez a sesenta; siendo Q el cociente de la energía de fusión producida en un reactor de fusión nuclear respecto a la energía requerida para mantener el plasma en estado estacionario. Puesto que la energía que se espera obtener es mucho más elevada (500 MW en la versión europea de DEMO, EU-DEMO, frente a 100 MW en ITER [1]), algunos componentes han tenido que ser rediseñados y, por tanto, su comportamiento en operación deberá ser puesto a prueba. El divertor, por sus funciones de extraer la energía térmica del plasma, y eliminar los productos de la reacción nuclear, es una de las zonas con un nuevo

diseño. Su diseño actual (Figura 1) contempla, como superficie en contacto con el plasma (*Plasma Facing Component*, PFC), unos monobloques de W, por cuyo interior circula el agua refrigerante a través de una tubería de CuCrZr. Los diferentes coeficientes de expansión térmica, CTE, ($E_{Cu} \approx 0.2E_W$) y módulos de elasticidad del Cu y del W [2], hacen necesaria la búsqueda de una solución adecuada para absorber las deformaciones que tienen lugar en la intercara entre ambos materiales cuando el divertor está expuesto a altas cargas térmicas. Una de estas soluciones ha sido la formación de un recubrimiento en forma de anillo de composición gradual Cu-W, que facilite la unión monobloque-tubería, tal y como se muestra en la Figura 1c. Además de su coeficiente de expansión térmica y constantes elásticas, el Cu y el W presentan grandes diferencias de densidad y

punto de fusión; siendo nulas su miscibilidad y su reactividad química, por lo que la deposición de un recubrimiento de estas características no es posible con las técnicas habituales [3–5].

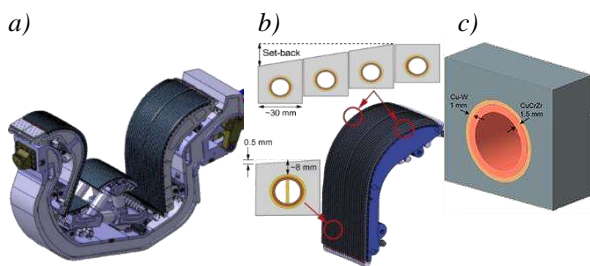


Figura 1. a) Esquema del divertor en el reactor de fusión ITER, b) Localización de los monobloques de W que constituyen las áreas de mayor incidencia térmica en el divertor y c) Esquema de un monobloque de W rodeando la tubería de CuCrZr

Aunque existen numerosas técnicas para la deposición de recubrimientos, en la mayoría de ellas se emplean la evaporación del material o reacciones químicas para formar la capa deseada sobre el sustrato [6], no siendo posible en el sistema W-Cu. La técnica Cold-Spray, sin embargo, se caracteriza por la ausencia de fusión para la formación del recubrimiento, lo que favorece la limitación de los fenómenos de oxidación en la capa formada. En este proceso, las partículas son proyectadas a elevada velocidad, lo que hace posible la deposición y unión, por la deformación plástica que sufren durante el impacto contra el sustrato [5,7]. De esta forma, la solubilidad entre los elementos es innecesaria pues el único requisito que deben cumplir los materiales, es que al menos uno de ellos sea dúctil a temperatura ambiente [9] (en este caso el Cu). Además, esta técnica permite realizar deposiciones sobre cualquier tipo de geometría [8], algo fundamental para su aplicación en tuberías. Por todo lo anterior, el objetivo principal de este trabajo ha sido el estudio de un recubrimiento multicapa de composición gradual W-Cu (0, 25, 50 y 75 vol.% W) para su aplicación como intercara en los futuros reactores de fusión. Para ello, se han estudiado las propiedades de cada una de las capas que lo componen, haciendo un especial énfasis en sus propiedades mecánicas, así como en el desarrollo de nuevas técnicas no destructivas para la caracterización de éstos y otros recubrimientos.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1. Deposición de los recubrimientos

Los recubrimientos evaluados en este trabajo fueron fabricados mediante Cold-Spray en las instalaciones del CEA (*Commissariat à l'énergie atomique et aux Energies Alternatives*) en Cadarache, Francia. Sobre un bloque rectangular de Al, se proyectaron partículas de Cu y W de pequeño tamaño (5- 50 μm), aceleradas por gas nitrógeno presurizado (32-36 bar) y calentado a

temperaturas entre 300 y 600 $^{\circ}\text{C}$. Si bien el recubrimiento tendrá una composición gradual, para una mejor caracterización, se han producido 4 sistemas de sustrato de Al con recubrimientos de aproximadamente 300 μm de espesor, con diferentes composiciones: 100 %Cu, 75 %Cu-25 %W, 50 %Cu-50 %W, 25 %Cu-75 %W, refiriéndose todas ellas a porcentaje en volumen. Se ha seleccionado el Al como material del sustrato por su disponibilidad y facilidad de pulido, así como por su dureza, lo que garantiza que la adhesión del recubrimiento sea la adecuada.

2.2. Caracterización mecánica

En primer lugar, se determinó la densidad de los recubrimientos mediante el método de Arquímedes y la regla de las mezclas para diferenciar la contribución del sustrato y del recubrimiento. Teniendo en cuenta los valores experimentales y los teóricos ($\rho_{\text{Al}} = 2.636 \text{ g/cm}^3$, $\rho_{\text{W}} = 19.35 \text{ g/cm}^3$ y $\rho_{\text{Cu}} = 8.96 \text{ g/cm}^3$) [10], se calculó la densidad relativa y la porosidad de los recubrimientos, tanto depositados sobre el sustrato como aislados de éste. Adicionalmente, utilizando el software ImageJ, se realizó un estudio composicional complementario de los recubrimientos, así como una cuantificación de su porosidad.

Con el equipo de nanoindentación Nano Indenter XP, de MTS Systems Corporation (Nano Instruments Innovation Center, MTS Systems, TN, USA) se realizaron 30 indentaciones, empleando el módulo de medida continua de la rigidez (CSM: Continuous Stiffness Measurement). Para obtener las durezas y los módulos de elasticidad (nE) mediante el Método propuesto por Oliver y Pharr [11]. El ensayo se realizó a temperatura ambiente con una punta de diamante tipo Berkovich, que alcanzó una profundidad máxima de indentación de 1000 nm, igualmente se determinó la dureza Vickers con un durómetro Akashi MVK-EIII (Akashi Co. Ltd., Inami, Japón), aplicando 500 mN y 1 N de carga, durante 10 s.

El módulo de elasticidad de los recubrimientos fue evaluado también determinando su frecuencia de resonancia, tal y como definieron Chandra y Clyne [12]. El procedimiento consiste en soportar la probeta sobre dos nodos situados a $0.224 \cdot L$ de los extremos, y mediante un ligero impulso mecánico con un pequeño percutor, hacerla vibrar. Las señales vibracionales son detectadas, recogidas, aisladas por un detector, y analizadas con un micro-procesador, que facilita la lectura digital de la frecuencia de resonancia dominante [13]. El equipo utilizado fue un GRINDOSONIC MK5 Industrial (Lemmens, Bélgica).

Finalmente, mediante técnicas metalográficas se aislaron los recubrimientos del sustrato y se mecanizaron probetas con forma de hueso de perro de pequeñas dimensiones (2,5 x 0,25 x 5 mm en la zona tracción). Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina de ensayos universal INSTRON Modelo 3369 (Boston, MA, USA),

a temperatura ambiente, y una velocidad de ensayo de 10 $\mu\text{m}/\text{min}$. Las dimensiones de las probetas hicieron imposible acoplar un extensómetro convencional, teniendo que recurrir a un sistema de correlación digital de imágenes (DIC) para determinar la deformación real de las mismas en cada instante. La técnica DIC emplea algoritmos que registran el movimiento relativo de cada punto del material teniendo como referencia un patrón sin deformar, y una imagen que se deforma durante el ensayo, para ello se utilizó una cámara de alta resolución (3840 x 2748 pixels), y una velocidad de grabación de 10 imágenes por segundo. Una vez realizados los ensayos, se utilizó el software libre Ncorr basado en MATLAB para su análisis tal y como se explica en [14,15].

Este extensómetro digital fue calibrado inicialmente con probetas tabuladas de aluminio, para lo que se emplearon dimensiones estándar y otras de reducido tamaño, similares a las dimensiones de las probetas de los recubrimientos. Una vez realizados los ensayos de tracción, con los datos obtenidos de las curvas tensión-deformación, se determinó el módulo de elasticidad de cada material, gracias a la pendiente de la zona lineal de dicha curva.

La observación microestructural y fractográfica se realizó con un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo, (FESEM) (Zeiss, Oberkochen, Alemania). Para el revelado de la microestructura y las fronteras de grano, las muestras fueron preparadas metalográficamente con pasta de diamante y se realizaron dos ataques químicos diferentes: 10 segundos con Murakami (disolución de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ y KOH en agua) para el W; y 30 segundos con el reactivo $\text{FeCl}_3 + \text{HCl} + \text{etanol}$, para el Cu.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura y densidad

La microestructura de los recubrimientos de estudio, se observó en muestras que no habían sido sometidas a ningún ensayo que pudiese alterar sus propiedades o su microestructura. Tal y como muestra la

Figura 2, los recubrimientos presentaban una microestructura bifásica, donde partículas brillantes de W de unas 10 μm , se encontraban homogéneamente dispersas en una matriz de Cu, que actuaba como adhesivo, y que se encuentra representada en una tonalidad más oscura. El estudio realizado con el software de análisis de imagen ImageJ, reveló un contenido en W entre 30-50 % inferior al teórico.

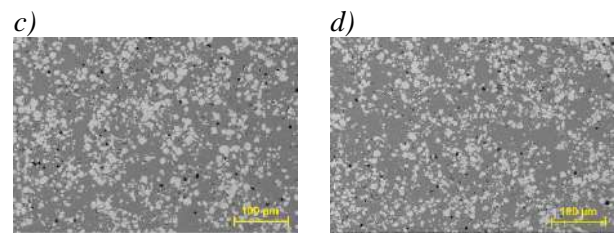
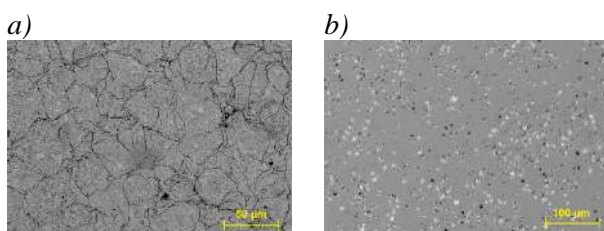


Figura 2. Micrografía SEM de la superficie de los materiales de estudio. La matriz gris oscura pertenece al Cu, las partículas blancas al W, los poros son negros. Materiales: a) 100 %Cu. b) 75 %Cu. c) 50 %Cu. d) 25 %Cu

El origen del problema podría deberse a la fase de deposición: en el momento de impacto entre las partículas de Cu y W con el sustrato, cuando una fracción significativa de W llega a la superficie puede adherirse a la perfección si se encuentra con una zona libre compuesta por Cu, pero si por el contrario topa con una región ocupada ya por partículas de W, la adhesión puede no tener lugar, con la consiguiente pérdida de material por rebote [5,16]. Tomando como valores de composición correctos, los obtenidos con el ImageJ, se midió la densidad de los recubrimientos unidos al sustrato, así como separados del mismo. Presentaban valores prácticamente iguales, y a la vez coincidentes con la densidad teórica. La porosidad del recubrimiento 100 %Cu presentaba un valor cercano a cero, por su elevada ductilidad [5], aunque en el resto de materiales ésta era inferior al 4% de porosidad.

3.2. Dureza

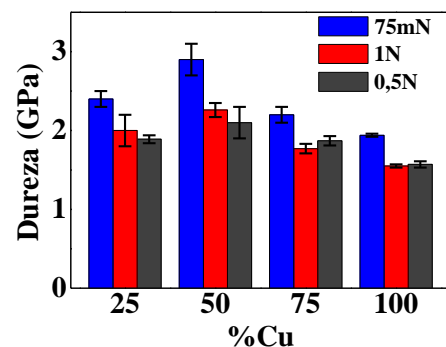


Figura 3. Representación gráfica de los resultados de las microdurezas y las nanodurezas de los recubrimientos al aplicar cargas de 75 mN, 0,5 N y 1 N, en función de las composiciones

En la Figura 3 se muestran los valores medios de la microdureza y de la nanodureza de la superficie de todos los recubrimientos obtenidos con el microdurómetro y el nanoindentador, a 1 N y 0.5 N y a 75 mN, respectivamente. Las durezas calculadas sobre la superficie resultaron bastante homogéneas, independientemente de la carga aplicada, demostrando que no hay un efecto negativo de la misma. Existe una pequeña diferencia entre los valores de microindentación, y los de nanoindentación, hecho que

puede deberse a la superficie abarcada por cada una de las puntas. Las medidas realizadas con el nanoindentador representan las propiedades de una zona muy pequeña del recubrimiento, por lo que es posible evaluar las propiedades cada uno de los componentes, Cu o W, por separado. Mientras que con el microdurómetro es posible realizar una medida que recoja al mismo tiempo las propiedades de ambos materiales. Todos los recubrimientos presentaban durezas intermedias entre la del W y la del Cu, y a medida que aumentaba el porcentaje de W, la dureza también lo hacía.

3.3. Módulo de elasticidad

Tabla 1. Resumen módulos de elasticidad de los recubrimientos, donde E_{th} es el teórico, nE el módulo de elasticidad medido mediante nanoindentación, y E_{RF} el módulo de elasticidad obtenido por la medida de su frecuencia de resonancia

Material	E_{th} (GPa)	nE (GPa)	E_{RF} (GPa)
100 %Cu	124.00	124.9 ± 0.8	100.55
75 %Cu	164.65	140 ± 6	129.55
50 %Cu	213.43	169 ± 7	147.30
25 %Cu	221.56	147 ± 4	159.03

Dos técnicas de ensayos no destructivos fueron empleadas en la determinación del módulo de elasticidad de los recubrimientos: la nanoindentación y la frecuencia de resonancia. Los resultados obtenidos a través de ambas técnicas presentaban valores muy similares, siendo un 10 % superiores los extraídos de la nanoindentación. En todos los recubrimientos, tal y como se muestra en la tabla 1, el valor teórico estaba muy por encima del resto de resultados. La nanoindentación ofreció medidas que se asemejan más al módulo de elasticidad teórico de los recubrimientos, probablemente por lo descrito anteriormente respecto al tamaño de la huella de indentación. Por otro lado, el módulo nE , del recubrimiento 25 %Cu, reflejó una disminución respecto al 50 %Cu, lo que podría significar que esa zona concreta de ensayo no era del todo homogénea.

El método de frecuencia de resonancia, sin embargo, mostró una tendencia clara: a medida que el porcentaje en W aumentaba, también lo hacía el módulo de elasticidad. Esta técnica también descubre diferencias elevadas entre los datos teóricos y los hallados. Esta discrepancia pudo estar condicionada por la geometría de las probetas, al presentar una relación anchura/altura inferior a la ideal [12].

3.4. Ensayos de tracción

Antes de ensayar los recubrimientos, se realizó una calibración del sistema DIC, para verificar que los resultados de deformación conseguidos mediante el extensómetro virtual eran coincidentes con los del extensómetro de contacto, para ello se utilizaron probetas de tamaño estándar según la norma ASTM E8 [17]. Los

valores de deformación obtenidos del desplazamiento del bastidor de la máquina de ensayos también fueron registrados. La correlación entre los tres sistemas se muestra en la Figura 4.

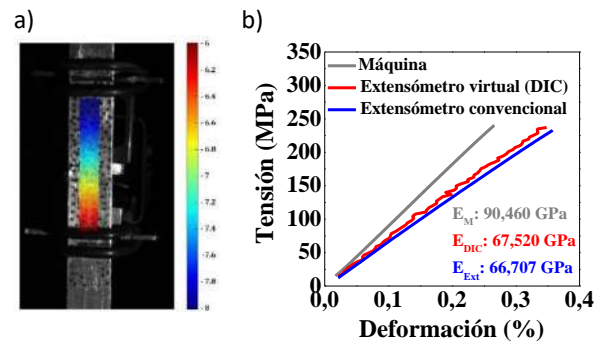


Figura 4.. Calibración de las probetas estándar de Al. a) Montaje del ensayo incluido el extensómetro convencional, unidades en cm b) Resultados zona elástica, indicando el valor de los módulos de elasticidad de cada curva

La calibración con las probetas estándar de Al, demostró que los resultados del DIC, aunque con mayor ruido en la toma de datos, son coincidentes con los del extensómetro convencional, y ambos muy similares al valor del aluminio de referencia (70.50 GPa). El DIC ofreció un módulo de elasticidad de 68 GPa, y el extensómetro convencional de 67 GPa. Los valores de deformación registrados a través del desplazamiento del bastidor, difirieron considerablemente de los anteriores con un módulo de elasticidad de 90 GPa, por lo que no se tuvieron en cuenta.

Tal y como se ha mencionado, se realizó un segundo ensayo de calibración con probetas de reducido tamaño, para cerciorarse de que el sistema DIC, era capaz de registrar las deformaciones que sufrían las probetas más pequeñas. El resultado fue positivo, por lo que los recubrimientos aislados fueron ensayados a tracción hasta rotura, y a temperatura ambiente.

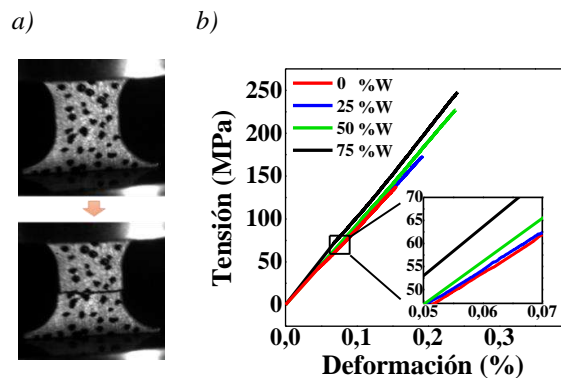


Figura 5. Ejemplo de la rotura de las probetas, y curvas tensión-deformación resultantes del ensayo de tracción uniaxial de los recubrimientos

La Figura 5 muestra el comportamiento a tracción de todos los recubrimientos Cu-W. En los resultados obtenidos dejan ver un comportamiento elástico y lineal hasta rotura, idéntico en todos los materiales. Puede sorprender la fractura frágil de los recubrimientos, dado el carácter dúctil del Cu, pero este comportamiento se explica como una consecuencia directa del delgado espesor de los mismos. El módulo de elasticidad aumentó su valor a medida que el contenido en W era mayor pasando de 98 GPa en el recubrimiento 100 %Cu, a 119 GPa para el 75 %W-25 %Cu, tal y como se puede observar en la ampliación de la Figura 5b, y, en consonancia con lo observado en la tabla 1.

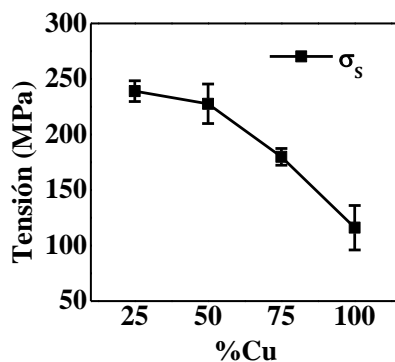


Figura 6. Resistencia máxima a tracción de los recubrimientos, en función del contenido en Cu

Como es de esperar, las propiedades mecánicas de los recubrimientos estudiados, mejoran conforme aumenta el porcentaje de W, y la resistencia a tracción no es una excepción. Con un 25 %Cu, la resistencia máxima a tracción era el doble de la del recubrimiento 100 %Cu, tal y como se aprecia en la Figura 6, si bien la desviación estándar registrada en algunos ensayos fue considerable, las limitaciones con la cantidad de material, imposibilitaron aumentar el número de ensayos.

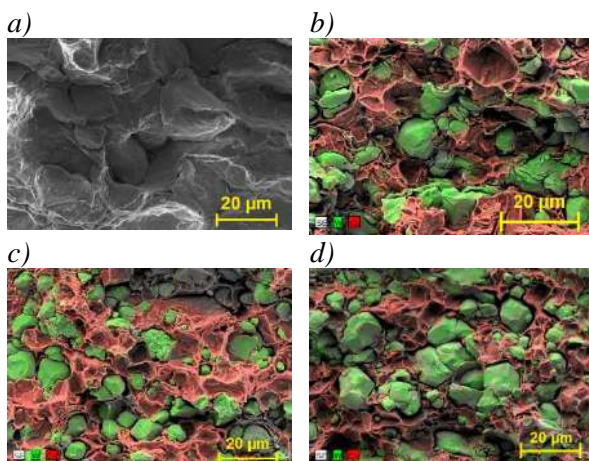


Figura 7. Fractografías SEM de los materiales junto con análisis EDX en aquellos con %W. Materiales: a) 100 %Cu. b) 75 %Cu. c) 50 %Cu. d) 25 %Cu

Finalmente, con el fin de determinar los mecanismos de fallo, se realizó el estudio fractográfico de las probetas post-mortem ensayadas a tracción. Analizando las imágenes de la

Figura 7, se puede ver cómo las partículas de W están intactas, y aunque se podía esperar un comportamiento frágil de las mismas, no presentan fractura ni intergranular, ni transgranular, tan solo la deformación originada durante el proceso de proyección Cold-Spray. A pesar de que las partículas de W mantienen su integridad, los resultados recopilados de los ensayos de tracción, revelan una mejora de resistencia mecánica, introducida en el recubrimiento 25 %Cu con respecto al 100 %Cu, que es de casi un 50 %. La grieta que se inicia en el Cu, y avanza a través del mismo, lo hace rápidamente por la baja resistencia del Cu, pero el avance se ve frenando por las numerosas partículas de W que obligan a la grieta a desviarse. El resultado es una mejora de la resistencia a tracción a medida que el porcentaje de W aumenta. El Cu por su parte, muestra micro-cavidades típicas de la deformación plástica en una rotura dúctil, si bien este comportamiento no se observó a escala macroscópica. El motivo por el que las curvas tensión-deformación reflejaban un comportamiento elástico y lineal hasta rotura reside en el tamaño de la sección transversal de las mismas. Pues secciones grandes presentan mayores deformaciones, dado que el volumen de material disponible para deformarse plásticamente, es mayor [10,18]. En este caso la sección transversal era tan pequeña, que, aunque el Cu se comportó de manera dúctil, no fue posible apreciarlo.

4. CONCLUSIONES

Se ha realizado una caracterización de 4 recubrimientos formados por diferentes porcentajes de Cu-W. El objetivo de esta investigación ha sido evaluar las propiedades de cada uno de ellos para su futura aplicación como intercara entre el monobloque de W y la tubería de CuCrZr del divertor de EU-DEMO.

Dada la geometría de estos componentes, así como las propiedades térmicas y elásticas de los elementos involucrados, Cu y W, la técnica de deposición seleccionada fue la de Cold Spray. Con esta técnica ha sido posible fabricar recubrimientos de alta densidad ($\rho_{Rel} > 96\%$) sin productos de oxidación, sin embargo, como consecuencia de un posible rebote de las partículas durante el proceso de fabricación el contenido máximo en W conseguido es de un 36 vol.%, lo que no impidió que las propiedades mecánicas mejoraran a medida que el porcentaje en W aumentaba. Diferentes técnicas para determinar la dureza, la densidad y el módulo de elasticidad de los recubrimientos, tanto depositados como aislados han sido empleadas, siendo los resultados obtenidos, muy similares entre sí. La calibración con probetas estandarizadas de Al aseguró que el sistema DIC era capaz de registrar las deformaciones de las probetas de tracción mecanizadas a partir de los recubrimientos.

Los ensayos de tracción revelaron un comportamiento elástico y lineal hasta rotura, donde la resistencia a tracción aumentaba proporcionalmente con el contenido de W. Se cree que estas partículas actúan de barrera ralentizando el avance de las grietas, y aumentando hasta un 50 % la resistencia del recubrimiento 25 %Cu con respecto al 100 %Cu.

En definitiva, los recubrimientos presentados podrían ser una excelente alternativa en el diseño del futuro reactor de fusión EU-DEMO, si bien será necesaria la medida de otras propiedades (estabilidad térmica, conductividad...) para justificar su uso dentro del divertor, se puede aseverar que tanto el método de fabricación como sus propiedades mecánicas son las adecuadas para la aplicación propuesta.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo se ha llevado a cabo en el marco del Consorcio EUROfusion y ha recibido financiación del programa de investigación y capacitación de Euratom para los años 2014-2018 y 2019-2020 en virtud del acuerdo de subvención No 633053. Los puntos de vista y opiniones expresados en el presente documento no reflejan necesariamente los de la Comisión Europea. Los autores también agradecen el apoyo del Ministerio de Economía y Competitividad de España (proyecto de investigación MAT2015-70780-C4-4-P) y de la Comunidad de Madrid, mediante los proyectos de investigación S2018/NMT-4411 ADITIMAT-CM y el Programa de apoyo a la realización de Proyectos de I+D para jóvenes investigadores de la Universidad Politécnica de Madrid (proyecto titulado *Hacia una energía sostenible: recubrimientos térmicos y estructurales para reactores de fusión nuclear*) relativa a los años 2019 a 2020, dentro del programa de apoyo y estímulo de la Comunidad de Madrid.

REFERENCIAS

[1] G. Federici, EU DEMO Design and R&D Activities: Progress and Updates, Eurofusion. (2018).

[2] G. Pintsuk, S.E. Brünings, J.E. Döring, J. Linke, I. Smid, L. Xue, Development of W/Cu-functionally graded materials, Fusion Eng. Des. 66–68 (2003) 237–240.

[3] M. Amirjan, K. Zangeneh-Madar, N. Parvin, Evaluation of microstructure and contiguity of W/Cu composites prepared by coated tungsten powders, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 27 (2009) 729–733.

[4] A. Ibrahim, M. Abdallah, S.F. Mostafa, A.A. Hegazy, An experimental investigation on the W-

Cu composites, Mater. Des. 30 (2009) 1398–1403.

[5] H.K. Kang, S.B. Kang, Tungsten/copper composite deposits produced by a cold spray, Scr. Mater. 49 (2003) 1169–1174.

[6] I. Carvalho, Steels for nuclear reactors: Eurofer 97, Delft University of Technology, 2016.

[7] M. Villa, J. Fernández, J.M. Guilemany, La proyección fría (CGs): Una alternativa a las tecnologías convencionales de deposición; Cold gas spray (CGs): An alternative to conventional deposition technologies, Rev. Metal. 48 (2012) 175–191.

[8] W. Li, K. Yang, S. Yin, X. Yang, Y. Xu, R. Lupoi, Solid-state additive manufacturing and repairing by cold spraying: A review, J. Mater. Sci. Technol. 34 (2018) 440–457.

[9] H. Assadi, H. Kreye, F. Gärtner, T. Klassen, Cold spraying – A materials perspective, Acta Mater. 116 (2016) 382–407.

[10] ASTM International, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 1990.

[11] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, (2004).

[12] L. Chandra, T.. Clyne, Use of an Ultrasonic Resonance Technique to Measure the in-plane Young's Modulus of Thin Diamond Films Deposited by a DC Plasma Jet, Submitt. to J.Mat.Sci.Letts. (1992).

[13] ASTM Standard E1876–01, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration, 2005.

[14] E. Tejado, A. V. Müller, J.H. You, J.Y. Pastor, The thermo-mechanical behaviour of W-Cu metal matrix composites for fusion heat sink applications: The influence of the Cu content, J. Nucl. Mater. 498 (2018) 468–475.

[15] E.M. Tejado, Performance of structural materials for the DEMO divertor, Universidad Politécnica de Madrid, 2017.

[16] A. Hall, P. Sarobol, D. Urrea, S. Miller, Deposition Behavior in Cold Sprayed Copper-Tungsten Metal Matrix Composites, Albuquerque, NM, USA, 2015.

[17] ASTM Standard E8/E8M-16a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, (2016).

[18] J.L. Arana, J.J. González, Mecánica de fractura, Servicio E, País Vasco, Spain, (2002).

DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE UNA SOLDADURA CrMoV UTILIZANDO EL SMALL PUNCH TEST

G. Álvarez^{1*}, C. Rodríguez¹, F.J. Belzunce¹

¹ SIMUMECAMAT research group. Escuela Politécnica de Ingenieros de Gijón. Universidad de Oviedo. Campus Universitario de Gijón s/n, 33203. Asturias-España

* Persona de contacto: galvarezdiaz4@gmail.es

RESUMEN

En este trabajo se ha utilizado el ensayo Small Punch Test (SPT) para determinar la influencia del hidrógeno interno en el comportamiento a fractura de una unión soldada CrMoV. Para ello, a partir del cupón soldado, se han mecanizado probetas SPT entalladas de 10x10x0.5 mm. La entalla utilizada ha sido longitudinal no pasante con una relación $a/t=0.3$. Antes del ensayo las probetas fueron precargadas con hidrógeno mediante un proceso electroquímico cuyas condiciones fueron establecidas mediante ensayos de permeación. Los ensayos SPT se realizaron en condiciones estándar de laboratorio sobre las probetas precargadas (hidrógeno interno). El índice de fragilización se ha obtenido utilizando criterios energéticos, comparando las curvas carga-desplazamiento de las probetas precargadas con otras que fueron ensayadas sin precarga de hidrógeno.

PALABRAS CLAVE: Probetas SPT entalladas, Hidrógeno interno, índice de fragilización, Unión soldada CrMoV

ABSTRACT

The Small Punch Test (SPT) was used to determine the influence of internal hydrogen in a CrMoV welded joint. For this purpose, 10x10x0.5 mm notched SPT specimens have been machined from a welded coupon. A longitudinal no through-thickness notch with length-to-thickness ratio $a/t = 0.3$ was used. The specimens were hydrogen-precharged (H-Precharged) before testing by means of an electrochemical process, whose conditions were established by permeation tests. SPTs were performed under standard lab conditions using both H-precharged and no precharged specimens. The embrittlement index was calculated based on an energy criterion, comparing the load-displacement curves obtained with the H-precharged and no-precharged specimens.

KEYWORDS: Notched SPT specimens, internal hydrogen, embrittlement index, CrMoV welded joint.

INTRODUCCIÓN

Durante décadas se han intentado mejorar las propiedades mecánicas de los materiales para que sean capaces de soportar de manera idónea las solicitaciones a las que van a estar expuestos. En el caso de los aceros estructurales esta mejora pasa, necesariamente, por el diseño de uniones soldadas óptimas, al ser éstas las zonas más comprometidas de la estructura. Sin embargo, conocer las propiedades mecánicas de una unión soldada no es fácil. Por un lado, las zonas que la constituyen pueden tener unas propiedades muy distintas y por otro, el pequeño tamaño de la mayor parte de dichas zonas imposibilita la extracción de probetas válidas para la realización de ensayos de caracterización standard. Para salvar este problema, la utilización de ensayos miniatura está siendo una de las principales apuestas por parte de la comunidad científica.

Dentro de los ensayos miniatura, y especialmente en el campo de los materiales metálicos, el Small Punch Test (SPT) es uno de los más conocidos y utilizados, contando

incluso con una pre-norma europea que lo avala [1]. La ventaja de este ensayo es que proporciona las principales características a tracción de un material tanto en condiciones estándar [2,3] como en ambientes agresivos [4,5], utilizando tan solo una pequeña probeta de 10x10x0.5mm. El uso de esta geometría de probeta también parece proporcionar una estimación de la tenacidad a la fractura cuando el material tiene un comportamiento suficientemente tenaz [2], aunque en este caso son muchos los que abogan por la utilización de una geometría entallada cuando el objetivo es analizar el comportamiento a fractura del material [6,7]. Los tipos de probeta entallada propuestos son varios [8,9], si bien ninguno ha llegado a establecerse como el idóneo.

El propósito de este trabajo es la utilización del ensayo SPT para determinar las propiedades mecánicas de las distintas zonas características de una unión soldada de acero CrMoV, con especial atención a su comportamiento a fractura en presencia de hidrógeno, al ser éste uno de los tipos de acero más utilizados cuando el servicio debe realizarse en ambientes ricos en

hidrógeno (recipientes a presión para el crackeo del petróleo, recipientes para el transporte de hidrógeno, etc.).

El fenómeno conocido como fragilización por hidrógeno, afecta de forma más agresiva cuanto mayor es la resistencia del material. El reducido tamaño de las probetas SPT permite analizar la ZAT con mayor precisión.

Además, y en función del gran efecto que tiene la presencia de un concentrador de tensión en el fenómeno de fragilización, el uso de probetas SPT entalladas es la elección idónea. Por último, dado que el efecto del hidrógeno es más acusado cuando este elemento dispone de un mayor tiempo de difusión [10,11], los ensayos deben realizarse empleando velocidades de desplazamiento mucho más lentas que las utilizadas habitualmente.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Material

Los materiales analizados en este trabajo proceden de una unión soldada a tope de dos chapas de 108 mm de espesor de un acero 2.25Cr1Mo0.25V normalizado a 950°C, templado en agua y revenido a 720°C durante 3 horas. La soldadura se ejecutó mediante un proceso de arco sumergido con corriente alterna, electrodos Thyssen Union S1 CrMo2V de 4 mm de diámetro y un aporte de 2.2 kJ/mm. Ejecutada la soldadura, el cupón fue sometido a un tratamiento térmico de deshidrogenización (350°C durante 4 horas). La composición química del material base (MB) y el de aporte (WM) se recogen en la tabla 1. El análisis macrográfico de la unión (figura 1.a), ha permitido discernir las distintas zonas de la unión soldada (zona soldada, ZAT y material base), cuyas microestructuras se recogen en la figura 2. Como puede observarse tanto el WM (fig. 2.b) como la ZAT (figura 2.c) presentaban una microestructura compuesta por martensita y bainita, mientras que en el metal base estaba constituido por una microestructura similar pero revenida.

A continuación, se realizó un análisis de durezas con la ejecución de una línea desde el metal base hasta el depositado pasando por la ZAT. En el caso del material aportado y de la ZAT los resultados obtenidos han sido similares, con un valor HV10 medio de 354. En el caso del metal base el valor HV10 medio ha sido de 224.

Para obtener las propiedades mecánicas se realizaron ensayos de tracción tanto en el metal base como del weld metal. Los resultados obtenidos se recogen en la Tabla 2,

Tabla 1. Composición química del metal base y del Weld metal

Material	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Ni
Metal base	0.15	0.09	0.52	2.27	1.06	0.31	0.19
Weld Metal	0.08	0.04	1.08	2.28	0.93	0.24	0.03

donde se muestra el módulo elástico, E , el límite elástico, σ_{ys} , la resistencia a la tracción, σ_{ut} , el alargamiento, A , y las constantes, n y k , de la ley de Hollomon ($\sigma = k \cdot \epsilon^n$) en la zona plástica.

La tabla 2 también refleja el valor de la tenacidad a la fractura de ambos materiales tras la realización de ensayos normalizados según ASTM E-1820 [12] a partir de probetas SENB. En el caso del metal base, con comportamiento tenaz, el parámetro representativo de la tenacidad fue J_{IC} . En el caso del Weld metal, con comportamiento frágil, el parámetro obtenido fue K_{IC} , si bien en la tabla se ha incluido como J_{IC} utilizando la expresión que relaciona ambos parámetros cuando el comportamiento es elástico-lineal: $J = K^2 \cdot (1 - \nu^2) / E$.

Por su parte, y al objeto de conocer los coeficientes de difusión del H en los materiales que constituyen las distintas zonas de la unión soldada, se realizaron ensayos de permeación. Para ello, se utilizó una celda con dos compartimentos que incluían un electrodo de referencia (Ag/AgCl), dos electros de platino (uno en cada compartimento) y un potencióstato. El ensayo se ha realizado en el mismo electrolito que se utiliza para la precarga de hidrógeno ($2 \text{ M H}_2\text{SO}_4 + 0.25 \text{ g/l As}_2\text{O}_3$) bajo una densidad de corriente de 1 mA/cm^2 y utilizando una probeta de 1 mm de espesor, con una superficie expuesta de 1 cm^2 . En el otro compartimento se tiene una solución 0.1 M NaOH y durante el ensayo la cara expuesta en este lado se mantiene con un potencial constante de 50 mV. A partir de esos datos y aplicando las expresiones de la norma ASTM G148 [13] se puede obtener el coeficiente de difusión del acero analizado. La tabla 3 recoge los valores de los coeficientes de difusión obtenidos para el metal base y el Weld metal.

Ensayos SPT

Los ensayos SPT se han realizado en una máquina estática de 5 kN de capacidad de carga, utilizando el utillaje habitualmente empleado por el grupo SIMUMECAMAT, compuesto por una matriz inferior de 4 mm de diámetro con chaflán de 0.2 mm y un punzón de cabeza semiesférica de 2.5 mm de diámetro. El desplazamiento del punzón se ha medido utilizando un extensómetro tipo COD colocado entre la matriz inferior y el plato de empuje del punzón, y los valores obtenidos han sido corregidos para eliminar la flexibilidad del punzón como se describe detalladamente en trabajos anteriores [1]. La velocidad de ensayo utilizada ha sido la convencional (0.2 mm/min) y una diez veces más lenta (0.02 mm/min), al objeto de permitir al hidrógeno un mayor tiempo de difusión hacia la zona de proceso.

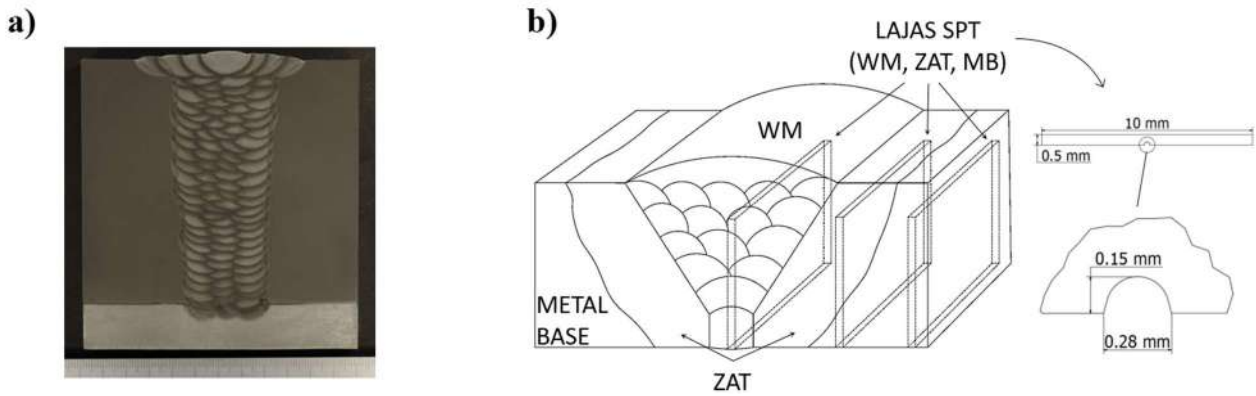


Figura 1. Aspecto general de la unión soldada: a) macrografía, b) esquema de extracción de las probetas SPT

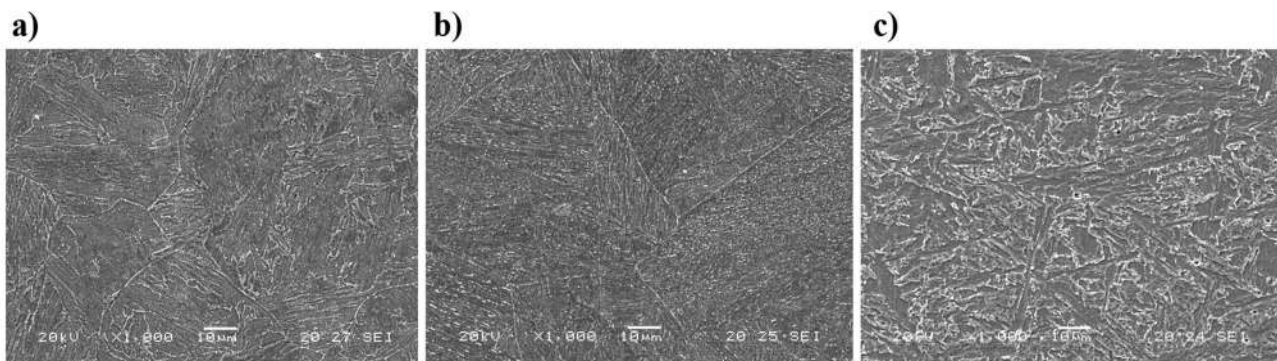


Figura 2. Microestructura de las zonas de la unión soldada: a) metal base; b) ZAT; c) Weld metal

Tabla 2. Propiedades mecánicas a tracción, tenacidad a la fractura y coeficientes de difusión del BM y WM

Material	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	n	k (MPa)	J_{IC} (kJ/m ²)	D_{app} (m/s)
MB	209	597	710	16.9	0.106	1025	555	$3.1 \cdot 10^{-11}$
WM	220	1019	1120	18.7	0.075	1474	22	$1.1 \cdot 10^{-11}$

Parte de estas probetas fueron utilizadas para caracterizar mecánicamente las distintas zonas de unión, mientras que otra parte se entalló mediante microfresado. La geometría de la entalla utilizada ha sido longitudinal no pasante (Figura 1b) con una relación profundidad de entalla/espesor probeta, $a/t = 0.3$. Algunas de las probetas entalladas, fueron sometidas, previamente al ensayo, a una precarga de hidrógeno por métodos electrolíticos. Para ellos se utilizó un electrolito 2 M H₂SO₄ + 0.25 g/l As₂O₃, utilizando una densidad de corriente de 2 mA/cm² y un tiempo de exposición de 4 horas [10].

Acorde al procedimiento habitualmente utilizado por el grupo SIMUMECAMAT, descrito en [2], a partir de las probetas SPT convencionales (sin entalla), se han calculado las principales propiedades mecánicas de todas las zonas de la unión, incluida la zona afectada térmicamente. En ese mismo trabajo [1] también se describe la forma de obtener el valor de la tenacidad a la fractura del material (J_{IC_SPT}) a partir de la medida de la deformación biaxial equivalente (ϵ_{eq}), utilizando la expresión (1). No obstante, es necesario tener en cuenta que esta expresión sólo es válida en el caso de que los

aceros sean suficientemente tenaces (valores de $J_{IC} > 40$ kJ/m²).

$$J_{IC} \left(\frac{kJ}{m^2} \right) = 1695 \cdot \epsilon_{af} - 1320 \quad (1)$$

Por su parte, y al objeto de analizar la influencia del hidrógeno en las distintas zonas analizadas, se procedió a comparar las curvas SPT obtenidas sobre las probetas entalladas, parte de las cuales habían sido precargadas con hidrógeno antes del ensayo. La comparación se realizó en base a la energía necesaria para alcanzar la carga máxima durante el ensayo (W), en una condición u otra, determinándose un índice de fragilización que responde a la siguiente ecuación:

$$IF (\%) = \frac{W_E/t^2 - W_{EH}/t^2}{W_E/t^2} \cdot 100 \quad (2)$$

donde W_E y W_{EH} son, respectivamente, las energías en carga máxima para las probetas entallada sin hidrógeno y con hidrógeno y t el espesor inicial de las probetas.

RESULTADOS

Caracterización SPT convencional

La figura 3, muestra, a modo de resumen, las curvas SPT características de los materiales correspondientes al ensayo de probetas convencionales (no entalladas) de las tres zonas de la unión soldada analizada. Por su parte la tabla 3 recoge las propiedades mecánicas y a fractura obtenidas a partir de los ensayos, aplicando el procedimiento descrito en [1].

Como puede observarse, las propiedades a tracción obtenidas para la ZAT muestran un comportamiento mecánico intermedio entre el metal base y el Weld metal. Asimismo, la tenacidad a fractura obtenida para la ZAT también es intermedia, aunque parece caracterizarse más por un comportamiento tenaz que por uno frágil.

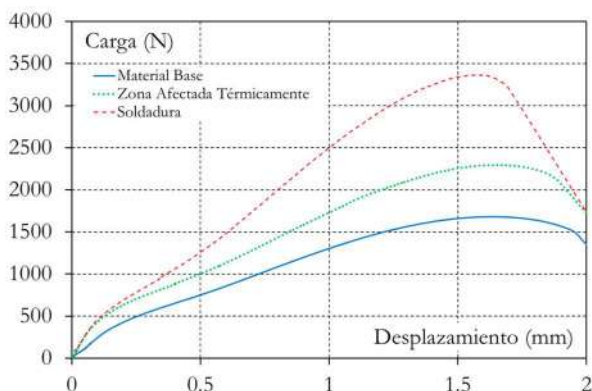


Figura 3. Curvas SPT representativas de las tres zonas de la unión analizadas (probetas SPT standard)

Tabla 3. Resultados ensayo SPT con probeta lisa

Material	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	J_{IC} (kJ/m ²)
BM	538.9 ± 7	659.5 ± 3	550 ± 0.1
ZAT	708.3 ± 5	775.2 ± 4	358 ± 0.1
WM	926.8 ± 4	1095.0 ± 4	<40

Caracterización SPT entallada y con precarga hidrógeno

La figura 4, muestra, a modo de resumen, las curvas SPT representativas de los 3 tipos de materiales analizados, con y sin hidrógeno interno utilizando probetas entalladas. A simple vista se observa el efecto del hidrógeno, que disminuye la capacidad de carga de todos los materiales, pero especialmente la del metal fundido, WM (líneas rojas). El efecto del hidrógeno en los distintos materiales se aprecia mejor a través del índice de fragilización que se recoge en la tabla 4 junto con los valores de energía en carga máxima medios obtenidos en cada condición.

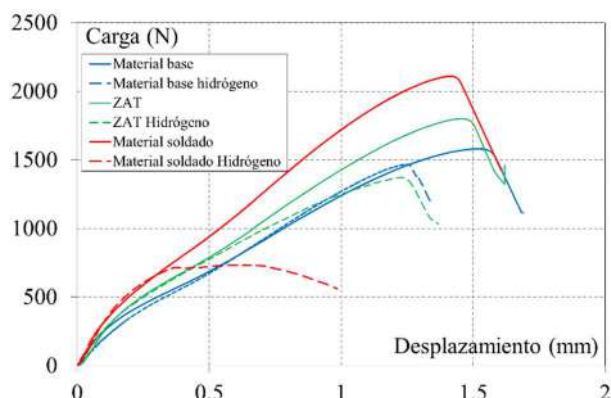


Figura 4. Curvas SPT con probetas entalladas y H₂

Tabla 4. Resultados ensayo SPT con entalla y H₂

Material	W_E/t^2 (N/mm)	W_H/t^2 (N/mm)	IF (%)
Metal base	4985 ± 17	4056 ± 31	16
ZAT	6186 ± 41	4229 ± 45	32
Soldadura	6500 ± 47	1483 ± 80	77

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Tal y como se refleja en la tabla 3, las propiedades mecánicas obtenidas tanto para el metal base como para el Weld metal, son muy semejantes a las obtenidas mediante ensayos de tracción standard, estando, además, todas ellas por el lado de la seguridad al ser ligeramente inferiores a las del ensayo standard. En vista de estos resultados, pueden considerarse como totalmente válidas las propiedades obtenidas para la ZAT, que como ya se había comentado eran intermedias entre las de los otros dos materiales.

En el caso de la tenacidad a la fractura los resultados obtenidos con el metal base fueron muy buenos, si bien no se ha conseguido afinar tanto para el Weld metal. En materiales frágiles se ha demostrado que la obtención de la tenacidad a través de la deformación biaxial no es efectiva, sin embargo, sí es capaz de clasificar un material dentro de un rango de comportamiento. Este es el caso de la zona soldada donde sólo se puede estimar que su comportamiento será fundamentalmente frágil con un valor de tenacidad inferior a 40 kJ/m². Es importante observar que el valor de la tenacidad a fractura de la ZAT es más bajo que el del metal base, pero no tanto como para clasificar dicha zona como frágil. Por esto mismo y observando su límite elástico es esperable un índice de fragilización por hidrógeno intermedio (más cercano al del metal base).

En el caso de probetas entalladas, la introducción de un concentrador de tensiones provoca una mayor acumulación de hidrógeno en la zona de proceso y una mayor tendencia a la fragilización, que en algunos aceros no consigue observarse cuando se utiliza la probeta standard (sin entalla). De la misma manera, los coeficientes de difusión obtenidos, tanto para el metal base como para el Weld metal, son muy bajos, por lo que

una velocidad de ensayo baja, como la que se ha utilizado en este caso, proporciona un mayor tiempo de difusión, permitiendo que la concentración de hidrógeno en la zona de la entalla llegue a ser más elevada y el efecto del hidrógeno sea más notable (en trabajos anteriores, en los que se trabajó con la velocidad standard, en algunos casos no llegaba a advertirse la fragilización).

En el caso del metal base, la fragilización observada es bastante baja, en torno al 16 %, y en cualquier caso muy inferior a la obtenida utilizando ensayos normalizados de fractura. La razón es obvia, la triaxialidad obtenida en el ensayo SPT, aun utilizando una probeta entallada es muy inferior a la exhibida por las probetas de fractura standard. Aún con probeta entallada, el ensayo SPT genera un campo de tensiones prácticamente biaxial, debido, tanto al pequeño espesor de las probetas como a la pequeña agudeza de la entalla. Sin embargo, y aún a pesar de la baja triaxialidad del ensayo SPT, cuando se trata de un material con comportamiento más frágil, el

efecto del hidrógeno se manifiesta de manera muy notable. Así, el Weld Metal presenta un índice de fragilización del 77%, que debe considerarse un índice de fragilización extremo.

Por su parte, y como ya se mostró anteriormente, la ZAT presenta un índice de fragilización del 32%, el doble que el del MB y la mitad que el del WM. Posiblemente el índice de fragilización de este material fuese mucho mayor si se utilizase un ensayo standard, pero eso no es posible, al menos si se quiere analizar las propiedades del material homogéneo, sin estar rodeado de los materiales adyacentes (Weld Metal y metal base). La mecanización de una probeta estandarizada y homogénea de la ZAT para poder ensayar en condiciones de hidrógeno es imposible, sin embargo, se puede ver como en el caso del SPT es posible evaluar esta pequeña zona obteniendo resultados satisfactorios con un valor de fragilización situado entre el correspondiente al material soldado y el del metal base.

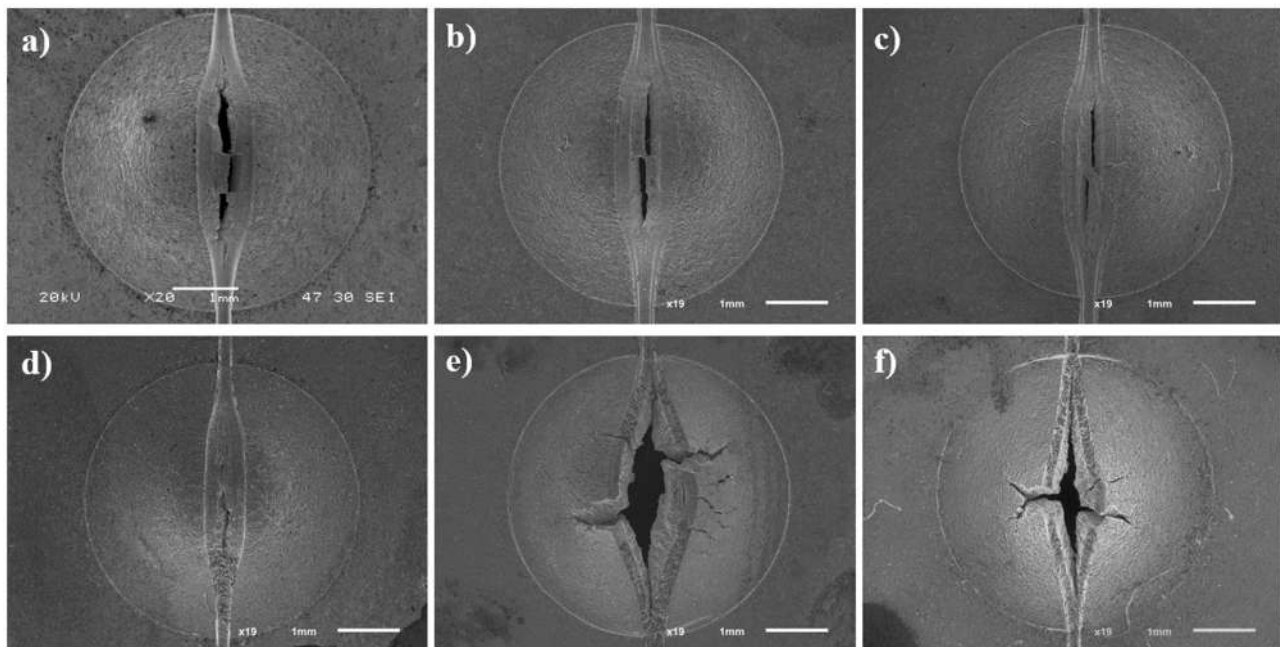


Figura 4. Fractografías SPT. a) Metal base; b) ZAT; c) Material soldado; d) Metal base precargado; e) ZAT precargado; f) Material soldado pre-cargado

El efecto del hidrógeno sobre cada uno de los tres tipos de materiales analizados, se deja ver también muy claramente en el aspecto exhibido por las probetas tras el ensayo y que se recogen en la figura 5. Como puede observarse, el metal base (figura 5.a y d) apenas exhibe el efecto del hidrógeno en su rotura, mostrando una grieta que se propaga de manera dúctil a partir de la entalla. El Weld metal (figura 5.c y f), sin embargo, muestra claramente el efecto del hidrógeno en la propagación de la grieta, que exhibe varias ramificaciones en dirección perpendicular a la entalla, a la vez que muy poca deformación. Esta rotura en forma de estrella es típica de un material con comportamiento frágil. La ZAT, por último, vuelve a comportarse de forma intermedia entre los otros dos. Exhibe, como el WM grietas secundarias

que crecen a partir de la entalla en dirección radial, pero bajo un nivel de deformación mucho mayor que el WM.

CONCLUSIONES

Tras la exposición del trabajo, las principales conclusiones que pueden obtenerse son:

- A través del ensayo SPT se han conseguido obtener las principales características mecánicas de una ZAT real, estimándose no sólo su límite elástico y resistencia mecánica, sino también su tenacidad a la fractura.

- Utilizando el ensayo SPT y a través de un método experimental relativamente sencillo, se ha podido realizar un análisis de la fragilización por hidrógeno de las tres zonas características de una unión soldada real de un acero CrMoV.
- Utilizando este método es posible estimar el efecto del hidrógeno en zonas muy concretas y pequeñas, lo que permitirá analizar su comportamiento en función de su propia microestructura y de forma independiente de las propiedades del resto de los materiales que la rodean (disimilitud metalúrgica).
- La tendencia a la fragilización por hidrógeno de un material se refleja en el aspecto de la probeta ensayada, que muestra la presencia de grietas secundarias que crecen en dirección radial a la entalla.

AGRADECIMIENTOS

A los autores desean agradecer la financiación recibida por el Ministerio de Energía y Competitividad en el marco del proyecto RTI2018-096070-B-C31. Los autores G. Álvarez y A. Zafra quieren también agradecer al Principado de Asturias por las becas pre-doctorales Severo Ochoa BP19-087 y BP17-038 que, respectivamente, disfrutan. Por último, agradecer a los Servicios científico-técnicos de la Universidad de Oviedo por la disponibilidad del Microscopio electrónico de barrido SEM JEOL-JSM5600.

REFERENCIAS

- [1] Afnor, ECISS/TC 101 “Small Punch Test Method for Metallic Materials,” AFNOR, 2019.
- [2] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez, Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test, *J. Alloys Compd.* 582 (2014) 708–717. doi:10.1016/j.jallcom.2013.08.009.
- [3] E. Altstadt, M. Houska, I. Simonovski, M. Bruchhausen, S. Holmström, R. Lacalle, On the estimation of ultimate tensile stress from small punch testing, (n.d.).
- [4] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I. Peñuelas, B. Arroyo, Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test, *Mater. Sci. Eng. A.* 626 (2015) 342–351. doi:10.1016/j.msea.2014.12.083.
- [5] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, Study of the energy for embrittlement damage initiation by SPT means. Estimation of KEAC in aggressive environments and rate considerations, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 86 (2016) 61–68. doi:10.1016/J.TAFMEC.2016.08.019.
- [6] E. Martínez-Pañeda, I.I. Cuesta, I. Peñuelas, A. Díaz, J.M. Alegre, Damage modeling in Small Punch Test specimens, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 86 (2016) 51–60. doi:10.1016/J.TAFMEC.2016.09.002.
- [7] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I.I. Cuesta, Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test, *Eng. Fail. Anal.* 50 (2015) 88–99. doi:10.1016/j.engfailanal.2015.01.011.
- [8] G. Álvarez, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, T.E. García, Use of notched small punch test specimens for the determination of fracture properties in structural steels, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 106 (2020). doi:10.1016/j.tafmec.2019.102442.
- [9] I.I. Cuesta, J.M. Alegre, T.E. García, C. Rodríguez, Influence of the notch shape of pre-notched small punch specimens on the creep failure time, *Eng. Fail. Anal.* 56 (2015) 332–337. doi:10.1016/j.engfailanal.2015.01.008.
- [10] G. Álvarez, A. Zafra, F.J. Belzunce, C. Rodríguez, Hydrogen embrittlement analysis in a CrMoV steel by means of sent specimens, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 106 (2020). doi:10.1016/j.tafmec.2019.102450.
- [11] A. Zafra, L.B. Peral, J. Belzunce, C. Rodríguez, Effects of hydrogen on the fracture toughness of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures, *Int. J. Press. Vessel. Pip.* 171 (2019) 34–50. doi:10.1016/J.IJPVP.2019.01.020.
- [12] A. International, ASTM E 1820-01: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2001. doi:10.1520/E1820-09.2.
- [13] ASTM Standard G148 - 1997, Standard practice for evaluation of hydrogen uptake, permeation and transport in metals by an electrochemical technique, i (1997) 10. doi:10.1520/G0148-97R11.2.

INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS DE PROYECCIÓN POR PLASMA ATMOSFÉRICO (APS) EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE RECUBRIMIENTOS DE NI-AL SOBRE SUSTRATO DE ALEACIÓN DE ALUMINIO

¹M. Lorenzo-Bañuelos, ¹A. Díaz, ²D. Rodríguez, ¹I. I. Cuesta, ²A. Fernández, ¹J. M. Alegre

¹Universidad de Burgos, Escuela Politécnica Superior, Avda. Cantabria s/n, 09006, Burgos

²Fundación Centro Tecnológico de Miranda de Ebro (CTME)

* Persona de contacto: mlbanuelos@ubu.es

RESUMEN

La proyección térmica es una de las técnicas de recubrimiento más utilizadas para mejorar las propiedades del desgaste, la fatiga superficial o la corrosión. Mediante la proyección por plasma atmosférico (APS), un material en polvo se funde en un proceso de combustión de hidrógeno y argón que se impulsa hacia el sustrato a alta velocidad. La energía de alto impacto de las partículas genera una capa de recubrimiento densa y resistente. Las propiedades mecánicas y superficiales de los recubrimientos producidos dependen de varios parámetros de pulverización, como el flujo de gas, la velocidad transversal de pasada y la distancia de pulverización, entre otros. En esta investigación, se ha estudiado la influencia de los parámetros de fabricación en el espesor, la dureza y la resistencia del recubrimiento obtenido de una aleación de Ni-Al proyectada sobre un sustrato de aleación de aluminio. Con el fin de analizar el efecto de estos parámetros en las propiedades de recubrimiento, se ha llevado a cabo un amplio programa experimental. Se ha realizado un análisis metalográfico, mediciones de dureza y resistencia mediante el ensayo miniatura de punzonado para estudiar las propiedades mecánicas de la superficie del recubrimiento a nivel local. La metodología y el análisis efectuado permiten evaluar el conjunto óptimo de parámetros.

PALABRAS CLAVE: Proyección térmica, APS, SPT, recubrimiento de Al-Ni, aleación de aluminio.

ABSTRACT

Thermal spraying is one of the most widely used techniques existing for the application of hard coating materials in components, used to improve the properties from wear, surface fatigue or corrosion. The Atmospheric Plasma Spray (APS) is a coating technique whereby a powder material is melted in a combustion process of hydrogen and argon and is then propelled at a high velocity towards the substrate. The high impact energy of the particles generates a dense and resistant coating layer. The mechanical and surface properties of the produced coatings depend on several spraying parameters, such as gas flow, gun transverse speed, and spray distance, between others. In this research, the influence of the fabrication parameters on the coating thickness, coating hardness, and coating resistance has been studied for metallic powder coating consisting of a Ni-Al alloy projected on an aluminium alloy substrate material. In order to analyse the effect of these parameters in coating properties, and to select the optimum combination of them, a wide experimental program has been carried out. A metallographic analysis, hardness measurements and resistance throughout the Small Punch Test has been used to study the surface mechanical properties of the coating at local level. The methodology and analysis effected allow how to decide the optimum set of parameters.

KEYWORDS: Thermal spraying, APS, SPT, Ni-Al coating, aluminium alloy.

1. INTRODUCCIÓN

Dentro de la industria aeronáutica los componentes fabricados, además de ser ligeros han de tener unas propiedades como resistencia a fatiga, *creep*, *creep-fatiga*, temperatura, corrosión y desgaste según la función que realicen. Concretamente, los amortiguadores del tren de aterrizaje absorben y disipan la energía de impacto del aterrizaje y reducen las tensiones en el fuselaje. Por ello, muchos de los componentes del tren de aterrizaje han estado habitualmente recubiertos de cromo duro. Sin embargo, la normativa medioambiental exige la sustitución de estos componentes de cromo hexavalente debido a sus

efectos nocivos en la salud. En este contexto, los recubrimientos obtenidos mediante proyección térmica constituyen una alternativa viable, mejorando incluso las prestaciones de los recubrimientos de cromo duro convencionales, tanto en desgaste como en resistencia a corrosión [1-5]. También son críticos los álabes de las turbinas en el campo aeronáutico ya que son susceptibles de fallar por fatiga y fluencia térmica. Además, debido al incremento de la oxidación con la temperatura, en estos componentes en contacto con gases calientes, se emplean habitualmente recubrimientos que hacen de barrera térmica (TBC) “*Thermal Barrier Coating*”. Uno de los TBC habituales en aeronáutica y obtenido mediante proyección térmica

es el de NiAl. Se emplea para protección de componentes sometidos a altas temperaturas y se caracteriza por tener muy buena adherencia al sustrato. En este caso se suele emplear como capa de anclaje metálica de Ni Al de unas 50 micras sobre la que luego se proyecta una capa cerámica (ZrO_2 estabilizada con 6-8% de Y_2O_3) que actúa como aislante térmico del componente [6-7].

Entre las técnicas de proyección térmica más empleadas se encuentran la de alta velocidad “*High Velocity Oxi Fuel*” (HVOF) y la de proyección por plasma atmosférico “*Atmospheric Plasma Spray*” (APS) [8]. En particular, APS es una técnica de recubrimiento mediante la cual un material en polvo se funde en un proceso de combustión de hidrógeno y argón que luego se impulsa hacia el sustrato a alta velocidad. La energía de alto impacto de las partículas genera una capa de recubrimiento densa y resistente. El plasma en la zona de contacto con las partículas de polvo alcanza temperaturas entre 6000 y 15000°C. Para generar plasma se obtiene una mezcla de hidrógeno y argón que se sobrecalienta mediante arco eléctrico. A su vez, el polvo se introduce de forma radial mediante un gas inerte transportador y se acelera en dirección al sustrato gracias al haz del plasma. Por ello es necesario refrigerar el sustrato con el objetivo de mantener este entre 95°C y 205°C [9].

1.1. Parámetros de proceso APS

Los parámetros típicos que influyen en el proceso APS son: la composición de gases de trabajo del plasma, la geometría de los electrodos, la distancia de proyección, la atmósfera empleada, la velocidad de desplazamiento transversal de la antorcha, la temperatura del sustrato y el tamaño y calidad del polvo. Normalmente, la composición de gases del plasma de trabajo es de Ar o mezclas de Ar + H_2 , Ar + He y Ar + N_2 , a veces N_2 y una mezcla de N_2 + H_2 , con caudales entre 40 a 50 slpm, pudiendo llegar a 80 slpm en algunas instalaciones. Cada gas tiene su propio papel en la formación del chorro de plasma [10]: el Ar estabiliza el arco dentro de una boquilla mientras que el N_2 o H_2 mejoran la transferencia de calor a las partículas, debido a su alta conductividad térmica. Respecto a la temperatura del plasma, en una antorcha de plasma, es aproximadamente de unos 14000 K, pudiendo alcanzar velocidades a la salida de la boquilla de unos 800 m/s. Para APS, la distancia de pulverización de la antorcha al sustrato varía de 60 a 150 mm, mientras que la atmósfera de pulverización suele ser aire. Por otra parte, la temperatura del sustrato es un parámetro importante cuando se pulveriza cerámica sobre metales debido a la generación de tensiones residuales. En estos casos, la temperatura debe mantenerse entre 373 a 473K.

1.2. Ensayos en recubrimientos

Los gradientes de las propiedades físicas y mecánicas entre el sustrato y el recubrimiento pueden producir fallos por iniciación y propagación de grietas, o reducción de la resistencia a corrosión y a la fluencia por lo que se requiere una adecuada caracterización.

En el caso de recubrimientos obtenidos mediante proyección térmica, los fallos pueden clasificarse según el mecanismo operativo en: abrasión, delaminación, fallo masivo y desprendimiento [11]. La caracterización mecánica de los recubrimientos se ha centrado tradicionalmente en la medición de la resistencia adhesiva entre capas. Algunos ejemplos son: ensayo de adherencia en tracción, ensayo de doble viga en voladizo, ensayo de rayado (*scratch test*), ensayo de adhesión por choque láser (LASAT), etc [12]. Además, debido al uso cada vez mayor de recubrimientos con proyección térmica, han surgido normas específicas para evaluar sus propiedades de adherencia (ISO 14916:2017 Proyección térmica. Medida de la adherencia por ensayo de tracción; ISO 27307:2015 Thermal spraying -Evaluation of adhesion/cohesion of thermal sprayed ceramic coatings by transverse scratch testing; ISO 19207:2016 - Thermal spraying - Classification method of adhesive strength by indentation). Cuando se debe caracterizar un sustrato delgado y un estado de tensión biaxial, el ensayo miniatura de punzonado es una alternativa factible. Por ejemplo, se ha empleado para imitar la expansión de los stents insertados en las arterias y, por lo tanto, para estudiar el fallo de los stents recubiertos de polímero [13].

1.3. SPT en recubrimientos

Recientemente, Chen y col. [14] han estudiado el comportamiento a fluencia con SPT de los recubrimientos CoNiCrAlY pulverizados térmicamente utilizando el método de plasma al vacío. Observaron el importante papel de las partículas no fundidas en el agrietamiento inicial. Estos autores también estudiaron el método HVOF en el recubrimiento CoNiCrAlY [15], concluyendo que las partículas de óxido originadas durante la pulverización HVOF promueven fallos prematuros. Otros autores [16, 17], han utilizado SPT en recubrimientos térmicos para obtener la temperatura de transición dúctil a frágil (DBTT). El ensayo de SPT ha sido aplicado también por Kameda et al. [18,19] en recubrimientos de CoCrAlY en un amplio rango de temperaturas (22-950°C). El ensayo SPT también se ha propuesto como prueba de adhesión, especialmente para metales recubiertos de polímero, ya que se han observado algunos fallos de adhesión en aplicaciones médicas debido a la expansión mecánica [13,20]. Eskner [21] presenta una descripción completa de la estimación de las propiedades mecánicas de diferentes recubrimientos (NiAl, NiCrAlY, NiCoCrAlY) en una superaleación de base de Ni utilizando el SPT para la aplicación en turbinas de gas.

En la presente investigación se ha estudiado la influencia de la variación de los parámetros de APS para la obtención de recubrimiento metálico sobre aleación de aluminio. Se ha evaluado la relación entre los parámetros más significativos del proceso y la resistencia mecánica del conjunto del sustrato y recubrimiento mediante el ensayo SPT. A su vez se ha analizado la relación entre estos parámetros de APS y el espesor y dureza del recubrimiento obtenido.

2. MATERIAL

El material empleado como sustrato ha sido la aleación de aluminio AW-5754-H111. Esta aleación de aluminio de la serie 5000 se caracteriza por un alto contenido de magnesio (2.6 a 3.6% en peso). Por otra parte, para obtener el recubrimiento metálico mediante la técnica de proyección por plasma atmosférico, se ha empleado polvo de NiAl de Metco 450NS. Este polvo es muy empleado en aeronáutica para obtener, mediante proyección térmica recubrimientos metálicos de NiAl en componentes cuando se pretenden obtener propiedades como resistencia al desgaste, a temperatura y a corrosión.

3. METODOLOGÍA

Para evaluar las propiedades de los recubrimientos obtenidos mediante APS, se ha realizado un programa experimental en el que se han obtenido proyecciones de recubrimiento de NiAl en diferentes condiciones sobre una chapa de aluminio. En la Tabla 1 se muestra la combinación de parámetros empleados en cada tipo de proyección. En total se han obtenido 15 áreas proyectadas en diferentes condiciones variando la distancia de proyección entre 130 y 150 mm, la velocidad de pulverización transversal entre 1000 y 1400 mm/s y Argón entre 20 y 60 slpm. El polvo de Ni-Al (Metco 450NS) se han pulverizado utilizando un equipo de recubrimiento por pulverización térmica Surface One con una antorcha de plasma F4 (Oerlikon Metco, Suiza) con una temperatura teórica de plasma de 11000 ° C y enfriamiento por nitrógeno. El sustrato de aluminio, antes de ser proyectado con el recubrimiento ha sido granallado empleando el equipo de granallado Norblast S-11 AUT con pistola de granallado automático (8 mm) y una distancia de granallado de aproximadamente 105 mm. Para obtener el recubrimiento final se han depositado diez capas sobre el sustrato de aluminio. Posteriormente, de cada una de las 15 áreas proyectadas con el recubrimiento metálico de NiAl, se han obtenido probetas de 10x10x0,5 mm mediante corte por láser. Con estas probetas se han realizado ensayos miniatura de punzonado. De cada tipo de experimento se han ensayado 3 réplicas siendo en total 45 ensayos SPT según se describe en 3.1. Para realizar los ensayos miniatura de punzonado se ha empleado la máquina universal de ensayos MTS-Criterion de 430KN. Por otra parte, se han realizado preparaciones metalográficas de cada uno de los 15

casos analizados y sobre ellas se ha realizado ensayos de microdureza superficial Vickers escala HV0.3, de acuerdo a ASTM E384 con 10 indentaciones y con distancia mínima entre huellas de 3 veces el diámetro en sección. De estas preparaciones metalográficas también se ha medido el espesor del recubrimiento obtenido mediante SEM. Se han realizado 10 mediciones de espesor en 10 campos diferentes. Posteriormente se ha realizado un análisis fractográfico de las imágenes SEM de los ensayos SPT, así como las imágenes de las preparaciones metalográficas de los recubrimientos obtenidos con cada combinación de parámetros.

Tabla 1. Combinación de parámetros para proyección de NiAl sobre sustrato de aluminio mediante APS.

#	Distancia proyección (mm)	Argón (slpm)	H ₂ (slpm)	Velocidad pulverización (mm/s)
1	130	50	10	1000
2	150	50	10	1000
3	130	60	9	1000
4	150	60	9	1000
5	130	50	10	1400
6	150	50	10	1400
7	130	60	9	1400
8	150	60	9	1400
9	130	55	9,5	1200
10	150	55	9,5	1200
11	140	50	10	1200
12	140	60	9	1200
13	140	55	9,5	1000
14	140	55	9,5	1400
15	140	55	9,5	1200

3.1. Ensayo miniatura de punzonado SPT realizado

En las últimas décadas el empleo de este ensayo SPT ha adquirido una gran relevancia e interés dando lugar al desarrollo de un código de buenas prácticas de este ensayo por el CEN [22], siendo el documento de referencia para la realización de los ensayos en esta investigación. El ensayo SPT realizado consiste en el punzonado hasta rotura, de una probeta de reducidas dimensiones (espesor 0.5 mm) estando los extremos de esta empotrados en una matriz, mediante un punzón de gran rigidez (Figura 1).

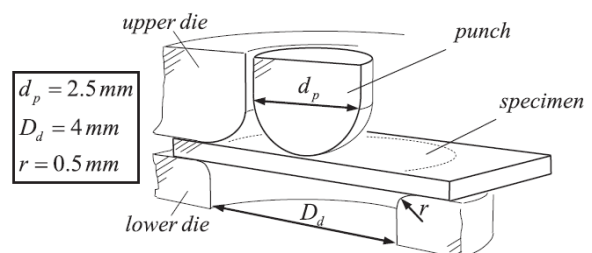


Figura 1. Esquema ensayo SPT

En este ensayo se registra la carga $P(N)$ que se aplica al punzón frente al desplazamiento del mismo en el centro de la probeta, Δ (mm). De las curvas SPT se obtienen valores de $P_{m\acute{a}x}$ (N), $P_{y(t/10)}$ (N) y desplazamiento del punzón en $P_{m\acute{a}x}$, $\Delta P_{m\acute{a}x}$ (mm), entre otros (Figura 2).

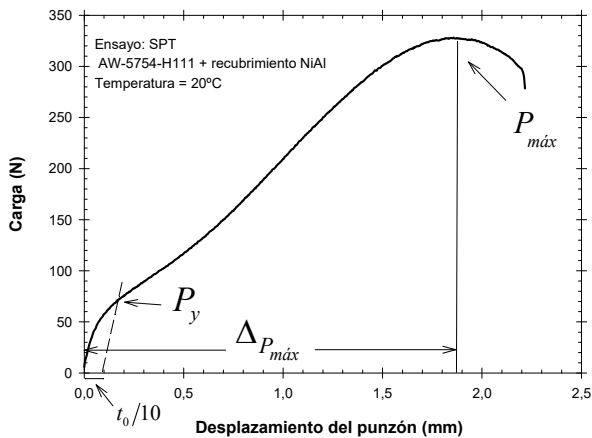


Figura 2. Curva carga-desplazamiento ensayo SPT.

4. RESULTADOS

En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos de los ensayos SPT. Se han obtenido según [22] los valores de $P_{y(t/10)}$, $P_{m\acute{a}x}$ (N) y $\Delta P_{m\acute{a}x}$. Además, se incluyen los resultados obtenidos de las medidas del espesor de los recubrimientos producidos mediante APS en sustrato de aleación de aluminio, así como la medida de microdureza superficial.

Tabla 2. Resultados ensayos SPT, medida de espesor y microdureza superficial.

#	$P_{y(t/10)}$ (N)	$P_{m\acute{a}x}$ (N)	$\Delta P_{m\acute{a}x}$ (mm)	Espesor (μm)	Microdureza (HV)
1	55,1	264,6	1,92	78 ± 23	142 ± 4
2	58,6	253,3	1,87	112 ± 12	385 ± 15
3	61,6	337,0	1,87	112 ± 19	169 ± 46
4	56,0	272,6	1,94	143 ± 24	142 ± 19
5	63,2	325,3	1,89	97 ± 25	162 ± 26
6	54,0	288,9	1,91	87 ± 28	159 ± 12
7	50,7	262,6	1,94	82 ± 29	167 ± 19
8	53,1	250,9	1,89	164 ± 35	152 ± 31
9	54,5	246,6	1,94	60 ± 25	95 ± 16
10	52,9	269,2	1,91	248 ± 22	202 ± 38
11	54,0	283,7	1,93	64 ± 9	164 ± 42
12	54,6	263,5	1,92	191 ± 55	162 ± 9
13	66,5	365,9	1,87	124 ± 40	138 ± 32
14	57,1	276,2	1,91	165 ± 31	193 ± 37
15	52,4	288,7	1,88	188 ± 58	150 ± 22

5. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1. Distancia de proyección

Como se muestra en la tabla 2, los valores obtenidos del ensayo SPT de $P_{m\acute{a}x}$ han oscilado entre 240 y 370 N, alcanzándose el valor máximo de $P_{m\acute{a}x}$ para el ensayo #13 con una distancia de proyección intermedia (140 mm). Sin embargo, para la carga de fluencia, P_y , no se obtiene una influencia significativa. Respecto a $\Delta P_{m\acute{a}x}$, que podría tomarse como un indicador de la ductilidad, ha variado entre 1,8 y 2 mm, alcanzando el máximo a una distancia de proyección de 150 mm. De igual manera, para esta distancia se han obtenido los mayores espesores (del rango entre 30 y 270 μm) y las mayores microdurezas superficiales (del rango entre 79 y 400 HV). Este efecto puede estar relacionado con la mejor adherencia de las partículas proyectadas al sustrato o debido a un mayor nivel de porosidad al enfriarse las partículas antes de entrar en contacto con el sustrato.

5.2. Velocidad de pulverización transversal.

Los valores máximos de $P_{m\acute{a}x}$ se han obtenido a velocidades de pulverización lentas, es decir a 1000 mm/s, al igual que lo valores máximos de P_y . Esto se atribuye al depósito de más cantidad de material, generando un recubrimiento más denso y resistente. Sin embargo, los espesores de recubrimiento máximos alcanzados han sido a velocidad de pulverización intermedia (1200 mm/s), pero combinada con distancias de proyección mayores (140 y 150 mm).

Por su parte el mayor valor de microdureza superficial se ha alcanzado a velocidad de pulverización lenta (1000 mm/s), sin embargo, se han obtenido también valores elevados de microdureza superficial y con mayor homogeneidad, independientemente del resto de parámetros, a velocidades de pulverización intermedias (1200 mm/s).

5.3. Mezcla de Argón e Hidrógeno.

En este caso tanto el valor de $P_{m\acute{a}x}$ como el P_y han sido muy similares para las 3 mezclas de Argón e Hidrógeno analizadas. Por tanto, aunque los valores de $P_{m\acute{a}x}$ máximos se han alcanzado para valores de argón bajos (50 slmp de Ar y altos de H_2 10 slpm), se considera una influencia moderada. En cuanto a la dureza superficial los valores máximos, en general se han dado para valores intermedios de argón (55 slmp y 9,5 de H_2) aunque destaque un punto con un valor de dureza superficial a nivel más bajo de argón (50slmp de Ar y 10 slpm de H_2).

Para facilitar la interpretación de los resultados, se han considerado tres variables de entrada (distancia de proyección, caudal de argón y velocidad de pulverización) y se han ajustado las superficies de respuesta mediante los valores mostrados en la Tabla 2. Para ello, se han codificado las variables de entrada de tal manera que el valor medio, el mínimo y el máximo (Tabla 1) se traducen a un intervalo normalizado [-1, 0, 1]. En la Figura 3 se muestra la superficie de respuesta asociada a la carga máxima $P_{m\acute{a}x}$ ya que es una variable

que permite evaluar de manera rápida la influencia de los parámetros del proceso APS en la resistencia del conjunto sustrato-recubrimiento. Se observa como la combinación óptima de parámetros, en lo que se refiere a la obtención de la máxima resistencia, deberá ir encaminada a reducir el caudal de argón y la velocidad de pulverización mientras que la distancia de proyección deberá aumentarse. Estas conclusiones solamente son válidas dentro de los rangos analizados.

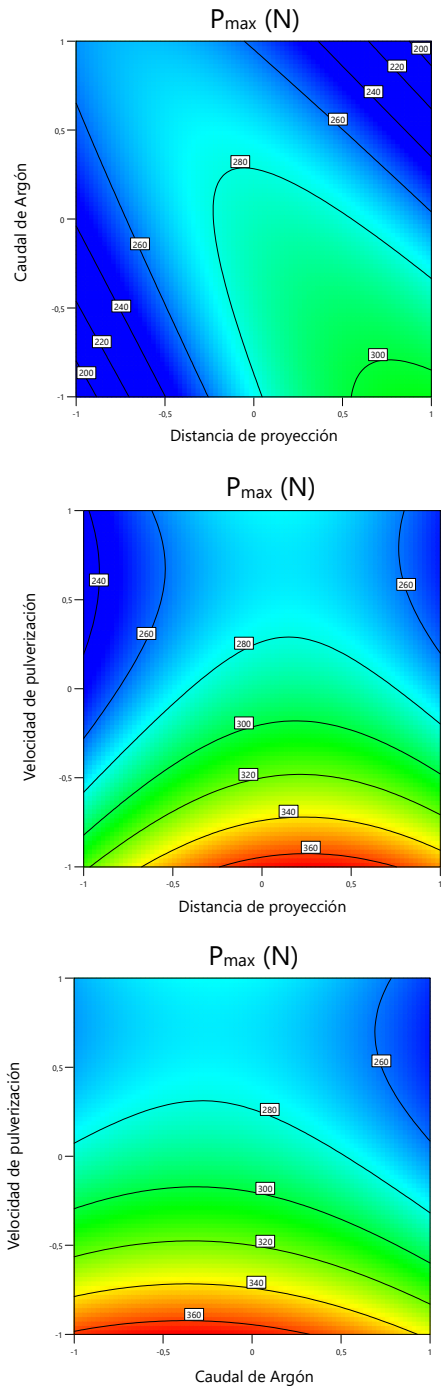


Figura 3: Superficie de respuesta para P_{max} fijando las variables a) Velocidad de pulverización 1200 mm/s, b) Argón 55 slpm y c) Distancia de proyección 140 mm.

5.4. Análisis fractográfico

En las Figuras 4, 5 y 6 se muestra un ejemplo del tipo de fractura que presenta el conjunto de sustrato y recubrimiento después del ensayo SPT.

En la Figura 4 se observan dos tipos de rotura bien diferenciadas. Por un lado, se puede apreciar el modo de rotura dúctil típico de este ensayo SPT en forma circular del sustrato de aluminio, mientras que el modo de rotura del recubrimiento es frágil, ya que presenta forma de estrella relacionado con el tipo de rotura frágil en este ensayo miniatura.

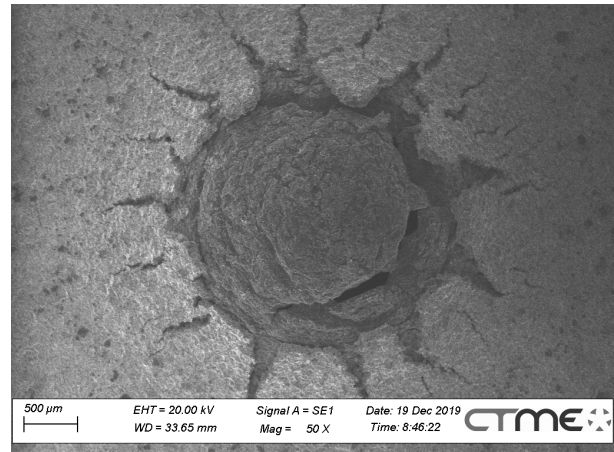


Figura 4: Imagen SEM de la fractura obtenida del ensayo SPT. Ensayo 1.

En el caso de la Figura 5 se puede apreciar con detalle cómo se fractura el recubrimiento debido a la flexión que sufre el sustrato por el punzón durante el ensayo SPT. Concretamente la zona de la probeta que contiene al recubrimiento está sometida a esfuerzos de tracción por ello el modo de rotura que presenta el mismo es más frágil si lo comparamos con el material del sustrato. Sin embargo, parece que la adherencia del recubrimiento al sustrato es buena.

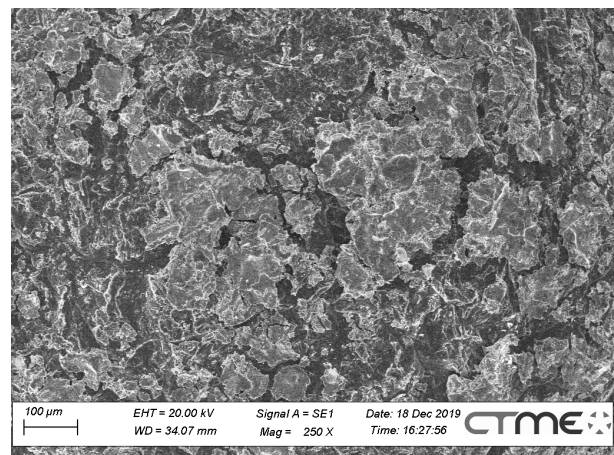


Figura 5: Imagen SEM del recubrimiento fracturado del ensayo SPT. Ensayo 1.

En la Figura 6 se observa el modo de rotura dúctil del sustrato de aluminio manifestado por la coalescencia de microhuecos, mientras que el modo de rotura observado del recubrimiento es algo más frágil, estando en coherencia con el modo de fractura en estrella del recubrimiento frente a la forma circular del sustrato.

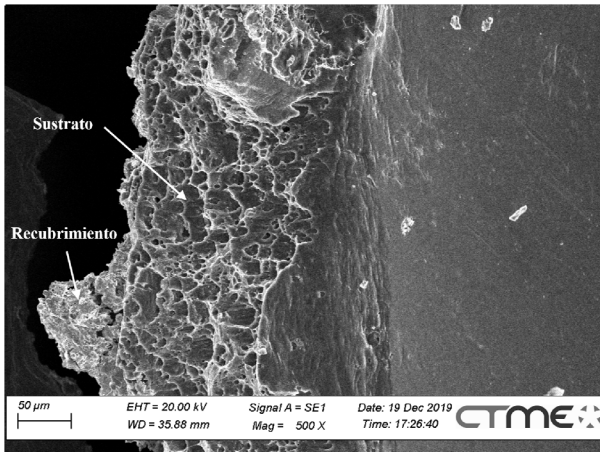


Figura 6: Imagen SEM del sustrato y recubrimiento fracturado del ensayo SPT. Ensayo 13.

5.5. Análisis metalográfico recubrimiento

En la Figura 7 se muestra el recubrimiento obtenido en las condiciones del ensayo 2. Se aprecia la tipología de defectos como la porosidad y la delaminación del recubrimiento. Por otra parte, se aprecia la homogeneidad del mismo y de espesor, así como la buena adherencia entre sustrato y recubrimiento. La mayor parte de los defectos comienzan una vez realizado 1/3 del recubrimiento.

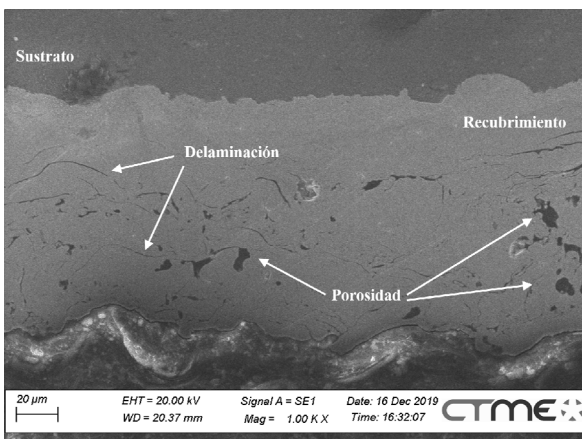


Figura 7: Imagen SEM del recubrimiento. Ensayo 2.

En la Figura 8 se muestra como la adherencia entre sustrato y recubrimiento no es buena además de un aumento significativo de la cantidad de defectos desde las primeras pasadas de pistola al pulverizar junto al sustrato.

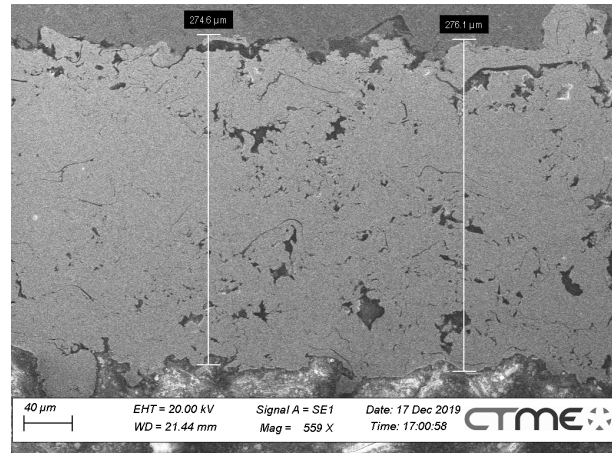


Figura 8: Imagen SEM del recubrimiento. Ensayo 10.

6. CONCLUSIONES

Se ha llevado a cabo un programa experimental que permite obtener una primera evaluación de la selección de parámetros óptimos para la obtención de recubrimiento mediante APS de NiAl en sustrato de aleación de Aluminio. En este sentido, el ensayo SPT se plantea como una alternativa para evaluar el modo de fallo de estos recubrimientos en conjunto con el material de sustrato cuando se emplean espesores delgados. Los resultados obtenidos mediante este ensayo, especialmente analizando el parámetro $P_{\text{máx}}$, han permitido concluir que, dentro del rango analizado de variables, un menor caudal de argón, velocidad de pulverización bajas y un aumento de distancia de proyección producen recubrimientos con mayor resistencia. El análisis fractográfico y metalográfico han permitido una primera aproximación al identificar el modo de fallo del recubrimiento en conjunto con el sustrato, así como asociarlo a la tipología de defectos presentes en el mismo debido a los parámetros seleccionados de proyección térmica APS.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Educación del Gobierno Regional de Castilla y León para el apoyo a los Grupos de Investigación Reconocidos de las universidades públicas de Castilla y León, que comenzó en 2018, Proyecto: BU033G18

REFERENCIAS

- [1] J.M. Guilemany, N. Espallargas, P. H. Suegama, A. Botifoll, Recubrimientos de Cr3C2-NiCr obtenidos mediante Proyección Térmica de Alta Velocidad (HVOF) frente a recubrimientos de cromo duro. Revista de soldadura y tecnologías de unión 105 (2007) 16-20.
- [2] N. Espallargas, J. Berget, J.M.Guilemany, A. V. Benedetti, P. H. Suegama, Cr3C2-NiCr and WC-Ni thermal spray coatings as alternatives to hard chromium

- for erosion-corrosion resistance, *Surface and Coatings Technology* 202 (2008) 1405-1417.
- [3] J.M.Miguel, N.Cinca, S.Dosta, C.Lorenzana, J.M. Guilemany, *Tribological Behaviour of Bronze Composite Coatings Obtained by Plasma Thermal Spraying*, *Tribological letters* 42 (2011) 263-273.
- [4] J.M.Guilemany, J. Navarro, C. Lorenzana, S. Vizcaino, J. M. Miguel, *Tribological behaviour of abradable coatings obtained by Atmospheric Plasma Spraying (APS)*, *International Thermal Spray Conference 2001*. Singapore. ISBN 0-87170-737-3, pp. 1115-1118.
- [5] Mezcla de polvos para Proyección Térmica, Procedimiento para la obtención de recubrimientos y recubrimiento obtenido. J. Sánchez, J. M. Guilemany, J-Fernández, J. R. Miguel, J. Navarro, D. Fernández, J. Nin. Patente de Invención nº 200301316 (2003). En *Explotación por Sociedad Española de Carburos Metálicos S. A.- Centro de Proyección Térmica, UB. España. Solicitud Patente Internacional nº PCT/IB2004/001705*.
- [6] A. Gray, E. R. Sampson. *Coating Solutions for Military Applications*. *Advanced Materials & Processes*, 160 (5) 2002.
- [7] A. Agüero, *Recubrimientos contra la corrosión a alta temperatura para componentes de turbinas de gas*, *Revista de Metalurgia*, 43 (5) (2007) 384-398.
- [8] Oksa, M.; Turunen, E.; Suhonen, T.; Varis, T.; Hannula, S.-P. *Optimization and Characterization of High Velocity Oxy-fuel Sprayed Coatings: Techniques, Materials, and Applications*. *Coatings* 2011, 1, 17-52. doi.org/10.3390/coatings1010017.
- [9] J.R. Davis. "Handbook of Thermal Spray Technology". ASM International®. ISBN 0-87170-795-0 (2004)
- [10] Janisson, S., Meillot, E., Vardelle, A., Coudert, J. F., Pateyron, B., & Fauchais, P. (1999). Plasma spraying using Ar-He-H₂ gas mixtures. *Journal of thermal spray technology*, 8(4), 545-552. doi.org/10.1361/105996399770350232.
- [11] *J. Therm. Spray Technol.* 11 (2002) 333. doi:10.1361/105996302770348727.
- [12] D. Boruah, B. Robinson, T. London, H. Wu, H. de Villiers-Lovelock, P. McNutt, M. Doré, X. Zhang, *Experimental evaluation of interfacial adhesion strength of cold sprayed Ti-6Al-4V thick coatings using an adhesive-free test method*, *Surf. Coatings Technol.* (2019) 125130. doi:10.1016/J.SURFCOAT.2019.125130.
- [13] F. Lewis, D. Mantovani, *Methods to Investigate the Adhesion of Soft Nano-Coatings on Metal Substrates – Application to Polymer-Coated Stents*, *Macromol. Mater. Eng.* 294 (2009) 11–19. doi:10.1002/mame.200800229.
- [14] H. Chen, A. Rushworth, W. Sun, J. He, H. Guo, *Some considerations in using the small punch testing for thermally sprayed CoNiCrAlY coatings*, *Surf. Coatings Technol.* (2019). doi:10.1016/j.surfcoat.2018.10.080.
- [15] H. Chen, T.H. Hyde, K.T. Voisey, D.G. McCartney, *Application of small punch creep testing to a thermally sprayed CoNiCrAlY bond coat*, *Mater. Sci. Eng. A.* (2013). doi:10.1016/j.msea.2013.06.080.
- [16] G.A. Jackson, W. Sun, D.G. McCartney, *The Application of the Small Punch Tensile Test to Evaluate the Ductile to Brittle Transition of a Thermally Sprayed CoNiCrAlY Coating*, *Key Eng. Mater.* 734 (2017) 144–155. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.734.144.
- [17] S.R.J. Saunders, J.P. Banks, M. Wright, *Measurement of ductile brittle transition temperature of coatings using the small punch test*, *National Physical Laboratory*, 2001.
- [18] J. Kameda, T.E. Bloomer, Y. Sugita, A. Ito, S. Sakurai, *Mechanical properties of aluminized CoCrAlY coatings in advanced gas turbine blades*, *Mater. Sci. Eng. A.* (1997). doi:10.1016/s0921-5093(97)00283-9.
- [19] J. Kameda, T.E. Bloomer, S. Sakurai, *Oxidation/carbonization/nitridation and in-service mechanical property degradation of CoCrAlY coatings in land-based gas turbine blades*, *J. Therm. Spray Technol.* 8 (1999) 440–446. doi:10.1361/105996399770350403.
- [20] E. Gallino, S. Massey, M. Tatoulian, D. Mantovani, *Plasma polymerized allylamine films deposited on 316L stainless steel for cardiovascular stent coatings*, *Surf. Coatings Technol.* 205 (2010) 2461–2468. doi:10.1016/J.SURFCOAT.2010.09.047.
- [21] M. Eskner, *Mechanical Behaviour of Gas Turbine Coatings*, *Materialvetenskap*, 2004. <http://kth.diva.portal.org/smash/get/diva2:9627/FULLTEXT01.pdf>.
- [22] CWA 15627:2008, *Small Punch Test Method for Metallic Materials*, *European Committee for Standardization (CEN)*.

GENERACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES DE CORTADURA MEDIANTE TORSIÓN

D. Pérez Gallego¹, J. Ruiz Hervías¹, D.A. Cendón Franco¹

¹ Departamento de Ciencia de Materiales.
Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid.
C/ Profesor Aranguren 3, 28040-Madrid, España
* Persona de contacto: d.perez@upm.es

RESUMEN

En la norma de ensayo para el análisis de la tensión residual por difracción de rayos X (UNE-EN 15305), se establece una validación del método empleando probetas patrón con tensiones residuales normales conocidas. Sin embargo, la norma establece restricciones tanto para las tensiones normales como para las de cortadura en la muestra patrón. Aunque las últimas suelen ser despreciables frente a las primeras, el no tener un método de validación independiente de las tensiones residuales de cizalla plantea una incertidumbre en la aplicación de la norma. Por este motivo, sería muy interesante disponer de muestras patrón con tensiones residuales de cortadura conocidas para la validación del método de ensayo. En el presente trabajo se han realizado ensayos de torsión en una muestra de acero con el objetivo de generar tensiones residuales de cortadura de una forma controlada y reproducible. Se ha implementado un modelo numérico basado en el método de elementos finitos para reproducir los ensayos de torsión y se han calculado las tensiones residuales generadas al descargar la muestra.

PALABRAS CLAVE: Tensiones residuales, tensión de cizalla, difracción de rayos-X, torsión, elementos finitos.

ABSTRACT

In the standard test method for residual stress analysis by X-ray diffraction (UNE-EN 15305), the validation of the method is done with reference specimens with known normal residual stress. However, restrictions are established to the values of both normal and shear stresses in the reference specimen. Although the latter can be negligible with respect to the former, the lack of an independent validation method for shear stresses is a source of concern. Consequently, it would be interesting to have a reference specimen with known shear residual stresses to validate the method. In the present work, torsion tests have been performed in a steel sample with the aim of producing shear residual stresses in a controlled and reliable fashion. A numerical method based on finite elements was implemented to reproduce the torsion tests and calculate the residual stresses generated after unloading.

KEYWORDS: Residual stresses, shear stresses, x-ray diffraction, torsion, finite elements.

1. INTRODUCCIÓN

Las tensiones residuales son aquéllas que permanecen en los materiales o componentes en ausencia de cargas externas. Pueden originarse en diversos procesos de fabricación y condiciones de servicio que den lugar a deformaciones no uniformes.

A diferencia de las tensiones aplicadas, que suelen ser conocidas (cálculo o especificaciones de diseño), las tensiones residuales son a menudo desconocidas. Eso hace que las tensiones a las que está realmente sometido el componente tengan una indeterminación que puede condicionar su durabilidad. Por ello, es necesario determinar con precisión las tensiones residuales y

establecer controles de fabricación y de calidad en aquellos componentes que puedan resultar críticos.

La técnica más extendida para la determinación de las tensiones residuales es la difracción de rayos-X. La norma de ensayo UNE-EN 15305 [1] es la encargada de establecer la metodología para llevar a cabo este análisis. Como validación del método de ensayo, la norma establece que es necesario realizar medidas en muestras de referencia patrón de tensiones residuales conocidas. Estos patrones suelen fabricarse mediante la técnica del *shot peening* [2], la cual genera tensiones residuales de compresión en la superficie del material. Los resultados en estas muestras han de ser cualificados mediante programas de intercomparación entre laboratorios [3].

Mediante la técnica del *shot peening* es posible obtener una distribución homogénea de las tensiones de compresión en la región superficial del patrón, con tensiones de cortadura despreciables en general. Sin embargo, la norma de ensayo establece restricciones tanto para las tensiones normales como para las de cortadura, a pesar de que la forma de fabricar dichos patrones no produce tensiones de cortadura apreciables. Esta aparente contradicción podría resolverse si se dispusiera de muestras patrón con tensiones de cortadura conocidas.

El principal objetivo de este trabajo es crear muestras patrón con tensiones residuales de cortadura conocidas. Para ello se han realizado ensayos de torsión en muestras metálicas. Dichos ensayos se han modelado mediante simulaciones numéricas (método de los elementos finitos) en 3D y se han calculado las tensiones residuales generadas tras descargar el material.

2. MATERIAL

El material que se ha escogido es una barra de acero de 20 mm de diámetro empleado en estudios previos de tensiones residuales [4]. Se trata de acero perlítico con contenido en carbono cercano al 0.8%, coincidiendo con el punto eutectoide del diagrama Fe-C metaestable. La composición del material puede verse en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química de la barra de acero empleada [4].

C%	Mn%	Si%
0.78	0.60-0.90	0.15-0.35
P%	S%	Al%
<0.025	<0.025	0.02-0.06

La densidad de este acero se ha calculado a partir de un fragmento de la barra, obteniendo un valor de $\rho=7810\text{kg/m}^3$.

3. ENSAYOS MECÁNICOS

Con el fin de caracterizar el comportamiento mecánico del material, se han realizado ensayos de tracción en probetas cilíndricas cuyo perfil puede verse en la Figura 1 [5].

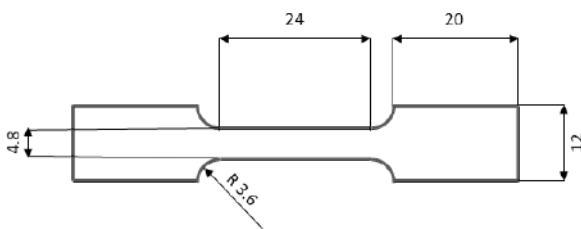


Figura 1. Esquema de las probetas de ensayo de tracción simple (medidas en mm)

En la Figura 2 se muestra la curva tensión-deformación para tres muestras ensayadas en tracción simple hasta rotura (STR_01, STR_02 y STR_03). Como límite elástico se ha establecido un valor de $\sigma_y = 427\text{ MPa}$, que corresponde con el cambio notable de la pendiente de la curva que puede observarse en la figura. A partir de ese punto, el material comienza a plastificar y se aprecia un considerable endurecimiento por deformación hasta alcanzar la tensión máxima. El valor del módulo elástico calculado a partir de los resultados es $E = 215\text{ GPa}$.

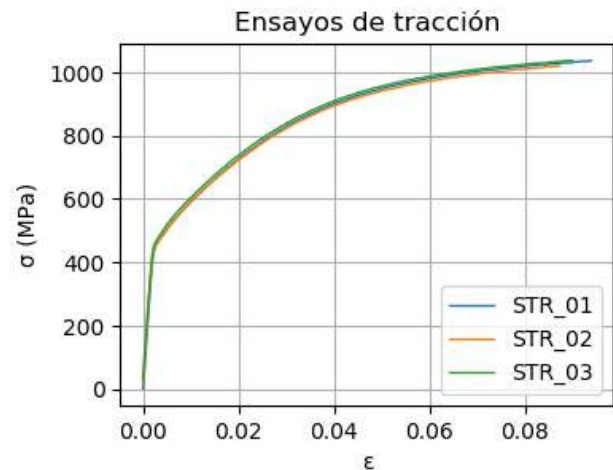


Figura 2. Curvas tensión-deformación de los ensayos de tracción simple.

Para llevar a cabo el ensayo de torsión se mecanizaron probetas cilíndricas respetando los mismos criterios que los empleados para fabricar las probetas de tracción [5]. El tamaño de las probetas se ha definido como el máximo posible teniendo en cuenta la capacidad de la máquina de ensayos. Como resultado, el diámetro de la sección reducida es 8 mm. En la Figura 3 se muestra un esquema de la geometría de las probetas para estos ensayos.

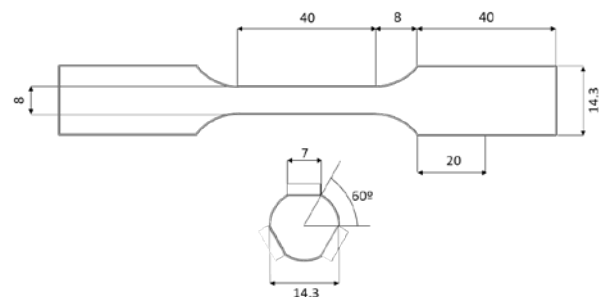


Figura 3. Esquema de las probetas de ensayo de torsión (medidas en mm)

Se han ensayado tres probetas (STO_02, STO_03 y STO_04) para conocer el límite de rotura del material a torsión. En la Figura 4 se representan las curvas momento torsor-giro para dichas muestras. El momento torsor máximo medio que se alcanza es $M_{t\text{máx}} = 84\text{ N}\cdot\text{m}$ para un valor medio de giro de $\theta = 555^\circ$.

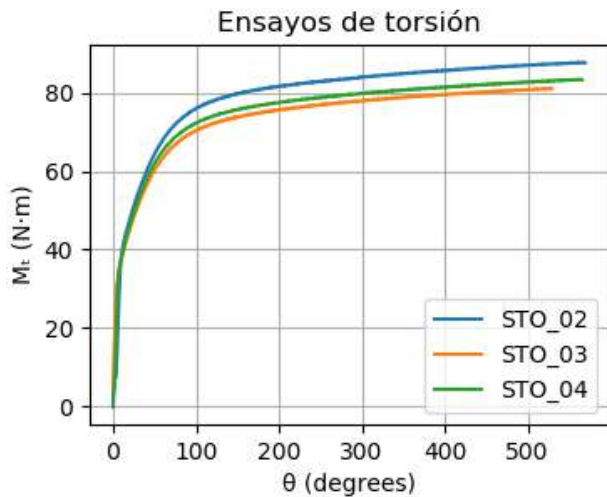


Figura 4. Curvas momento torsor-giro de los ensayos de torsión.

4. SIMULACIONES NUMÉRICAS

Se han realizado simulaciones numéricas basadas en el Método de Elementos Finitos en 3D. La herramienta de cálculo escogida para llevar a cabo dichas simulaciones es el software ABAQUS, versión 2017.

4.1. Validación del modelo numérico

Con el objetivo de ajustar un modelo de comportamiento mecánico del material, se ha realizado una primera simulación numérica para reproducir el ensayo de tracción. El modelo de material empleado es de tipo elasto-plástico, con plasticidad de Von Mises y curva de endurecimiento por deformación plástica introducida por puntos. Para la parte elástica, se ha empleado el valor del módulo de elasticidad obtenido en los ensayos (215 GPa) y un coeficiente de Poisson $\nu = 0.3$. La curva de endurecimiento por deformación para la parte plástica se ha introducido por puntos, los cuáles se han determinado también a partir de los resultados experimentales.

El modelo se ha definido como axisimétrico, manteniendo las dimensiones de las probetas experimentales de ensayo. Sobre la parte superior de la pieza se ha aplicado un desplazamiento en dirección del eje de simetría de 3 mm para aplicar la tracción. El elemento empleado es de tipo *CAX4R* con un tamaño de aproximadamente 0.5 mm de lado.

A partir de los datos obtenidos de fuerza desplazamiento, se ha calculado la curva tensión-deformación del ensayo numérico. En la Figura 5 se compara la curva obtenida a partir de la simulación con los resultados experimentales. Como se puede observar, todas las curvas prácticamente se solapan, lo que permite validar el modelo de material empleado.

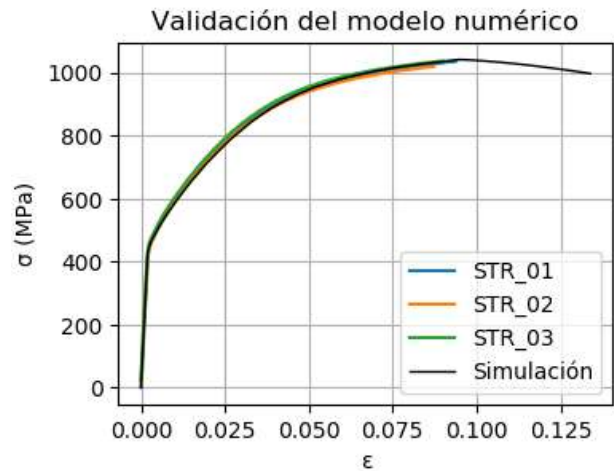


Figura 5. Validación del modelo numérico con los resultados experimentales de los ensayos de tracción simple.

4.2. Modelo de torsión

Para el modelo de torsión se ha empleado el mismo modelo de comportamiento de material validado a través del ensayo de tracción. Para definir la geometría se empleó un modelo 3D axisimétrico de revolución al que se ha aplicado un giro de 10 radianes (573°) sobre la superficie de la base de la pieza. Posteriormente, se ha simulado la descarga de la muestra liberando a la misma de cualquier fuerza externa aplicada. De este modo, una vez alcanzado el equilibrio se puede obtener la distribución de tensiones residuales en el material.

Los elementos en el mallado se han distribuido de manera simétrica respecto al eje de revolución, tal y como se observa en la Figura 6. De este modo se han generado elementos del tipo *C3D8R* y *C3D6*, siendo estos últimos los que están en contacto con el eje de simetría. El tamaño de elemento varía a lo largo del radio entre 0.03 y 0.3 mm.

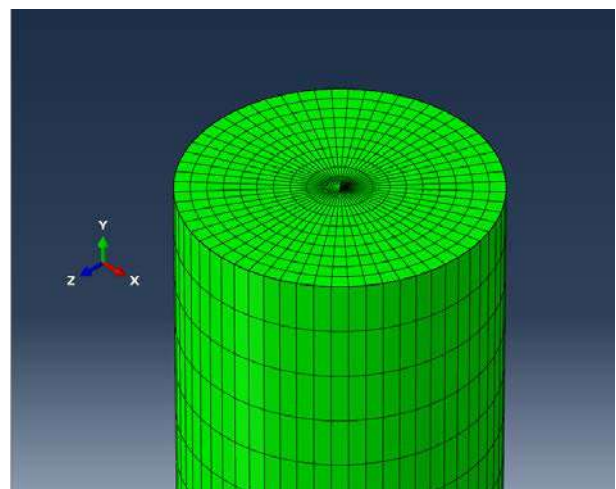


Figura 6. Corte transversal en el centro del eje longitudinal de la probeta. Los elementos se distribuyen de acuerdo con la simetría de revolución del modelo.

En la Figura 7 se han representado las curvas momento torsor-giro de los ensayos experimentales y la simulación numérica. Se puede observar que la simulación numérica predice con bastante exactitud el comportamiento elástico del material, mientras que en la región plástica la simulación está por encima de los resultados experimentales.

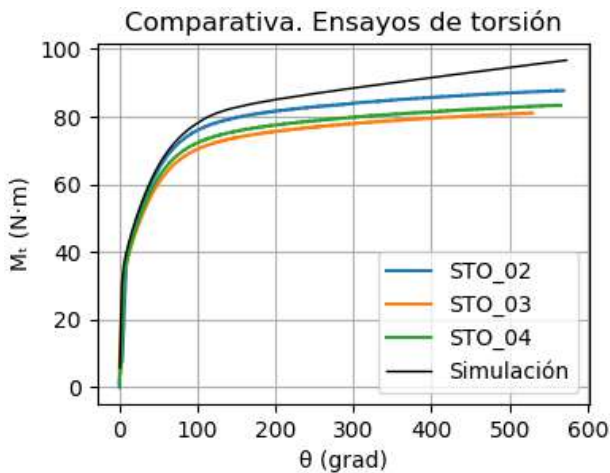


Figura 7. Comparación entre los resultados experimentales y los obtenidos a partir de la simulación en los ensayos de torsión (curva momento torsor-giro).

4.3. Cálculo de las tensiones residuales

Como resultado del cálculo numérico, es posible estudiar el estado tensional final del modelo al descargar el material. En la Figura 8 se representa la tensión de Von Mises (a) y la tensión de Tresca (b) en un corte transversal en el centro de la probeta después de la descarga. Los valores de las tensiones a lo largo del radio (puntos marcados en blanco) se han representado en función de la distancia al centro de la probeta (c). Se puede observar que en la superficie del modelo aparecen valores de la tensión del orden de 550-600 MPa después de la descarga. Se trata por tanto de tensiones residuales generadas por el ensayo de torsión.

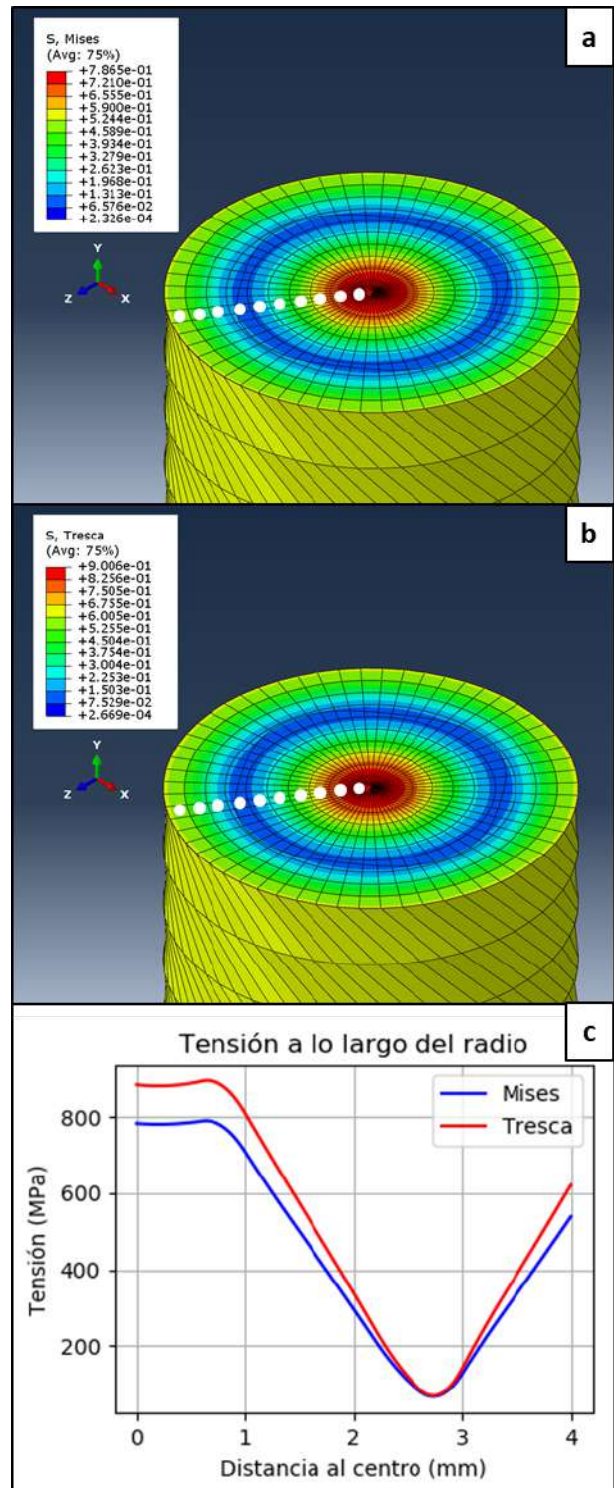


Figura 8. Distribución de las tensiones residuales en la sección reducida de la probeta de torsión: (a) Von Mises, (b) Tresca y (c) perfil a lo largo del radio.

5. CONCLUSIONES

- El modelo numérico empleado se ha validado mediante ensayos de tracción simple. Los resultados de la simulación predicen correctamente los resultados experimentales.

- En el modelo de torsión, la simulación ajusta bien los resultados experimentales en régimen elástico, pero los sobrestima en régimen plástico. Como continuación de la investigación será necesario estudiar los motivos que causan esta diferencia y quizás modificar los parámetros del material para realizar una simulación más precisa.
- Los resultados de las simulaciones numéricas indican que aparecen tensiones residuales de cizalla en la superficie del material tras la descarga.
- Una vez refinado el modelo numérico para reproducir adecuadamente los resultados del ensayo de torsión se propone medir las tensiones residuales de cortadura mediante la técnica de difracción de rayos-X.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e innovación e Universidades de España por la financiación recibida (proyectos RTI2018-097221-B-I00 y PGC2018-097116-A-I00).

REFERENCIAS

- [1] Normativa Europea (2008). Ensayos no destructivos. Método de ensayo para el análisis de la tensión residual por difracción de rayos X (EN 15305).
- [2] Kobayashi, M., Matsui, T., & Murakami, Y. (1998). International Journal of Fatigue. Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening, 20(5), 351-357. doi: 10.1016/S0142-1123(98)00002-4.
- [3] Lefebvre, F., Wasniewski, E., François, M., Cacot, J., Le-Bec, P., Baumhauer, E., Bouscaud, D., Bergey, T., Blaize, D., Gloaguen, D., Cosson, A., Jégou, S., Cheynet, Y., Leray, S., Meheux, M., Monvoisin, J., Allain, P., Vidal, J.C., Sprauel, J., & Hamdi, H. (2014). External Reference Samples for Residual Stress Analysis by X-Ray Diffraction. Advanced Materials Research, 996. 221-227. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.996.221.
- [4] Ruiz, J., Atienza, J.M. & Elices, M. Residual stresses in wires: Influence of wire length. J. of Mater Eng and Perform 12, 480–489 (2003). <https://doi.org/10.1361/105994903770343042>
- [5] Normativa Europea (2010). Materiales metálicos. Ensayo de tracción. Parte 1: Método de ensayo a temperatura ambiente (UNE-EN ISO 6892-1).

ANALYSIS OF SPECIFIC ENERGY ABSORPTION IN MULTI-LAYERED ORIGAMI PLATES

J. Aranda-Ruiz¹

¹ Department of Continuum Mechanics and Structural Analysis.
University Carlos III of Madrid.
Avda. de la Universidad, 30, 28911 Leganés-Spain.
jaranda@ing.uc3m.es

RESUMEN

Los metamateriales mecánicos son estructuras artificiales con propiedades mecánicas contrarias a la intuición que tienen su origen en la geometría de su célula unitaria y no en las propiedades del material base. Dentro de este tipo de metamateriales, las estructuras inspiradas en el origami han ganado cada vez más popularidad en la búsqueda continua de materiales con propiedades exóticas como la rigidez graduable y el coeficiente de Poisson negativo (auxético). En este trabajo se ha analizado numéricamente la respuesta dinámica de placas de origami de varias capas, fabricadas en latón y sometidas a ensayos de compresión uniaxial, cuantificando su absorción de energía específica (SEA). Se han considerado diferentes velocidades de compresión e incorporado un criterio de daño. Las placas se basan en la celda unitaria de Miura Ori, que se define por cuatro parámetros geométricos independientes: dos longitudes laterales a y b , ángulo de sección ϕ y ángulo de plegado θ . Se han considerado estructuras de cuatro capas y dos configuraciones diferentes: estructuras de rigidez homogénea o graduable, aplicando la carga de compresión en dos direcciones: la dirección en la que la estructura reproduce un comportamiento auxético y la dirección en la que muestra una rigidez variable. Se han utilizado resultados experimentales de compresión cuasiestática, publicados en la literatura científica, para validar el modelo numérico desarrollado. Los resultados del presente trabajo muestran la influencia de la velocidad y dirección de compresión en la capacidad de absorción de energía de la estructura.

PALABRAS CLAVE: Metamateriales, Rigidez graduable, Compresión dinámica, Criterio de daño, Auxéticos

ABSTRACT

Mechanical metamaterials are man-made structures with counter-intuitive mechanical properties that originate from the geometry of their unit cell rather than from the properties of base material. Within this type of metamaterials, origami-inspired structures have gained increasing popularity in the continuous search for materials with exotic properties such as programmable stiffness and negative Poisson's ratio (auxetics). In this work, the dynamic response of multi-layered brass Origami plates subjected to uniaxial compression tests has been numerically analyzed, by quantifying their specific energy absorption (SEA), considering different compression velocities and incorporating a damage criterion. The plates are based on the Miura Ori single cell, which is defined by four independent geometrical parameters: two side lengths a and b , sector angle ϕ and folding angle θ . Four-layer specimens and two different configurations have been considered: homogeneous or graded stiffness structures, applying the compression load in two directions: the direction in which the structure reproduces an auxetic behavior and the direction in which it shows a variable stiffness. Experimental results, involving quasi-static compression tests published in the scientific literature, have been used to validate the developed numerical model. The results of the present work show the influence of compression velocity and direction on the energy absorption capacity of the structure.

KEYWORDS: Metamaterials, Graded Stiffness, Dynamic compression, Damage criterion, Auxetic materials

1. INTRODUCTION

Mechanical metamaterials are not materials in a strict sense of the word, but they are man-made materials with counterintuitive mechanical properties derived from their geometry, rather than from their material composition [1]. These mechanical or structural metamaterials have a variety of significantly improved mechanical properties, such as auxetic behavior (i.e. zero or negative Poisson's ratios) [2-3], negative stiffness [4], negative compressibility [5], or customized

topological microstructures [6]. All these unusual mechanical properties differentiate them from conventional materials.

This work focuses in a specific type of mechanical metamaterial: Origami-inspired structures, composed of repeating single cells whose geometry and folding determine their general mechanical properties. Origami relies on folding and assembling two-dimensional structures to create three-dimensional shapes whose variety and complexity are governed by the number,

order, and orientation of the folds. Most of existing studies are mainly focused on periodic origami patterns, as Miura-Ori's unitary cell [7] while the non-periodic origami patterns, as for example the Ron Resch folding [8], have not gained as much attention yet, probably due to the difficulties in modeling and theoretical analysis.

In the last few years, Origami has received an increasing interest from the scientific community, being used in many applications among which it is possible to highlight its use in the design of energy absorption devices [9-10] and biomedical devices such as heart stents [11].

In this work, a metamaterial structure formed by Miura-Ori unit cells was numerically analyzed, quantifying the specific energy absorption (SEA) of multi-layered brass Origami plates subjected to uniaxial compression tests in both, quasi-static and dynamic regimes. It is important to note that depending on the direction of application of the load, the structure will exhibit auxetic behavior or graded stiffness.

2. PROBLEM DEFINITION

2.1. Geometry

The Miura-Ori unit cell is presented in figure 1, whose geometry is defined by four identical rigid

parallelogram faces linked by edges that can be folded into 'mountain' and 'valley' creases, all of them linked in one central vertex.

This geometry is defined by four independent parameters: two side lengths a and b , sector angle ϕ and folding angle θ (see figure 1(a)). The dimensions which define the folded configuration, figure 1(b), can be obtained from these previous ones, through the following expressions:

$$\cos \gamma = \frac{\sin^2 \phi \cos^2(\theta/2) - \cos^2 \phi}{\sin^2 \phi \cos^2(\theta/2) + \cos^2 \phi} \quad (1)$$

$$\cos \eta = \sin^2 \phi \cos \theta + \cos^2 \phi \quad (2)$$

$$w = 2b \cdot \sin(\eta/2) \quad (3)$$

$$h = a \cdot \cos(\gamma/2) \quad (4)$$

$$l = 2a \cdot \sin(\gamma/2) \quad (5)$$

$$v = b \cdot \cos(\eta/2) \quad (6)$$

The whole structure is formed by four layers, each of which consists of six-unit cells: two along x direction and three along y direction, as showed in figure 2.

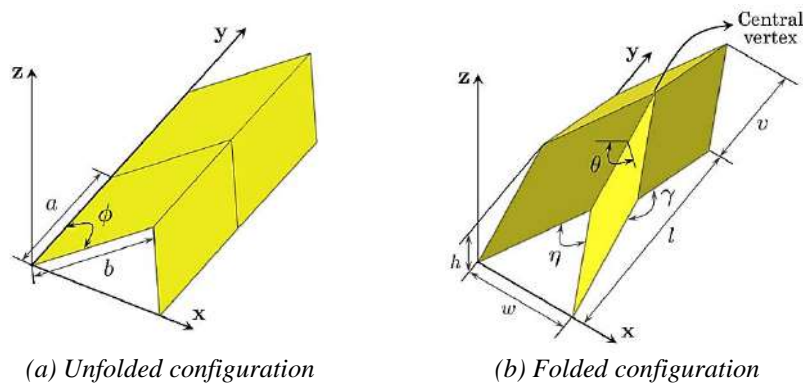


Figure 1. Miura-Ori unit cell.

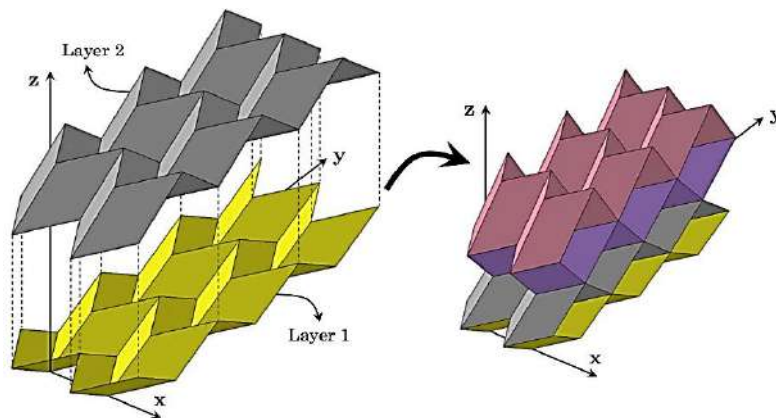


Figure 2. Connection between different layers.

In order to establish a stacking sequence of the successive layers, they must meet the following geometrical constraints:

$$a_j = \frac{a_1 \cos \phi_1}{\cos \phi_j} \quad (7)$$

$$b_j = b_1 \quad (8)$$

$$\theta_j = \cos^{-1} \left(1 - \frac{2 \sin^2(\theta_1/2) \sin^2 \phi_1}{\sin^2 \phi_j} \right) \quad (9)$$

where a_1 , b_1 , ϕ_1 , θ_1 and a_j , b_j , ϕ_j , θ_j are the independent parameters which define the Miura-Ori unit cell for the base layer (layer 1) and the unit cells for the rest of the layers ($j = 2,3,4$). From Eqs.(7) to (9), it can be seen that once the base layer geometry has been defined, the only free parameters are the section angles of each of the remaining layers. Thus, you can define homogeneous structures, where the section angle is the same for all layers; and structures of graded stiffness, where not all the layers have the same section angle (see figure 3). The nomenclature for each specimen is defined by the sector angles of the stacking sequence, $\phi_1 - \phi_2 - \phi_3 - \phi_4$. For instance, a structure with the following sequence: $\phi_1 = 39^\circ$, $\phi_2 = 45^\circ$, $\phi_3 = 51^\circ$ and $\phi_4 = 57^\circ$ is named as '39-45-51-57'.

2.2. Material

The considered material was Brass (CuZn40), whose physical and mechanical properties are presented in table 1. The thickness of the planar parallelograms which conform the Origami unit cell is 0.3 mm.

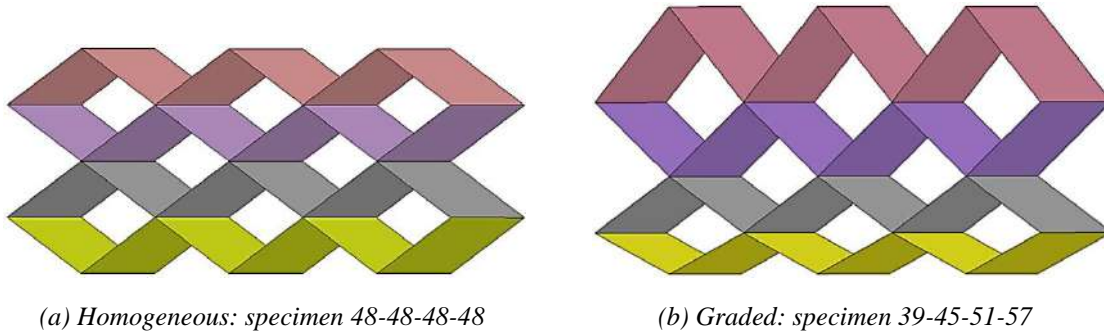


Figure 3. Structure configuration examples.

Table 1. Physical and mechanical properties of CuZn40.

Property	Constant	Numerical Value
Density [12]	ρ	8330 (kg/m^3)
Young's modulus [12]	E	111.1 (GPa)
Poisson's coefficient [13]	ν	0.33
Friction coefficient [12]	μ	0.25
Specific heat [13]	C_p	385 ($J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$)
Thermal expansion coefficient [13]	α	$1.99 \cdot 10^{-5}$ (K^{-1})
Conductivity [14]	k	120 ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)

The Johnson-Cook (JC) constitutive law and damage model have been used in order to reproduce its mechanical response and failure criteria. The JC constitutive law is expressed by Eq.(10):

$$\sigma = [A + B(\varepsilon_p)^n] \left[1 + C \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] \left[1 - \left(\frac{T - T_a}{T_f - T_a} \right)^m \right] \quad (10)$$

where ε_p and $\dot{\varepsilon}_p$ are the plastic strain and plastic strain rate respectively and T is the actual temperature. On the other hand, the JC damage model is given by Eq.(11):

$$\varepsilon_f = \left[D_1 + D_2 \exp \left(D_3 \frac{\sigma_h}{\sigma_{vm}} \right) \right] \left[1 + D_4 \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] [1 + D_5 T] \quad (11)$$

where σ_h is the hydrostatic stress and σ_{vm} is the Von Mises equivalent stress. All coefficients of the JC models for the CuZn40 are reported in table 2.

3. NUMERICAL MODEL

Numerical simulations were carried out using the Finite Element commercial code Abaqus/Explicit v6.14 [15]. All the parameters that define the model have been set by means of a script programmed in Python.

The model reproduce the configuration of the compression tests conducted by [12] in order to validate it, including the multi-layered Origami structure and two additional plates which apply the compressive load.

Table 2. JC constitutive law and damage model parameters of CuZn40 [13].

Property	Constant	Numerical Value	Property	Constant	Numerical Value
Yield limit	A	111.69 (MPa)	Damage coefficient	D_1	0.0
Material constant	B	504.69 (MPa)	Damage coefficient	D_2	2.65
Exponent	n	0.42	Damage coefficient	D_3	-0.620
Material constant	C	0.009	Damage coefficient	D_4	0.028
Reference strain rate	$\dot{\epsilon}_0$	1 (s^{-1})	Damage coefficient	D_5	0.0
Room temperature	T_a	293 (K)	Melting temperature	T_f	1189 (K)
Exponent	m	1.68			

All these geometries have been modeled using shell type parts. The Miura-Ori unit cells were developed through a sweep technique, defining the path and section shown in figure 4 (where $\beta = (\pi/2) - (\eta/2)$ and $\xi = (l/2) \cos \beta$), and cutting the resulting geometry along two planes separated by the distance w defined by Eq.(3).

The compression is applied by imposing a constant displacement at the top plate and neglecting all the displacements and rotations of the bottom plate (see figure 5). A dynamic/explicit step was used for all the compression velocities, even for those considered as quasi-static, after checking that the ratio of kinetic to internal energy was below 5% during most of the compression process.

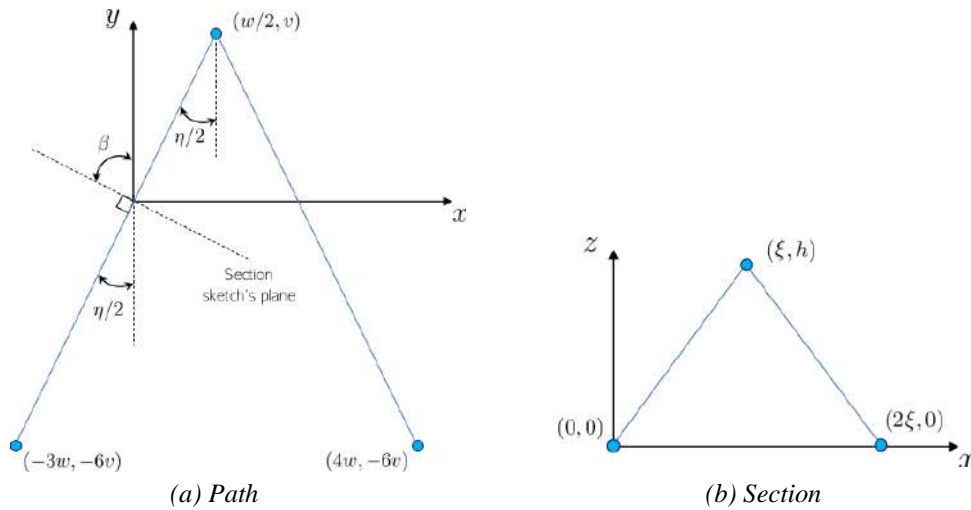


Figure 4. Sweep technique for the developing of Miura-Ori unit cell geometry.



Figure 5. Complete numerical model.

The optimal global mesh size was found to be 0.5 mm, resulting in a total of about 65000 thermally coupled four-node shell elements with reduced integration (S4RT).

4. RESULTS

4.1. Numerical model validation

The numerical results were compared with the experimental ones published by [12] in terms of Specific Energy Absorbed (SEA) during the compression process. The specimen used in the comparison is a uniform structure with section angle $\phi = 48^\circ$: 48-48-48-48.

The SEA is defined as the energy absorption per unit mass, which can be calculated as the area under the Force vs. Displacement curve divided by the total mass of the specimen. The results were obtained for a compression velocity of 1 m/s, resulting in an experimental and numerical SEA of $0.776 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$ and $0.801 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$ respectively. Thus, the resulting relative error is 3.28%, so the numerical model can be considered as validated.

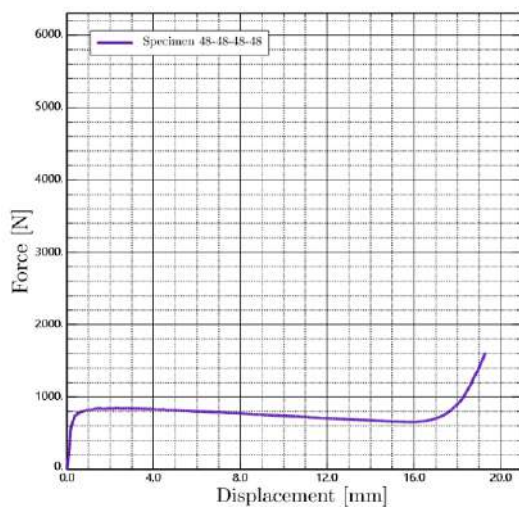
4.2. Out-of-plane compression

In this section, the compression is applied in the same direction as the stacking sequence, i.e. along the z direction according to figure 2. Depending on the sector angles values for each layer, the structure may show a graded or homogeneous stiffness. This effect can be observed in figure 6(a), where the uniform structure exhibits a deformation process which can be divided in three stages: pure elastic regimen up to 1.5 mm of displacement; the plateau zone where creases of the layers undergo plastic strain while the panels of the parallelograms which conform the unit cells still remain virtually undeformed (rigid unfolding process); and finally, from a displacement of 17 mm, the densification zone where all the layers are flattened.

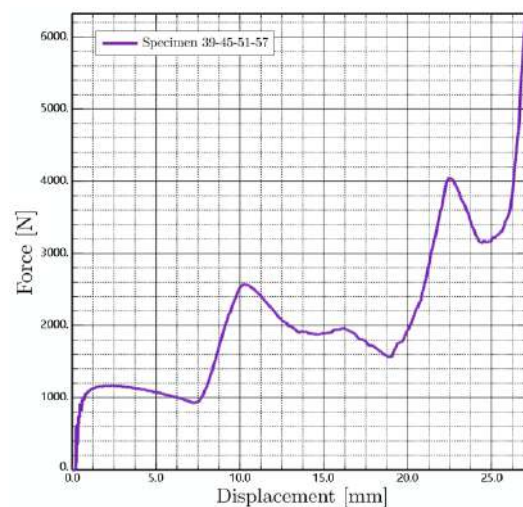
On the other hand, the graded structure exhibits a more complex deformation process. In figure 6(b) multiple increases in the value of the compression force can be observed, which highlights the graded stiffness of the structure by having layers of different section angles. It is important to note here that the layers with the smallest section angles will be the first to begin their rigid unfolding process, whatever their position in the stacking sequence. This is because the lower the section angle, the lower the resistance to unfold.

The beginning of the deformation process in a graded structure is similar to that of the uniform structure, where a pure elastic behavior is noticed up to 1.5 mm of displacement. From this point on, the first plateau zone is reached because of the unfolding process of the first layer with its creases undergoing plastic strain. The main difference with the previous case is that now, only the first layer (the one with the lowest section angle) is experimenting the process of unfolding, while the deformations of the upper layers are still very low. For uniform structures, this rigid unfolding process is produced in all layers at the same time. Once the first layer is almost completely flattened, a new phenomenon can be observed: the so-called self-locking. This phenomenon occurs when one layer of higher section angle is located next to other layer with smaller section angle: by the time this last layer has been flattened to almost 180° , the layer with the higher section angle still retains capacity to continue its rigid unfolding process, but the geometric limitation given by the layer with the smallest section angle causes its deformation process to change, being now the bending and crushing of the panels that define its unit cells. These transitions in the mechanisms of deformation are the reason of the rise in force, until the layer starts to collapse, and its load capacity reaches its maximum.

In table 3, the values of SEA for different geometries and compression velocities are reported, showing that: graded structures have higher SEA values than uniform ones, and that the greater the section angles in the stacking sequence, the greater the energy absorption capacity of the structure. Furthermore, it can be seen that the SEA increases with the compression velocity, both for uniform and graded structures.



(a) Homogeneous specimen: 48-48-48-48



(b) Graded specimen: 39-45-51-57

Figure 6. Out-of-plane compression for uniform and graded structures. $v = 1 \text{ m/s}$.

Table 3. SEA for out-of-plane compression.

Specimen	Compression vel. (m/s)	SEA ($J \cdot g^{-1}$)	Specimen	Compression vel. (m/s)	SEA ($J \cdot g^{-1}$)
48-48-48-48	1	0.801	39-45-51-57	1	2.473
	5	0.812		5	2.591
	15	0.907		15	2.950
	30	1.016		30	3.273

4.3. In-plane compression

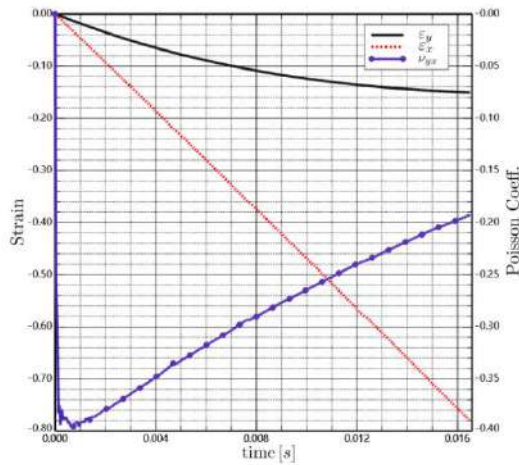
In this section, the compression is applied perpendicular to the stacking sequence, i.e. along the x direction according to figure 2. With this configuration, the structures do not present graded stiffness, neither uniforms nor those with different section angles in each of their layers. The reason is that the angle which undergo the rigid folding process is η (see figure 1(b)), and it is the same for all the unit cells that conform the structure. In all cases, a homogeneous stiffness is observed, and the deformation process is the same as the one shown in figure 6(a). As in the previous case, table 4 collects the values of SEA for different geometries and compression velocities, showing that all of them are

smaller than in the case of out-of-plane compression. Regarding the velocity of compression, the SEA increase very slightly, with no clear trend.

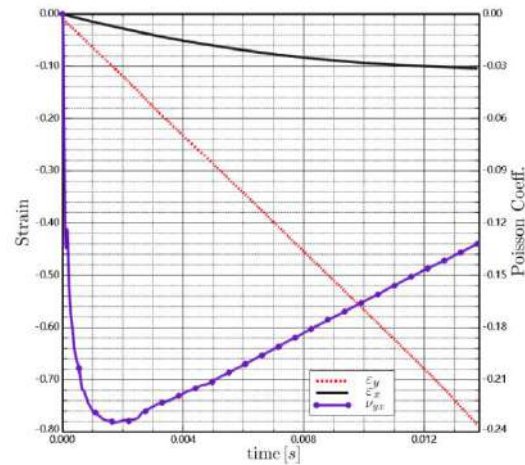
The structures show an auxetic behavior in the y direction, defined by a negative Poisson's coefficient ν_{yx} , while in the transversal direction, by contrast, ν_{zx} is positive. The evolution of ν_{yx} is shown in figure 7 for a homogeneous and a graded specimen. The trend is the same in both cases, showing an instant increase in the absolute value of ν_{yx} , followed by a steady decrease until reach its final value at the end of the deformation process.

Table 4. SEA for in-plane compression.

Specimen	Compression vel. (m/s)	SEA ($J \cdot g^{-1}$)	Specimen	Compression vel. (m/s)	SEA ($J \cdot g^{-1}$)
48-48-48-48	1	0.569	39-45-51-57	1	0.473
	5	0.565		5	0.490
	15	0.582		15	0.526
	30	0.601		30	0.549



(a) Homogeneous specimen: 48-48-48-48



(b) Graded specimen: 39-45-51-57

Figure 7. Evolution of ν_{yx} during the compression process. $v = 1$ m/s.

Table 5. ν_{yx} for in-plane compression.

Specimen	Compression vel. (m/s)	ν_{yx}	Specimen	Compression vel. (m/s)	ν_{yx}
48-48-48-48	1	-0.193	39-45-51-57	1	-0.132
	5	-0.193		5	-0.131
	15	-0.186		15	-0.126
	30	-0.165		30	-0.119

Table 5 reports the values of ν_{yx} for different geometries and compression velocities, at the end of the deformation process. It can be observed that for both structures, the Poisson's coefficient decreases very slightly as the compression velocity increases.

5. CONCLUSIONS

A numerical model for the quasi-static and dynamic compression of multi-layered Origami structures has been developed and validated. The specific energy absorption of uniform and graded structures was calculated by applying the compression load in the direction of the stacking sequence and across it. For out-of-plane compression, the SEA was higher in the graded structures as they presented a graded stiffness, increasing in all cases with the compression velocity. For in-plane compression, the values of SEA were considerably smaller than those for out-of-plane case, increasing slightly with compression velocity. The structures showed an auxetic behavior in the in-plane compression scenario, with negative Poisson's coefficients which slightly decrease as the velocity increase.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author thanks the Comunidad Autónoma de Madrid and Universidad Carlos III de Madrid for the support of this work through the Research Project OPTIMUM-CM-UC3M, funded by the call "Programa de apoyo a la realización de proyectos interdisciplinarios de I+D para jóvenes investigadores de la Universidad Carlos III de Madrid 2019-2020" under the frame of the Convenio Plurianual Comunidad de Madrid- Universidad Carlos III de Madrid.

REFERENCES

- [1] X. Li, H. Gao. Mechanical metamaterials: smaller and stronger. *Nature Materials* (2016) 15: 373-374.
- [2] K. Bertoldi, P.M. Reis, S. Willshaw, T. Mullin. Negative Poisson's ratio behavior induced by an elastic instability. *Advanced Materials* (2010) 22: 361-366.
- [3] K.E. Evans, A. Alderson. Auxetic materials: functional materials and structures from lateral thinking. *Advanced Materials* (2000) 12: 617-628.
- [4] R. Lakes, T. Lee, A. Bersie, Y. Wang. Extreme damping in composite materials with negative-stiffness inclusions. *Nature* (2001) 410: 565-567.
- [5] Z.G. Nicolau, A.E. Motter. Mechanical metamaterials with negative compressibility transitions. *Nature Materials* (2012) 11: 608-613.
- [6] J. Paulose, BG-G. Chen, V. Vitelli. Topological modes bound to dislocations in mechanical metamaterials. *Nature Physics* (2015) 11: 153-156.
- [7] K. Miura. Method of packaging and deployment of large membranes in space. Institute of Space and Astronomical Sciences (1985) 618.
- [8] R.D. Resch. Self-supporting structural unit having a series of repetitious geometrical modules. United States patent US 3,407,558 1968.
- [9] K. Yang, S. Xu, J. Shen, S. Zhou, Y.M. Xie. Energy absorption of thin-walled tubes with pre-folded origami patterns: Numerical simulation and experimental verification. *Thin-Walled Structures* (2016) 103: 33-44.
- [10] D. Karagiozova, J. Zhang, G. Lu, Z. You. Dynamic in-plane compression of Miura-ori patterned metamaterials. *International Journal of Impact Engineering* (2019) 129: 80-100.
- [11] K. Kuribayashi, K. Tsuchiya, Z. You, D. Tomus, M. Umemoto, T. Ito, M. Sasaki. Self-deployable origami stent grafts as a biomedical application of Ni-rich TiNi shape memory alloy foil. *Materials Science and Engineering: A* (2006) 419: 131-137.
- [12] J. Ma, J. Song, Y. Chen. An origami-inspired structure with graded stiffness. *International Journal of Mechanical Sciences* (2018) 136: 134-142.
- [13] M. Fossati, M. Pagani, M. Giglio, A. Manes. Fatigue crack propagation in a helicopter component subjected to impact damage. *Defence Technology* (2020) In press.
- [14] B. Fegley. Thermal Properties of Pure Substances and Some Applications. In: *Practical Chemical Thermodynamics for Geoscientists*. Academic Press, Boston (2018) pp. 81.
- [15] Abaqus Analysis User's Manual, Abaqus documentation version 6.14-1. Dassault systems SIMULIA Corp. Providence, RI, USA, 2014.

ANÁLISIS DE LA INFLUENCIA DE TRAMPAS MICROESTRUCTURALES EN LA FATIGA ASISTIDA POR HIDRÓGENO

R. Fernández-Sousa^{1*}, C. Betegón¹, A. Zafra², E. Martínez-Pañeda³

¹Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, Universidad de Oviedo, Gijón, España

²Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Oviedo, Gijón, España

³Civil & Environmental Engineering Dept., Imperial College, London SW7 2AZ, UK

* Persona de contacto: rebecafdezsousa@gmail.com

RESUMEN

La fragilización por hidrógeno es un fenómeno que puede afectar a los aceros cuando se encuentran en un ambiente agresivo y bajo tensiones de tracción, ocasionando una disminución de sus propiedades, pudiendo comprometer su integridad estructural. Una posible forma de mitigar este proceso es considerar que parte del hidrógeno que entra en el material, queda atrapado en “trampas microestructurales” evitando que éste difunda.

Partiendo de ensayos experimentales realizados sobre una probeta CT precargada con hidrógeno del acero 42CrMo4 templado y revenido a 700°C, el objetivo principal de este trabajo es estudiar el efecto de las trampas en la difusión de hidrógeno durante el proceso de propagación de grietas a fatiga empleando un modelo de elementos finitos. Los cálculos se realizan bajo una relación de cargas de $R=0.1$ y a distintas frecuencias. Dependiendo de la frecuencia de carga, dicha propagación se iniciará para un distinto número de ciclos y a una determinada concentración máxima, existiendo una frecuencia umbral por encima de la cual el comportamiento es el mismo que en el aire. También se observa cómo al variar la densidad de las trampas, el régimen de frecuencias “seguras” cambia.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, Difusión de hidrógeno, Fatiga, Trampas microestructurales, Análisis por elementos finitos.

ABSTRACT

Hydrogen embrittlement is a phenomenon that affects steels subjected to tensile stresses when they are in contact with an aggressive environment. Hydrogen severely degrades the mechanical properties and compromises the structural integrity of steel components. One potential approach to mitigate this process is to take advantage from the fact that part of the hydrogen that enters the material is trapped at “microstructural traps” avoiding its diffusion.

Starting from experimental tests carried out on a CT specimen of tempered 42CrMo4 steel pre-charged with hydrogen, the aim of this work is to study the effect of the traps in the hydrogen diffusion during the crack propagation process under cyclic loads. Using a finite element model, calculations are conducted under a load ratio of $R=0.1$ and at different frequencies. Depending on the load frequency, cracking will occur at a different number of cycles, existing a threshold frequency above which the behavior is the same as that observed in tests carried out in air. We also quantify the sensitivity of the “safe” frequency regime to the trap density.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, Hydrogen diffusion, Fatigue, Microstructural traps, Finite element analysis.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales metálicos son ampliamente utilizados en las estructuras y en los componentes industriales, siendo su susceptibilidad al fenómeno de fragilización por hidrógeno un grave problema que puede causar una disminución de la ductilidad y la tenacidad, ocasionando fallos prematuros y catastróficos en las estructuras [1]. La mayoría de los trabajos experimentales realizados en los

últimos años han contemplado, fundamentalmente, la influencia del hidrógeno en el deterioro de las propiedades mecánicas medidas bajo condiciones estáticas de carga, mientras que la influencia del hidrógeno en el comportamiento a fatiga no ha recibido, hasta muy recientemente, la atención necesaria [2].

Una posible forma de mitigar el proceso de fragilización por hidrógeno reside en el hecho de considerar que parte

del hidrógeno difusible puede ser atrapado por trampas microestructurales tales como dislocaciones, bordes de grano, carburos, inclusiones e intercaras [3]. Estas trampas acumulan hidrógeno y reducen por consiguiente el transporte de hidrógeno hacia la zona de proceso de fractura. Se ha debatido mucho sobre el diseño de aceros resistentes al hidrógeno al incluir trampas beneficiosas. La idea principal es que, al agregar carburos, el hidrógeno que entra en el material primero irá a esos carburos (no involucrados en el proceso de fractura) y, como consecuencia, habrá menos hidrógeno disponible en otros lugares.

En el presente trabajo se estudia el efecto del hidrógeno en el proceso de propagación de grietas a fatiga, considerando diferentes frecuencias de carga, así como el posible beneficio de las trampas microestructurales considerando un modelo de “pocas trampas” y otro de “muchas trampas” en cual se aumenta la densidad de los carburos, todo ello empleando el software de elementos finitos Abaqus junto con una serie de subrutinas desarrolladas previamente.

2. MODELO DE TRANSPORTE DE HIDRÓGENO

Siguiendo el pionero trabajo de Sofronis y McMeeking [4] el hidrógeno atómico puede situarse en los sitios intersticiales de la red (NILS, Normal Interstitial Lattice Sites) o acumularse en trampas microestructurales como dislocaciones, bordes de grano o carburos.

Basándose en la teoría de equilibrio de Oriani [5] se considera que la concentración en la red y en las trampas siempre está en equilibrio. Se asume que la ocupación de cada una de las trampas $\theta_T^{(j)}$ está relacionada con la ocupación en la red θ_L según la expresión (1):

$$\frac{\theta_T^{(j)}}{1 - \theta_T^{(j)}} = \frac{\theta_L}{1 - \theta_L} \cdot K_T^{(j)} \quad (1)$$

siendo $K_T^{(j)}$ una constante de equilibrio definida según la expresión (2),

$$K_T^{(j)} = \exp\left(\frac{-W_B^{(j)}}{RT}\right) \quad (2)$$

donde $W_B^{(j)}$ es la energía de cada una de las trampas, R la constante de los gases y T la temperatura absoluta.

La concentración de hidrógeno en la red, medida en átomos de hidrógeno por unidad de volumen, se define según la expresión (3):

$$C_L = \theta_L \beta N_L \quad (3)$$

siendo β el número de NILS por átomo y N_L el número de átomos por unidad de volumen. Tanto β como N_L son

propiedades del material, mientras que θ_L depende del ambiente y la difusión de hidrógeno. El valor de N_L puede expresarse en función del volumen molar del átomo en la red V_M según la expresión (4):

$$N_L = \frac{N_A}{V_M} = \frac{N_A \rho_M}{M_M} \quad (4)$$

donde $N_A=6.022 \times 10^{23}$ atm/mol es el número de Avogadro, ρ_M la densidad del acero y M_M el peso atómico de los átomos que constituyen la red cristalina.

Por otro lado, la concentración de hidrógeno atrapado en las trampas se define según la expresión (5):

$$C_T^{(j)} = \theta_T^{(j)} \alpha^{(j)} N_T^{(j)} \quad (5)$$

siendo $\alpha^{(j)}$ el número de átomos por cada trampa y $N_T^{(j)}$ la correspondiente densidad de trampa.

2.1. Difusión acoplada mediante analogía con transferencia de calor

La ecuación que describe la difusión de hidrógeno y que está gobernada por la tensión hidrostática se caracteriza por una modificación de la ley de Fick y viene dada según la expresión (6), siendo D_e el coeficiente de difusión efectivo según la expresión (7):

$$\frac{D}{D_e} \frac{dC_L}{dt} = \mathcal{D} \nabla^2 C_L - \nabla \cdot \left(\frac{\mathcal{D} C_L}{RT} V_H \nabla \sigma_H \right) \quad (6)$$

$$D_e = \mathcal{D} \sum_j \left(\frac{C_L}{C_L + C_T^{(j)} (1 - \theta_T^{(j)})} \right) \quad (7)$$

donde V_H es el volumen parcial molar de hidrógeno y σ_H la tensión hidrostática.

Se emplea una subrutina UMATHT desarrollada según [6] en la que se ha implementado la ecuación de difusión haciendo uso de la posibilidad de acoplar temperatura y desplazamiento, disponible en el software de elementos finitos de ABAQUS, mediante analogía entre transferencia de calor y difusión de masa según [7].

3. METODOLOGÍA

3.1. Material

En este trabajo, se consideran las propiedades tanto mecánicas como referidas a las trampas microestructurales del acero 42CrMo4 templado y revenido a 700°C.

Las trampas están caracterizadas por dos parámetros: energía de enlace y densidad. Mediante ensayos de permeación, se determinó la presencia de tres energías de atrape en este acero las cuales fueron asignadas a

dislocaciones, carburos e intercaras martensíticas (ver Tabla 1). En cuanto a la densidad de cada una de las trampas (N_T), para determinar su valor se hizo uso de las expresiones propuestas en [8], para el caso de las dislocaciones y los carburos y en [9] para las intercaras martensíticas (ver Tabla 1).

Tabla 1. Energía y densidad de trampas.

Tipo de trampa	Energía [KJ/mol]	N_T [traps/mm ³]
Dislocaciones	35.2	4.9×10^{14}
Carburos	21.4	3.6×10^{14}
Intercaras	24.7	5×10^{16}

El resto de propiedades consideradas en los cálculos pueden verse en la Tabla 2.

Tabla 2. Valores empleados en los cálculos.

Definición	Símbolo	Valor
Módulo de Young	E	220000 MPa
Coefficiente de Poisson	ν	0.3
Límite elástico	σ_y	622 MPa
Coefficiente de endurecimiento	N	0.1
Coefficiente de difusión en la red	D_{red}	1.3×10^{-3} mm ² /s
Coefficiente de difusión aparente	D_{app}	4.2×10^{-4} mm ² /s
Densidad de sitios intersticiales en la red	N_L	5.1×10^{20} traps/mm ³
Number of trapping sites per dislocation	α	1
Number of NILS per host atom	β	1
Volumen parcial molar de H	V_H	2000 mm ³ /Kmol
Constante de los gases	R	8314.5 Nmm/Kmol
Temperatura	T	300K
Vector de Burgers	b	2.48×10^{-7} mm

3.2. FE análisis: geometría y condiciones de contorno

El estudio mediante elementos finitos se realiza empleando una formulación de contorno, donde la región de la grieta está contenida en una zona circular. Una carga en Modo I es aplicada prescribiendo el desplazamiento de los nodos del borde exterior mediante las ecuaciones (8) y (9),

$$u(r, \theta) = K_I \frac{1 + \nu}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) (3 - 4\nu - \cos\theta) \quad (8)$$

$$v(r, \theta) = K_I \frac{1 + \nu}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) (3 - 4\nu - \cos\theta) \quad (9)$$

donde u y v son los desplazamientos en las direcciones horizontal y vertical, r y θ las coordenadas polares de cada nodo, E y ν las propiedades elásticas del material y K_I el factor de intensidad de tensiones aplicado (para el caso de fatiga $K_I = xk$, siendo xk la amplitud de carga correspondiente).

El modelo fue implementado en el código comercial de elementos finitos Abaqus mediante una subrutina DISP. Para ello, se desarrolló una malla compuesta por elementos CPE8RT, un radio en la punta de $r_0 = 5 \times 10^{-4}$ mm y un radio exterior de $R = 150$ mm considerando grandes deformaciones.

3.3. Concentración de hidrógeno inicial

Con el fin de determinar la concentración inicial en la red sobre la probeta al comenzar los ensayos de fatiga, se tuvo en cuenta el procedimiento de carga de hidrógeno y las curvas de desorción obtenidas de forma experimental para el acero objeto de estudio según [10].

De forma numérica se determinó que la concentración en la red al comienzo del ensayo es de 1.06ppm, lo que equivale a 4.96×10^{15} atmH/mm³.

Se considera que no existe fuga de hidrógeno y que su distribución sobre la probeta es debida a la carga aplicada.

3.4. Análisis de propagación de grietas a fatiga

Teniendo en cuenta los resultados experimentales obtenidos acerca de la propagación de grietas de este acero, ver Figura 1 según [10], en los cálculos numéricos se empleó una relación de cargas de $R = 0.1$, una amplitud de carga igual a $\Delta K = 35$ MPa m^{1/2} y frecuencias de valor 1, 0.1 y 0.05 Hz.

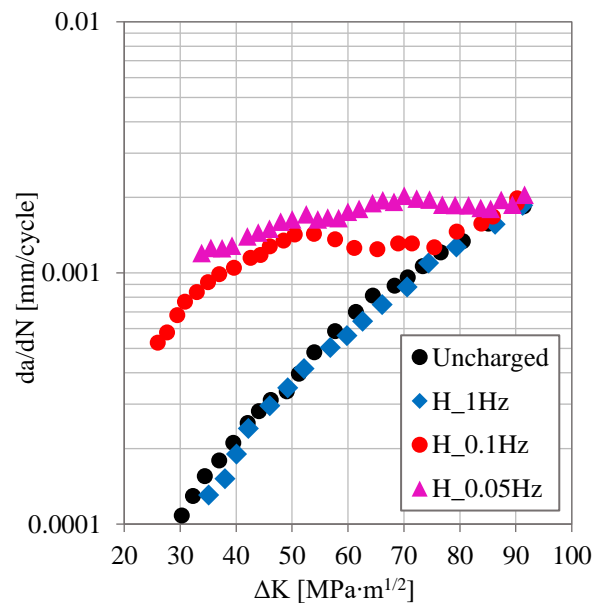


Figura 1. da/dN vs ΔK para el acero 42CrMo4 templado y revenido a 700°C, $R = 0.1$ y distintas frecuencias.

En dichos ensayos experimentales se observa que a la frecuencia de 1Hz el comportamiento es el mismo que el observado en los ensayos al aire, sin embargo, al disminuir la frecuencia de ensayo el comportamiento difiere del obtenido al aire debido al efecto que el hidrógeno tiene sobre la propagación de las fisuras.

De esta forma, podemos considerar de manera totalmente fenomenológica, la existencia de una concentración crítica en la red a partir de la cual el hidrógeno comienza a tener efecto sobre la propagación de las fisuras.

Al representar la concentración máxima en la red en función del número de ciclos se observa que, a partir de un cierto número de ciclos, C_{Lmax} permanece prácticamente constante, considerando por lo tanto que en este punto tiene lugar el primer “steady state”. Con el fin de determinar la C_L crítica, para cada una de las frecuencias estudiadas, se toma como referencia la C_{Lmax} cuando se alcanza ese primer “steady state”. La C_L crítica que buscamos se encontrará entre la C_{Lmax} determinada a 1Hz y la C_{Lmax} determinada a 0.1Hz.

Además de la influencia de la frecuencia, también se pretende estudiar el efecto de las trampas en la difusión de hidrógeno. Para ello se compara un modelo de “pocas trampas” y otro de “muchas trampas” en el cual se aumenta la densidad de los carburos 1000 veces en comparación con el valor mostrado en la Tabla 1. Considerar el aumento de la densidad de carburos como una posible forma de mejorar el comportamiento frente a la fragilización por hidrógeno es algo que ya han hecho otros autores, véase [11, 12].

Lo que se pretende con el modelo de muchas trampas es ver cómo, al aumentar la densidad de los carburos, la concentración crítica alcanzada con el modelo de pocas trampas se alcanza ahora a frecuencias más elevadas, existiendo una serie de frecuencias seguras a las cuales no se producirá la propagación de fisuras debida al efecto del hidrógeno.

Un segundo caso de estudio es considerar que los carburos son la trampa más fuerte (caso B). Con el fin de ver el efecto que esto tendría, en los cálculos numéricos se intercambia la energía entre dislocaciones y carburos según Tabla 1. Se realiza el mismo procedimiento que en el caso anterior (caso A) tanto con el modelo de pocas como de muchas trampas.

4. RESULTADOS

4.1. Variación de la concentración: efecto de la densidad de los carburos

Si comparamos el modelo de pocas y de muchas trampas para el caso A, y representamos la concentración máxima en los carburos (normalizada entre la concentración inicial $C_0=4.96 \times 10^{15} \text{ atmH/mm}^3$) en función del tiempo

para una frecuencia de 1Hz (véase Figura 2) se puede observar cómo, al aumentar 1000 veces la densidad de los carburos, la concentración en dicha trampa aumenta considerablemente.

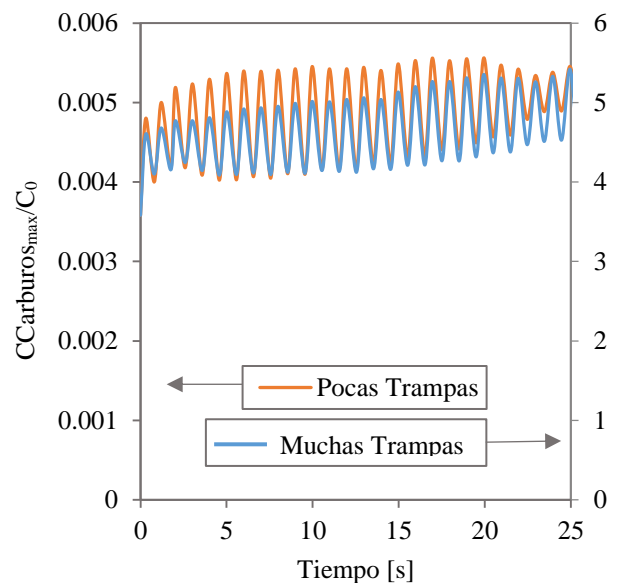


Figura 2. Variación de la concentración máxima en los carburos normalizada vs tiempo considerando ambos modelos para el caso A y $f=1\text{Hz}$.

Esto se traduce, por una parte, en un aumento de la concentración presente en las trampas (véase Figura 3) y por otra, en una disminución de la concentración en la red (véase Figura 4).

Precisamente esto es lo que se busca: aumentar la cantidad de hidrógeno acumulado en las trampas, reduciendo por consiguiente el hidrógeno disponible para su transporte hacia la zona de proceso de fractura.

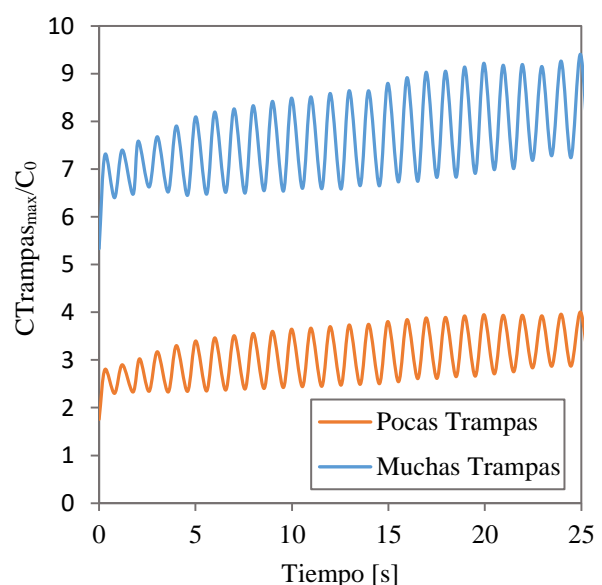


Figura 3. Variación de la concentración máxima en las trampas normalizada vs tiempo considerando ambos modelos para el caso A y $f=1\text{Hz}$.

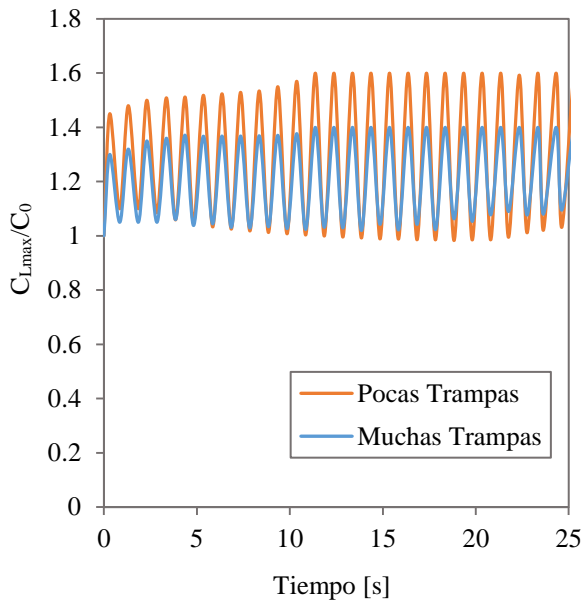


Figura 4. Variación de la concentración máxima en la red normalizada vs tiempo considerando ambos para el caso A y $f=1\text{Hz}$.

4.2. Caso A: Efecto de la frecuencia

Con el fin de determinar la concentración crítica en la red a partir de la cual el hidrógeno comienza a tener efecto sobre la propagación de grietas a fatiga, en la Figura 5, se representa el pico de la concentración máxima en la red normalizada en función del número de ciclos para cada una de las frecuencias de estudio considerando el modelo de pocas trampas.

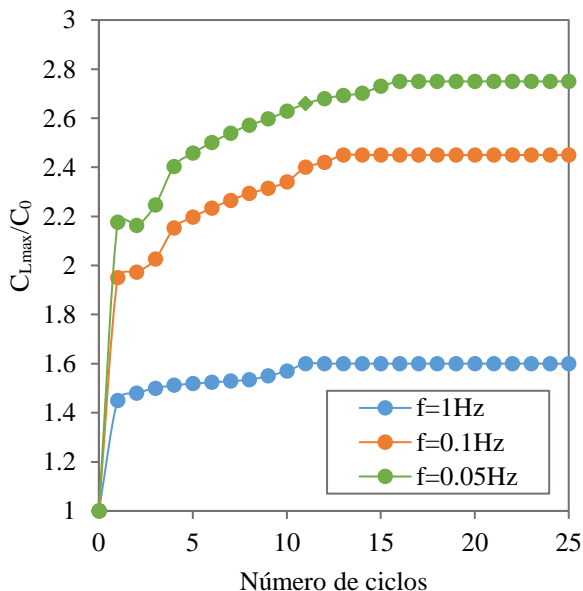


Figura 5. Concentración máxima en la red normalizada en función del número de ciclos y la frecuencia para el modelo de pocas trampas.

Se observa que, a menor frecuencia, mayor es la concentración en la red debido a que en estos casos se tarda más tiempo en dar un ciclo completo y por lo tanto

el hidrógeno tiene más tiempo para difundir hacia la zona de proceso [1].

Considerando el ciclo en el cual se alcanza el primer steady state, en la Tabla 3 se muestra la concentración máxima en la red existente en ese instante, la cual servirá de referencia para determinar la concentración crítica.

Tabla 3. C_{Lmax} y N correspondientes al primer steady state a diferentes frecuencias.

f [Hz]	N	C_{Lmax}/C_0	C_{Lmax} [atmH/mm ³]
1	12	1.6	7.94×10^{15}
0.1	14	2.45	1.22×10^{16}
0.05	17	2.75	1.36×10^{16}

Teniendo en cuenta que a la frecuencia de 1Hz el comportamiento es el mismo que el observado en los ensayos al aire y que para $f=0.1\text{Hz}$ existe un efecto notable del hidrógeno, la concentración crítica deberá estar entre 7.94×10^{15} y 1.22×10^{16} atmH/mm³. Cogiendo un promedio entre ambas concentraciones, podría considerarse que la concentración crítica a partir de la cual el hidrógeno comienza a tener efecto sobre la propagación de fisuras tiene un valor de 1×10^{16} atmH/mm³.

4.3. Caso A: Efecto de la densidad de los carburos

Si para este mismo caso aumentamos 1000 veces la densidad de los carburos, en la Tabla 4 se muestra una comparación entre la concentración máxima en la red correspondiente al primer steady state obtenida con el modelo de muchas trampas y de pocas trampas.

Tabla 4. Comparación de la C_{Lmax} correspondiente al primer steady state en función de la frecuencia obtenida con ambos modelos de estudio.

f [Hz]	C_{Lmax} [atmH/mm ³]	
	Pocas Trampas	Muchas Trampas
1	7.94×10^{15}	6.94×10^{15}
0.1	1.22×10^{16}	9.90×10^{15}
0.05	1.36×10^{16}	1.19×10^{16}

Considerando que la concentración crítica con el modelo de pocas trampas es de 1×10^{16} atmH/mm³, se observa cómo, al aumentar la densidad de los carburos, se logra cambiar un orden de magnitud el rango de frecuencias seguras ya que, mientras que con el modelo de pocas trampas a la frecuencia de 0.1Hz el hidrógeno tiene efecto sobre la propagación de las fisuras, cuando aumentamos la cantidad de carburos, a esta misma frecuencia aún no existiría tal efecto.

4.4. Caso B: Efecto de la energía de los carburos

Siguiendo el mismo procedimiento que en el caso A, pero ahora considerando que los carburos son la trampa más fuerte, en la Tabla 5 se muestra la concentración máxima en la red correspondiente al primer steady state tanto en el modelo de pocas trampas como en el de muchas.

Tabla 5. C_{Lmax} cuando se alcanza el primer steady state para ambos modelos de estudio y distintas frecuencias.

f [Hz]	C_{Lmax} [atmH/mm ³]	
	Pocas Trampas	Muchas Trampas
1	7.94×10^{15}	6.45×10^{15}
0.1	1.22×10^{16}	9.42×10^{15}
0.05	1.36×10^{16}	1.14×10^{16}

Se observa que, para el modelo de pocas trampas, las concentraciones obtenidas no difieren de las obtenidas en el primer caso (ver Tabla 3) por lo que, siguiendo el mismo criterio la concentración crítica será igual a 1×10^{16} atmH/mm³. Al aumentar la densidad de los carburos, y al igual que en el caso anterior, se logra cambiar al menos en un orden de magnitud el rango de frecuencias seguras.

Si comparamos el caso A y el B, aunque los resultados son muy similares, con el caso B el rango de frecuencias seguras sería levemente superior ya que en este último caso las concentraciones obtenidas con el modelo de muchas trampas son ligeramente inferiores y, por lo tanto, pueden existir frecuencias entre 0.1 y 0.05Hz a las cuales, con el caso A se alcance la concentración crítica y con el B no.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha analizado, de forma numérica, el efecto de la frecuencia y de las trampas microestructurales en la propagación de grietas a fatiga empleando un modelo de pocas trampas y otro de muchas trampas en el cual se ha aumentado la densidad de los carburos. En vista de los resultados obtenidos puede concluirse que:

1. A medida que disminuye la frecuencia de ensayo, las concentraciones máximas obtenidas son mayores, pudiendo definirse una concentración crítica a partir de la cual el hidrógeno tiene efecto sobre la propagación de grietas.
2. Aumentar la densidad de los carburos tiene un efecto beneficioso ya que se logra aumentar el rango de frecuencias seguras en las que el hidrógeno no tiene efecto sobre la propagación de grietas.
3. Para este caso en concreto, al considerar los carburos como la trampa de mayor energía apenas se observan diferencias con el caso original, aunque el rango de frecuencias seguras sería levemente superior.

Dado que los resultados se han obtenido considerando plasticidad convencional, como trabajo futuro quedaría pendiente evaluar la influencia de los gradientes de deformación plástica.

AGRADECIMIENTOS

R. Fernández, C. Betegón y E. Martínez desean agradecer la financiación recibida por parte del IUTA. R. Fernández y A. Zafra agradecen la financiación del Ministerio de Energía y Competitividad en el marco del proyecto RTI2018-096070-B-C31, así como la de sus contratos por parte del Principado de Asturias dentro del proyecto FC-GRUPIN18-134 y del programa “Severo Ochoa” dentro del proyecto PA-18-PF-BP17-038, respectivamente.

REFERENCIAS

- [1] Gangloff R.P., et al. Edit., Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy technologies, Woodhead Publishing, 2012.
- [2] Murakami Y. et al. Effect of hydrogen on fatigue crack growth of metals, Eng. Fract. Mech. (2010) 77:1926-1940.
- [3] Hirth JP. Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. Metallurgical Transactions A(1980)11:861-90.
- [4] Sofronis P, McMeeking RM. Numerical analysis of hydrogen transport near a blunting crack tip. J. Mech. Phys. Solids (1989) 37:317-50.
- [5] Oriani RA. The diffusion and trapping of hydrogen in steel. Acta Metall. (1970) 18:147-57.
- [6] Del Busto S. et al. A cohesive zone framework for environmentally assisted fatigue, Eng. Fract. Mech. (2017) 185:210-226.
- [7] Barrera O. et al., Modeling the coupling between hydrogen diffusion and the mechanical behavior of metals. Comput. Mater. Sci. (2016), 122:219-228.
- [8] Nagao A. et al. Hydrogen-Enhanced-Plasticity mediated decohesion for hydrogen-induced intergranular and “quasi-cleavage” fracture of lath martensitic steels, J. Mech. Phys. Solids (2018) 112: 403-430.
- [9] Galindo-Nava et al. Hydrogen transport in metals: integration of permeation, thermal desorption and degassing. J. Mater. Sci. Technol. (2017) 33:1433-1447.
- [10] Peral, L.B. et al. Effect of hydrogen on the fatigue crack growth rate of quenched and tempered CrMo and CrMoV steels. Int. J. Fatigue (2018), 120:201-214.
- [11] Dadfarnia, M. et al. Hydrogen interaction with multiple traps: can it be used to mitigate embrittlement? Int. J. Hydrog. Energy (2011) 36:10141-10148.
- [12] Bhadeshia, H. K. D. H., Prevention of Hydrogen Embrittlement in Steels. ISIJ International (2016) 56:24-36.

NUMERICAL STUDY ON THE PLASTIC STRAIN GENERATED DURING THE SLM PROCESS

D.M. Neto^{1*}, C.M. Andrade¹, M.C. Oliveira¹, J.L. Alves², L.F. Menezes¹

¹ University of Coimbra, CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering,
Rua Luís Reis Santos, Pinhal de Marrocos, 3030-788 Coimbra, Portugal
² CMEMS, Microelectromechanical Systems Research Unit, University of Minho,
Campus de Azurém, 4800-058 Guimarães, Portugal

* Contact person: diogo.neto@dem.uc.pt

RESUMEN

Las piezas producidas por fusión selectiva por láser (SLM) sufren una distorsión permanente no deseada, asociada con los altos niveles de estrés residual. La simulación numérica puede ser extremadamente valiosa, ya que es imposible evaluar experimentalmente el estado de tensión total. Para reducir el costo computacional es común adoptar estrategias multiescala, como el método de deformación inherente, donde el campo de deformación plástica se mapea capa por capa para la simulación de la pieza completa. Este estudio presenta la simulación termomecánica de un proceso de deposición de una sola capa, que permite evaluar tanto el estado de la tensión residual como el campo de deformación plástica generado por los ciclos térmicos. El modelo de elementos finitos propuesto considera el acoplamiento del problema de conducción de calor transitorio con el análisis mecánico elástico/perfectamente plástico. Como el proceso SLM comprende los fenómenos de fusión, solidificación y enfriamiento, el modelo considera los cambios de fase polvo-líquido-sólido, que se establecen cambiando las propiedades del material. Además, se asume que las propiedades térmicas y mecánicas del material dependen de la temperatura. Los resultados muestran que el proceso de deposición induce tensiones plásticas no despreciables en la interfaz entre las capas.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva; Fusión selectiva por láser; Modelación termomecánica; Campo de deformación plástica

ABSTRACT

Parts produced by selective laser melting (SLM) experience unwanted permanent distortion which has been associated with high levels of residual stress. The numerical simulation can be extremely valuable, since the full stress state is impossible to evaluate experimentally. In order to reduce the computational cost, some multi-scale strategies have been adopted, namely the inherent strain method, where the plastic strain field is mapped layer-by-layer to the simulation of the full part. This study presents the thermomechanical simulation of a single-track deposition process, allowing to evaluate both the residual stress state and the plastic strain field generated by the thermal cycles. The proposed finite element model considers the coupling of the transient heat conduction problem with the mechanical elastic/perfectly-plastic analysis. Since the SLM process comprises the melting, solidification and cooling phenomena, the model considers the powder-liquid-solid phase changes, which is established by changing the material properties. Besides, both the thermal and mechanical material properties are assumed as temperature dependent. The results show that the deposition process induces non-negligible plastic strains at the interface between the layers.

KEYWORDS: Additive manufacturing; Selective laser melting; Thermo-mechanical modelling; Plastic strain field

INTRODUCTION

Metal powder based additive manufacturing (AM) technologies have been growing in importance in the last years due to their unique features that are revolutionizing multiple industrial fields. The Selective Laser Melting (SLM) process is one of the most relevant in the manufacture of metallic parts using AM. This technology has grown exponentially in the automotive and aeronautic industries due to the great potential to create highly complex and customized parts, with geometric designs that are impossible to produce with traditional (subtractive) processes [1]. In this process, a laser beam

is used to melt predefined regions of a layer of powder, according to the information provided by a CAD model. Then, another layer of powder is added and the laser scans again. This is successively repeated until the complete part is built (layer-by-layer fabrication). The moving heat source leads to heating, melting and solidification of the metallic alloy, creating repeated heating and cooling cycles on the work piece [2]. The large temperature gradients generated during this process and the non-uniform thermal expansions and contractions in the heat affected zone result in the formation of inhomogeneous plastic deformation [3]. This is responsible for high residual stresses in the finished part, whose magnitude

can exceed the yield strength of the alloy [4]. Consequently, the dimensional accuracy (particularly in thin-walled features) and mechanical performance of the parts can be compromised [5]. In fact, one of the current main challenges of AM processes is the incapability to predict the end-use mechanical properties of the built parts, determined by the final microstructure and porosity [6].

Due to the complexity of the physical phenomena associated to the SLM process and the influence of numerous process parameters in the quality of the final built parts, an experimental trial-and-error approach to optimize the process is prohibitively expensive. Therefore, numerical simulation assumes a critical role for understanding the characteristics of the SLM process, as well as better predicting the final part properties and creating guidelines for the optimization of the manufacturing process. Nevertheless, the multi-physics and multi-scale nature of this AM process represents a big challenge for numerical simulation tools. There are three scales for SLM numerical modelling: micro-scale, meso-scale and macro-scale. The micro-scale models focus in the melt pool dynamics, comprising the interaction between the laser beam and the powder particles, heat transfer, phase change, capillary and Marangoni forces, evaporation pressure and wetting [7]. The computational cost of this type of analysis tends to be very high, particularly when more effects are included. The meso-scale models are dedicated to the modelling of sub-regions of the process, comprising the interactions between the laser beam and the powder bed, which is considered as a continuum with a certain percentage of porosity. This approach usually considers a given number of laser scans over a series of layers (small volume element representative of the whole part) and can predict the residual stress distribution within that region. Finally, the macro-scale is used to obtain temperature fields and distributions of distortions and residual stresses at the part scale. For this approach a number of simplifications have to be made to reduce the complexity of the physical phenomena that occur at the smaller scales [3]. Recently, several computational tools that combine the macro-scale [8] with meso-scale [9] and multi-scale modelling [10] have been developed. These are based on the knowledge that the interaction between thermal and mechanical responses requires the development of robust thermo-mechanical coupling models. In fact, the accurate prediction of the plastic strain field, residual stresses and part distortions requires an accurate temperature field estimation, for each step the whole process.

Since an effective analysis of the SLM process requires the adoption of macro-scale models, the finite element method is typically used to predict the transient temperature distribution in the parts obtained by SLM. Then, using the obtained temperature field, the thermal stress field and the residual stresses can be estimated by

a thermo-mechanical coupling model [11]. However, this process involves large temperature changes, which leads to strong variations of the thermo-mechanical properties and, consequently, generates a nonlinear problem, which leads to the increase of the computation cost. Therefore, although the SLM process is inherently multi-layer, most of the studies are focused on single layer deposition [12]. This simplification neglects the inter-layer thermal interactions, affecting the precision of the predicted plastic strain field, but allows a drastic reduction of the computational effort. The main goal of this study is to assess the plastic strain field generated in a single-track deposition. Accordingly, the thermo-mechanical analysis of a small volume representative of the whole part is carried out to find the evolution of the temperature induced stress and strain state. The stainless steel 316L is adopted in the present study, considering temperature dependent material properties.

THERMO-MECHANICAL MODEL

In the present study, the numerical analysis of the SLM process is carried out using a 3D thermo-mechanical modelling approach, based on the staggered coupling proposed in [13]. This approach evaluates the transient thermal problem and the thermo-elasto-plastic behaviour of the component, solved sequentially in each time increment.

2.1. Heat transfer modelling

The differential equation governing the transient heat conduction within a continuous medium with arbitrary volume can be derived from the first law of thermodynamics and is expressed as follows:

$$k \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + \dot{q} = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t}, \quad (1)$$

where k is the thermal conductivity coefficient, ρ denotes the mass density, c_p is the specific heat and \dot{q} is the power generated per volume in the workpiece. The solution of the heat equation provides the evolution of the temperature T with respect to time t , for each material point.

Due to the porosity in the powder bed, the incident laser radiation is reflected between the particles, increasing the absorption depth in comparison to the one observed for the bulk solid [14]. Thus, the laser heat input is modelled by the volumetric Gaussian heat source proposed by Goldak [15]. The power density distribution for a hemispherical shape heat source model can be expressed as:

$$\dot{q} = \frac{2^{5/2} \beta P}{\pi^{3/2} r_0^3} \exp \left\{ -2 \frac{x^2 + y^2 + z^2}{r_0^2} \right\}, \quad (2)$$

where P is the power of the laser source, β is the absorptivity of the laser beam and r_0 denotes the radius of the laser beam.

2.2. Mechanical modelling

The *quasi*-static mechanical analysis of the workpiece is carried out taking into account the predicted temperature field, which affects the mechanical response. The balance of linear momentum in any point of the body (part to be manufactured) is given by:

$$\text{div}(\boldsymbol{\sigma}) + \mathbf{b} = \mathbf{0}, \quad (3)$$

where $\boldsymbol{\sigma}$ is the stress tensor and \mathbf{b} are the body forces, which are neglected in the present model. Regarding the boundary conditions, prescribed displacements are imposed on the Dirichlet boundary. In this study, the substrate bottom is assumed as being fixed, both during the SLM processing as well as during the cooling stage.

The total strain increment is the superposition of the following terms:

$$\Delta \boldsymbol{\varepsilon}^{\text{total}} = \Delta \boldsymbol{\varepsilon}^e + \Delta \boldsymbol{\varepsilon}^p + \Delta \boldsymbol{\varepsilon}^{\text{th}}, \quad (4)$$

where $\Delta \boldsymbol{\varepsilon}^e$ is the elastic strain increment, $\Delta \boldsymbol{\varepsilon}^p$ is the plastic strain increment and $\Delta \boldsymbol{\varepsilon}^{\text{th}}$ is the thermal strain increment. The effects of strains induced by solid-state phase transformation and creep are neglected in the present model. The Hooke's elastic constitutive law defines the linear relationship between the stress tensor and the elastic strain tensor as follows:

$$\boldsymbol{\sigma}^e = \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon}^e, \quad (5)$$

where \mathbf{C} is the fourth-order material stiffness tensor. Assuming an isotropic linear elastic material, the stiffness matrix \mathbf{C} can be calculated from the Young's modulus (E) and the Poisson's ratio (ν), which can be both temperature dependent. Considering an associated flow rule in the plasticity model, the plastic strain increment is given by:

$$\Delta \boldsymbol{\varepsilon}^p = \Delta \lambda \frac{\partial f}{\partial \boldsymbol{\sigma}}, \quad (6)$$

where $\Delta \lambda$ is the increment of the plastic multiplier, which is calculated through the consistency condition. The plastic behaviour is also assumed as isotropic, described by the von Mises yield criterion. Hence the yield function f is defined as follows:

$$f = \sigma_{\text{vM}} - \sigma_y \leq 0, \quad (7)$$

where σ_{vM} represents the von Mises equivalent stress and σ_y is the yield stress. The perfectly-plastic model is

adopted, i.e. the hardening behaviour of the material is neglected. Hence, the temperature dependent values of σ_y follow the initial yield stress σ_0 . The total thermal strain is calculated as:

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{\text{th}} = (\alpha_T(T - T_{\text{ref}}) - \alpha_{\text{ini}}(T_{\text{ini}} - T_{\text{ref}})) \mathbf{I}, \quad (8)$$

where α_T and α_{ini} are the volumetric thermal expansion coefficients evaluated at the current temperature T and at the initial temperature T_{ini} , respectively. T_{ref} is the reference temperature used to define the thermal expansion coefficients and \mathbf{I} denotes the second-order identity tensor.

FINITE ELEMENT MODEL

The numerical simulations were carried out with the in-house finite element code DD3IMP, originally developed to simulate sheet metal forming processes [16]. The solution of the transient heat conduction problem is obtained using the Euler's backward method [17], while the evolution of the deformation is described by an updated Lagrangian scheme. Both the thermal and the mechanical problems use the same finite element mesh (linear hexahedral elements). However, full integration is adopted in the thermal problem, while the mechanical problem uses the selective reduced integration technique [18] to avoid volumetric locking.

3.1. SLM process conditions

In order to reduce the computational cost associated with the numerical simulation, the domain considered for the SLM process was significantly decreased. Thus, only a single-track deposition was studied, which was assumed to be scanned over consolidate layers. Moreover, the finite element model considers 2D conditions, simulating only the vertical plane containing the laser path. The geometry of the initial domain is presented in Figure 1, including dimensions. All domain is composed by the same material: stainless steel 316L. The domain of the powder bed above the solidified layers (40 μm of thickness) presents a uniform finite element mesh with 10 μm of edge size.

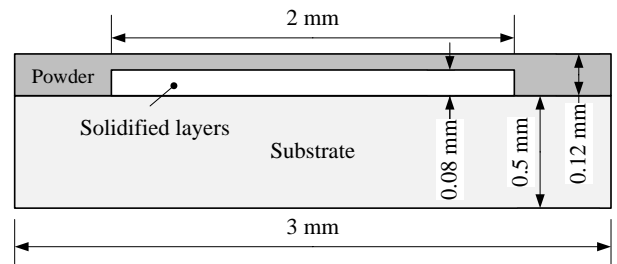


Figure 1. Geometry of the initial solution domain used in the thermo-mechanical analysis of the SLM process.

Since the substrate is considered to be preheated at 200°C, the initial temperature of the system (substrate, solidified layers and powder bed) is assigned with this value. The proposed model considers the heat loss by convection/radiation between the upper surface of the powder and the environment. The heat convection coefficient was set to 100 W/m²K according to [20], which takes into account also heat loss due to radiation, while the environment temperature is assumed constant during the SLM process (set to 200°C). Regarding the process parameters considered in the numerical simulations, specifically the ones involved in Eq. (3) to describe the laser beam, the power is assumed equal to 50 W, the spot radius is 50 μm and the absorptivity of the powder material is 0.3 [12]. Since the adopted scanning speed is 600 mm/s, the processing time is 3.17 ms.

3.2. Thermo-mechanical material properties

Since the SLM process comprises the material phase transformation from powder to liquid, which then cools down to solidification, three material phases were considered in the simulation: powder, solid and liquid. Each material phase requires a set of temperature dependent material properties, which are listed in Table 1. The thermo-physical properties were obtained from [21], while the mechanical properties were extracted from [12]. The melting point of the stainless steel 316L is 1450°C, according to [21], which is indicated in Table 1 by the dashed line, separating the properties of the solid material (bulk) from the liquid phase. Both the thermal expansion coefficient and the Poisson's ratio are assumed temperature independent, adopting the values of $20 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ and 0.3, respectively.

Table 1. Temperature dependent material properties for solid and liquid stainless steel 316L.

T [°C]	ρ [kg/m ³]	c_p [J/kg·K]	k [W/m·K]	E [GPa]	σ_0 [MPa]
25	7950	470	13.4	198.5	282
600	7681	590	24.5	157	153
700	7628	600	25.1	141	108
800	7575	630	27.2	106	50
1300	7311	710	31.1	10	5
1450	7236	730	29.8	0.05	2.5
1500	6842	830	100	0.05	
1600	6765	830	100	0.05	

The thermal conductivity coefficient of the liquid phase was artificially increased (see Table 1) to account for the strong convective heat transfer within the melt pool. Besides, the mechanical strength of the liquid is considered very weak and the thermal expansion is ignored. Considering a value of 0.6 for the packing factor of the powder bed, the mass density of the powder phase is 60% of the solid. On the other hand, the specific heat of the powder phase is 50% of the solid accordingly to [22], while the thermal conductivity coefficient is 1% of

the solid. The mechanical strength of the powder material is assumed weak, but the thermal expansion coefficient is assumed identical to the one adopted for the solid material.

RESULTS AND DISCUSSION

The thermal history of each finite element is used to define the material phase status, using the melting temperature as bound. Accordingly, the assigned material phase (powder, solid and liquid) is presented in Figure 2 (a) for the instant corresponding to the end of the laser scanning phase. The predicted temperature field is presented in Figure 2 (b) for the same instant, highlighting the strong temperature gradient near the laser beam. The predicted distribution for the von Mises equivalent stress in the built component is presented in Figure 2 (c), which is largest in the region of the substrate. The predicted plastic strain is presented in Figure 2 (d) for the same instant, highlighting that the large value of plastic strain occurs in the interface between the solidified layers and the deposited one.

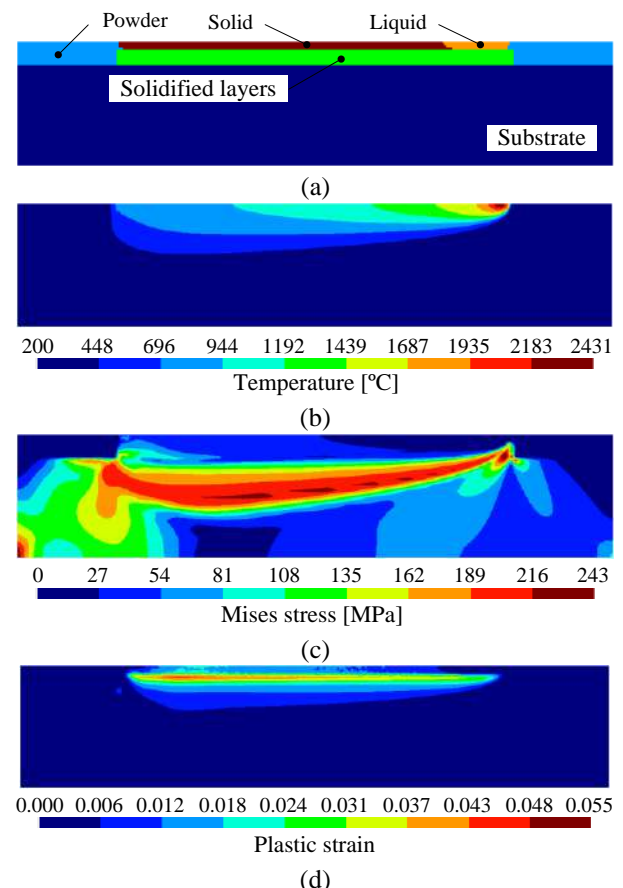


Figure 2. Predicted results after laser scanning: (a) assigned material phase; (b) temperature distribution; (c) von Mises stress distribution; (d) plastic strain distribution.

Since the temperature after the laser scanning is significantly higher than the environment temperature (200°C), both the stress and the strain are influenced by

the cooling time. As shown in Figure 3 (a), after 0.5 s of cooling, the liquid phase vanishes, due to the heat losses with the environment. Accordingly, the predicted temperature field presented in Figure 3 (b) shows an approximately uniform distribution over the entire domain. The predicted distribution for the von Mises equivalent stress in the component is presented in Figure 3 (c). Since the temperature decreased significantly in the region of the deposited layer (in comparison with the instant after laser scanning), the equivalent stress increased in this region. Nevertheless, it is more uniform after cooling since the temperature gradient vanished. The predicted plastic strain is presented in Figure 3 (d) for the same instant. The results highlight that the value of plastic strain increases during the cooling down. Indeed, the maximum predicted plastic strain in the current deposited layer is about 3%, which increases to around 5% at the interface between the current layer and the preceding deposited layers.

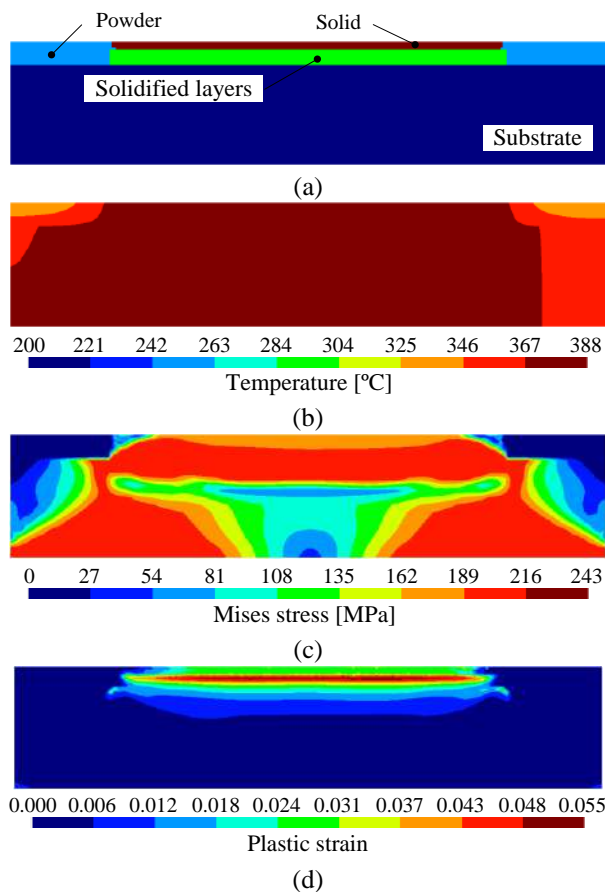


Figure 3. Predicted results after 0.5 s of cooling time: (a) assigned material phase; (b) temperature distribution; (c) von Mises stress distribution; (d) plastic strain distribution.

CONCLUSIONS

This study presents the thermo-mechanical analysis of a single-track deposition during an SLM process. The proposed 2D model comprises the transient thermal behaviour and the elastic/perfectly-plastic mechanical

behaviour. In order to accurately predict the coupling between the transient temperature history and the mechanical response, both the thermal and mechanical material properties are assumed as temperature dependent. The dimension of the melt pool is estimated based on the predicted temperature distribution, which is mainly dictated by the heat conduction mechanism. The stainless steel 316L is adopted in this study to assess the influence of the process conditions on plastic strain. The residual stresses in the finished part are consequence of the material thermal expansion, together with the severe temperature gradients. After cooling down, the plastic strain in the current deposited layer is about 3%, which increases to around 5% at the interface between the current layer and the preceding deposited layers. These results confirm that the level of plastic strain induced by a single-track deposition cannot be neglected when estimating the residual stress in a SLM part.

ACKNOWLEDGMENTS

This research work was sponsored by national funds from the Portuguese Foundation for Science and Technology (FCT) under the project with reference PTDC/EME-EME/31657/2017 and by European Regional Development Fund (ERDF) through the Portugal 2020 program and the Centro 2020 Regional Operational Programme (CENTRO-01-0145-FEDER-031657) under the project MATIS (CENTRO-01-0145-FEDER-000014) and UID/EMS/00285/2020.

REFERENCES

- [1] C. Tan, K. Zhou, W. Ma, B. Attard, P. Zhang, T. Kuang, Selective laser melting of high-performance pure tungsten: parameter design, densification behavior and mechanical properties, *Sci. Technol. Adv. Mater.*, 19 (2018) 370–380.
- [2] W.J. Sames, F.A. List, S. Pannala, R.R. Dehoff, S.S. Babu, The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing, *Int. Mater. Rev.*, 61 (2016) 315–360.
- [3] L.A. Parry, Investigation of Residual Stress in Selective Laser Melting, PhD Thesis, University of Nottingham, 2017.
- [4] T. Mukherjee, W. Zhang, T. DebRoy, An improved prediction of residual stresses and distortion in additive manufacturing, *Comput. Mater. Sci.*, 126 (2017) 360–372.
- [5] S. Das, Physical Aspects of Process Control in Selective Laser Sintering of Metals, *Adv. Eng. Mater.*, 5 (2003) 701–711.
- [6] Y. Zhang, G. Guillemot, M. Bernacki, M. Bellet, Macroscopic thermal finite element modeling of additive metal manufacturing by selective laser melting process, *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.*, 331 (2018) 514–535.

- [7] M. Markl, C. Körner, Multiscale Modeling of Powder Bed-Based Additive Manufacturing, *Annu. Rev. Mater. Res.*, 46 (2016) 93–123.
- [8] D. Riedlbauer, T. Scharowsky, R.F. Singer, P. Steinmann, C. Körner, J. Mergheim, Macroscopic simulation and experimental measurement of melt pool characteristics in selective electron beam melting of Ti-6Al-4V, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 88 (2017) 1309–1317.
- [9] C. Panwisawas, C. Qiu, M.J. Anderson, Y. Sovani, R.P. Turner, M.M. Attallah, J.W. Brooks, H.C. Basoalto, Mesoscale modelling of selective laser melting: Thermal fluid dynamics and microstructural evolution, *Comput. Mater. Sci.*, 126 (2017) 479–490.
- [10] C. Li, C.H. Fu, Y.B. Guo, F.Z. Fang, A multiscale modeling approach for fast prediction of part distortion in selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.*, 229 (2016) 703–712.
- [11] L. Parry, I.A. Ashcroft, R.D. Wildman, Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation, *Addit. Manuf.*, 12 (2016) 1–15.
- [12] A. Hussein, L. Hao, C. Yan, R. Everson, Finite element simulation of the temperature and stress fields in single layers built without-support in selective laser melting, *Mater. Des.*, 52 (2013) 638–647.
- [13] J.M.P. Martins, D.M. Neto, J.L. Alves, M.C. Oliveira, H. Laurent, A. Andrade-Campos, L.F. Menezes, A new staggered algorithm for thermomechanical coupled problems, *Int. J. Solids Struct.*, 122–123 (2017) 42–58.
- [14] J.F. Li, L. Li, F.H. Stott, Comparison of volumetric and surface heating sources in the modeling of laser melting of ceramic materials, *Int. J. Heat Mass Transf.*, 47 (2004) 1159–1174.
- [15] J. Goldak, A. Chakravarti, M. Bibby, A new finite element model for welding heat sources, *Metall. Trans. B*, 15 (1984) 299–305.
- [16] L.F. Menezes, C. Teodosiu, Three-dimensional numerical simulation of the deep-drawing process using solid finite elements, *J. Mater. Process. Technol.*, 97 (2000) 100–106.
- [17] J.M.P. Martins, J.L. Alves, D.M. Neto, M.C. Oliveira, L.F. Menezes, Numerical analysis of different heating systems for warm sheet metal forming, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 83 (2016) 897–909.
- [18] T.J.R. Hughes, Generalization of selective integration procedures to anisotropic and nonlinear media, *Int. J. Numer. Methods Eng.*, 15 (1980) 1413–1418.
- [19] Y.P. Yang, M. Jamshidinia, P. Boulware, S.M. Kelly, Prediction of microstructure, residual stress, and deformation in laser powder bed fusion process, *Comput. Mech.*, 61 (2018) 599–615.
- [20] H.-S. Tran, J.T. Tchuindjang, H. Paydas, A. Mertens, R.T. Jardin, L. Duchêne, R. Carrus, J. Lecomte-Beckers, A.M. Habraken, 3D thermal finite element analysis of laser cladding processed Ti-6Al-4V part with microstructural correlations, *Mater. Des.*, 128 (2017) 130–142.
- [21] K.C. Mills, Recommended values of thermophysical properties for selected commercial alloys, Woodhead Publishing Limited, 2002.
- [22] N.E. Hodge, R.M. Ferencz, J.M. Solberg, Implementation of a thermomechanical model for the simulation of selective laser melting, *Comput. Mech.*, 54 (2014) 33–51.

IDENTIFICACIÓN DE UNA NUEVA UNIDAD MICROESTRUCTURAL NO CONVENCIONAL EN ACEROS PERLÍTICOS FUERTEMENTE TREFILADOS: *LA PSEUDOCOLONIA PERLÍTICA*

Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

Este artículo proporciona una definición e identificación de una nueva (*no convencional*) unidad microestructural en acero perlítico trefilado: la *pseudocolonia perlítica*, una colonia especial en la cual las láminas no se orientan según el eje del alambre o dirección de trefilado (contrariamente a lo que sucede con las colonias convencionales), produciendo así un espaciado interlamellar local claramente anómalo (muy alto), lo que convierte a las pseudocolonias en las unidades más débiles o lugares potenciales de iniciación de fractura, promoviendo así la deflexión de fisura asociada con el comportamiento anisótropo en fractura y la propagación en modo mixto.

PALABRAS CLAVE: acero perlítico trefilado, pseudocolonia perlítica, espaciado interlamellar local, deflexión de fisura, fractura anisótropa, fisuración en modo mixto.

ABSTRACT

This paper provides a definition and identification of a new (*non-conventional*) microstructural unit in cold drawn pearlitic steel: the *pearlitic pseudocolony*, a special colony in which the lamellae are not oriented along the wire axis or cold drawing direction (contrarily to what happens in the normal conventional colonies), thereby producing a clearly anomalous (very high) local interlamellar spacing, making the pseudocolonies weakest units or potential fracture initiation loci and promoting crack deflection associated with anisotropic fracture behaviour and mixed-mode propagation.

KEYWORDS: cold drawn pearlitic steel, pearlitic pseudocolony, local interlamellar spacing, crack deflection, anisotropic fracture, mixed mode cracking.

1. INTRODUCCIÓN

La técnica del hormigón pretensado en ingeniería civil requiere usar aceros perlíticos fuertemente trefilados en forma de alambres de pretensado [1] que han sufrido un proceso de deformación plástica severa para aumentar el límite elástico y la tensión de rotura (endurecimiento por deformación). Además, el trefilado induce cambios microestructurales en forma de clara orientación de la microestructura perlítica.

Los aceros perlíticos trefilados pueden considerarse materiales de alto rendimiento [2] porque: (i) tienen una resistencia a tracción muy alta [1-3] sólo limitada por la fractura por clivaje (*resistencia limitada por clivaje*) [3], (ii) se comportan como *micro-compuestos* [2] desde el punto de vista mecánico, de forma que su estructura laminar orientada influye claramente en su comportamiento

en fractura, y puede establecerse un vínculo o relación entre los niveles micro y macro; (iii) reaccionan de una forma no convencional debido a la inherente anisotropía microestructural inducida por al proceso de fabricación en forma de trefilado multi-paso (es decir, progresivo). La anisotropía se manifiesta en la plasticidad (o cedencia) (*comportamiento plástico anisótropo*), como se describe en [4], y en el *comportamiento anisótropo en fractura*), según se describe en trabajos previos [5-9], con el resultado de fractura en modo mixto y anisotropía resistente. En todo lo que se respecta a los modos fractográficos asociados con dicho comportamiento anisótropo, Toribio y Ayaso [10] han descrito un tipo especial de *clivaje orientado y alargado*. Además, el concepto de *fractura por exfoliación* ha sido planteado por Sarafianos [11] y Toribio & Ayaso [12] y la idea de fractura por delaminación ha sido propuesta tanto por Toribio [13] como por Tanaka *et al.* [14].

Este artículo proporciona bases microestructurales del comportamiento anisótropo en fractura de aceros perlíticos fuertemente trefilados (es decir, los aceros de los estadios finales de la cadena de fabricación), analizando la relación entre las peculiaridades microestructurales inducidas por el trefilado intenso y el cambio de dirección de propagación que aparece en los aceros cuando una fisura se convierte en crítica como consecuencia de un micromecanismo especial de fractura consistente en fisuración por cortante de las láminas de cementita.

En particular, se identifica y define una nueva unidad microestructural (*no convencional*) en aceros perlíticos fuertemente trefilados: *la pseudocolonia perlítica*.

2. TREFILADO DE ACEROS PERLÍTICOS

La fabricación de alambres de pretensado se realiza mediante trefilado progresivo (multi-paso) para aumentar el límite elástico mediante un mecanismo de endurecimiento por deformación. La Fig. 1 muestra dos fotografías de una cadena real de trefilado, mientras que la Fig. 2 ofrece un esquema del proceso.



Fig. 1. Fabricación de alambres de pretensado mediante trefilado progresivo de un alambre de acero perlítico.

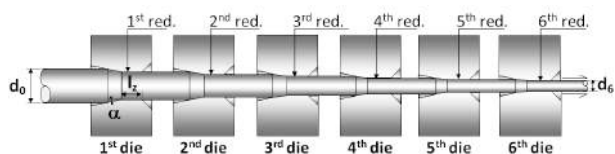


Fig. 2. Esquema de un proceso real de trefilado con múltiples pasos a través de la hilera (seis en este caso).

La Fig. 3 muestra las curvas tensión-deformación de aceros perlíticos progresivamente trefilados desde el A0 (alambroón no trefilado en absoluto) hasta el acero de pretensado comercial A6 (acero perlítico fuertemente trefilado en seis pasos). Tanto el límite elástico σ_Y como la resistencia a tracción (tensión máxima) σ_{max} aumentan con el grado de trefilado.

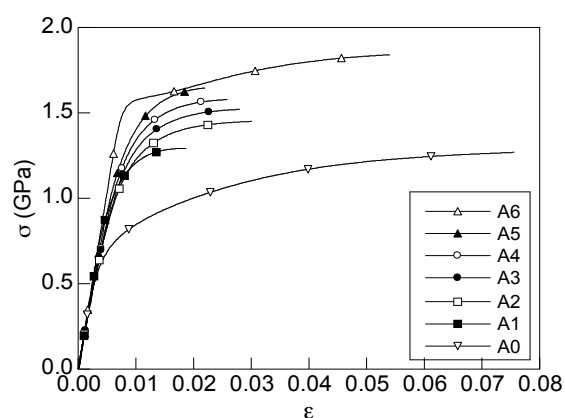


Fig. 3. Curvas tensión-deformación de aceros perlíticos progresivamente trefilados A0-A6 (de 0 a 6 pasos).

Un elemento clave en aceros perlíticos trefilados es la relación entre la microestructura y la resistencia [15], es decir, el efecto de la evolución microestructural sobre las propiedades mecánicas macroscópicas [16], puesto que el objetivo final del proceso real de fabricación mediante trefilado progresivo consiste en la mejora de propiedades mecánicas (claro aumento de resistencia) mediante un mecanismo de endurecimiento por deformación.

3. EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL CON EL TREFILADO

La evolución de microestructuras perlíticas durante el trefilado se ha investigado en el pasado, desde los estudios clásicos de Embury and Fisher [17] y Langford [18] sobre deformación de la perlita, hasta la revisión de Ridley [19] o los análisis de Toribio y Ovejero [20-23]. Un compendio sistemático sobre propiedades mecánicas y evolución microestructural en acero perlítico trefilado ha sido publicado recientemente por Toribio *et al.* [24].

Los resultados demuestran la esbeltización progresiva y la orientación (según la dirección de trefilado) de las *colonias perlíticas* (1er nivel microestructural), así como la orientación progresiva y la densificación de las *láminas de ferrita/cementita* (2º nivel microestructural) con disminución del espaciado interlaminar. Así pues, la microestructura se va orientando progresivamente a medida que el grado de trefilado aumenta. La Fig. 4 muestra las microestructuras de un alambroón (no trefilado) y de un acero perlítico fuertemente trefilado.

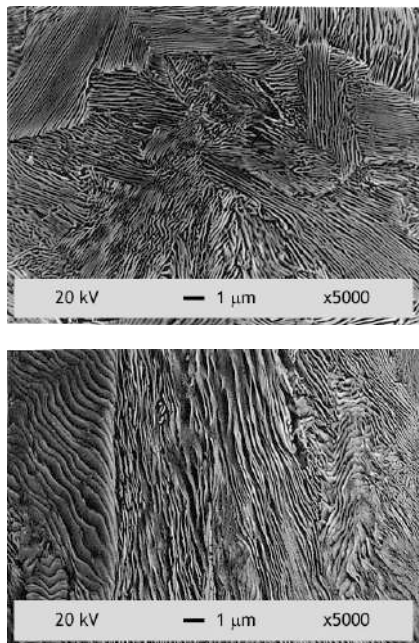


Fig. 4. Microestructuras de un alambroón (foto superior) y de un acero fuertemente trefilado (foto inferior) en secciones metalográficas longitudinales. El lado vertical de las fotos es siempre paralelo al eje del alambre o dirección de trefilado, mientras que el lado horizontal corresponde a la dirección radial en los alambres.

4. INTEGRIDAD MICROESTRUCTURAL DE ACEROS PERLÍTICOS SOMETIDOS A UN PROCESO DE TREFILADO PROGRESIVO: LA PSEUDOCOLONIA PERLÍTICA

4.1. Factores que afectan la integridad micro- y nanoestructural de aceros perlíticos trefilados

Aparte de la evolución microestructural general en perlita trefilada (orientación progresiva de colonias y láminas perlíticas según el eje del alambre o dirección de trefilado y decrecimiento del espaciado interlaminar), también aparecen fenómenos particulares, de forma que los conceptos innovadores de *integridad micro- y nanoestructural* son aplicables. Entre los fenómenos más relevantes durante el trefilado, la disolución de la cementita ha sido descrita por Borchers y Kirchheim [25].

Además de la tendencia general de orientación (con aumento de la densidad de empaquetamiento) inducida por el trefilado, aparecen excepciones en los aceros más fuertemente trefilados. El hecho más destacado es la presencia en ciertas zonas de tales aceros de una unidad microestructural *especial (no convencional)*, la así denominada *pseudocolonia perlítica* (Fig. 5), un término acuñado por Toribio *et al.* [5] en un artículo pionero sobre bases microestructurales del comportamiento anisótropo en fractura (con clara deflexión del camino de fisuración) de aceros perlíticos fuertemente trefilados.

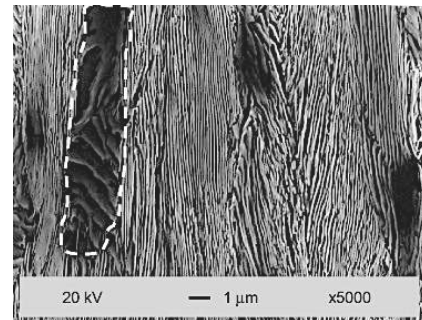


Fig. 5. *Pseudocolonia perlítica* en un acero perlítico fuertemente trefilado (sección longitudinal del alambre). Los límites de la *pseudocolonia* se marcan en la micrografía mediante un línea blanca discontinua. El lado vertical de la foto es paralelo al eje del alambre o dirección de trefilado, mientras que el lado horizontal corresponde a la dirección radial en los alambres.

La Fig. 6 ofrece una vista ampliada (x8000) de una pseudocolonia perlítica como la descrita en el párrafo anterior, mostrando evidencia de láminas de cementita que no están propiamente orientadas según el eje de trefilado (permanecen transversales a dicha dirección). También se observa una clara curvatura de las láminas de cementita y un espaciado interlaminar anómalo (muy alto en comparación con la media), e incluso evidencia de fractura local de láminas específicas de cementita.

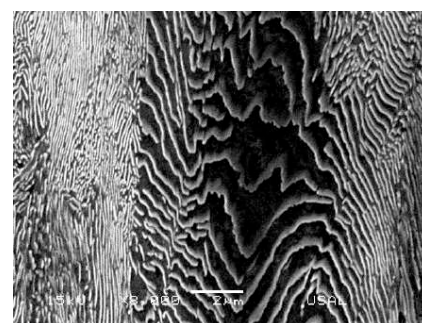


Fig. 6. Vista ampliada (x8000) de una *pseudocolonia perlítica* en un acero perlítico fuertemente trefilado. El lado vertical de la foto es paralelo al eje del alambre o dirección de trefilado, mientras que el lado horizontal corresponde a la dirección radial en los alambres.

4.2. Identificación y caracterización de la pseudocolonia perlítica

Con el fin de identificar y caracterizar la nueva (no convencional) *pseudocolonia perlítica* propia de aceros perlíticos fuertemente trefilados, esta sección describe sus características micromecánicas (o nanomecánicas), así como sus peculiaridades geométricas :

1. La pseudocolonia perlítica es *extremadamente esbelta y totalmente orientada* según la dirección de trefilado (eje del alambre), como el resto de colonias perlíticas convencionales.
2. Las láminas de perlita (ferrita // cementita) dentro de la pseudocolonia perlítica *no están orientadas* en la dirección de trefilado (eje del alambre), i.e., son cuasi-perpendiculares a la pseudocolonia que los contiene.
3. Como consecuencia del hecho anterior, el área dentro de la pseudocolonia perlítica exhibe un *espaciado interlaminar local anómalo (muy alto)*, y mucho mayor que el espaciado interlaminar medio del acero en cuestión.
4. También como consecuencia de la segunda característica, es frecuente el *curvado de las láminas de perlita (ferrita // cementita)* dentro de la pseudocolonia perlítica.
5. La *fractura local por esfuerzo cortante* de las láminas perlíticas (ferrita // cementita), es decir, la *micro-fractura por rotura de las láminas* dentro de la pseudocolonia también aparece frecuentemente (además de la curvatura).
6. Estas características de las pseudocolonias perlíticas las convierte en unidades preferentes de fractura con mínima resistencia, creando así *anisotropía resistente* en el acero.
7. Como consecuencia de dicha anisotropía resistente, existe un efecto subsecuente en forma de *deflexión en el camino de fisuración*, asociada con *propagación en modo mixto*.

4.3. Las pseudocolonias perlíticas como promotoras de la fractura anisótropa

El papel de las citadas pseudocolonias perlíticas como promotoras de la *fractura anisótropa* y de la *deflexión del camino de fisuración* en acero perlíticos fuertemente trefilados ha sido estudiado por Toribio *et al.* [5], por Toribio & Ayaso [26] y por Toribio [13,27].

Toribio [27] ha estudiado la fractura de muestras fisuradas de acero progresivamente trefilado. La Fig. 7 ofrece los perfiles de propagación para un alambión y para un acero perlítico fuertemente trefilado cuya microestructura orientada se muestra en la Fig. 4.

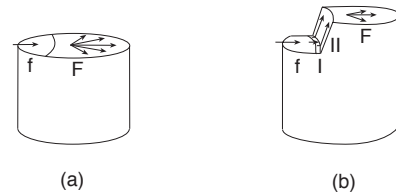


Fig. 7. Caminos de fisuración (perfiles de propagación) producidos por fractura axial en ambiente inerte (aire) en aceros con 0 (a) y 6 (b) pasos de trefilado; f: crecimiento de fisura por fatiga; I: propagación en modo I; II: propagación en modo mixto (en forma de escalón de propagación en aceros fuertemente trefilados); F: fractura final.

Los aceros débilmente trefilados (o no trefilados) se comportan isotrópicamente, es decir, la fisuración se desarrolla en modo I siguiendo el plano inicial de propagación por fatiga (Fig. 7a). Los aceros más trefilados exhiben un comportamiento anisótropo en forma de deflexión del camino de fractura tras la pre-fisura de fatiga, cf. Fig. 7b, con un ángulo de desviación de casi 90° con respecto al plano inicial.

La Fig. 8 esquematiza los micromecanismos de fractura que aparecen en aceros perlíticos fuertemente trefilados; las pseudocolonias perlíticas representan las unidades más débiles, promoviendo así la deflexión del camino de fisuración que aparece cuando la propagación de fractura macroscópica alcanza una pseudocolonia, la cual falla por fisuración cortante de las láminas, si no por daño previo de las mismas durante el trefilado [27].

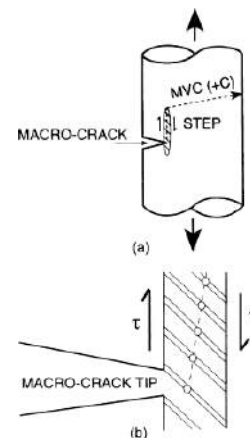


Fig. 8. Modelo de fractura basado en la microestructura para aceros perlíticos fuertemente trefilados, incluyendo la *pseudocolonia perlítica* como la unidad microestructural más débil que se fractura localmente y promueve así la deflexión del camino de fisuración.

5. CURVATURA DE LAS LÁMINAS DE CEMENTITA DURANTE EL TREFILADO

Otro efecto que aparece durante el trefilado de microestructuras perlíticas es la curvatura de las láminas de cementita (Fig. 9), un fenómeno aparentemente paradójico puesto que la fase cementita (Fe_3C) es la más dura (y frágil), rodeada por la más blanda (y más dúctil) fase ferrítica (Fe), pero parece ser que la cementita es suficientemente dúctil como para permitir la curvatura de sus láminas, cf. Fig. 9.

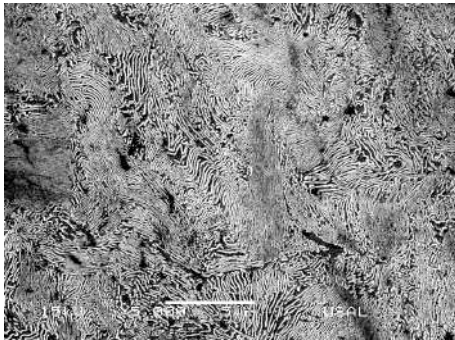


Fig. 9. Curvatura de las laminas de cementita en aceros perlíticos fuertemente trefilados (sección transversal).

Si la matriz de ferrita en acero perlítico se asume que funciona como el elemento más blando en comparación con las láminas de cementita, el modelo de la Fig. 10 es consistente con la evolución microestructural y con el comportamiento mecánico de los aceros que han sufrido un proceso de endurecimiento por deformación tras trefilado progresivo en diferentes pasos.

En el caso (b), las tensiones compresivas transversales actúan en combinación con las tensiones axiales de tracción que producen el trefilado, y esto puede resultar en una compresión de las láminas y un espaciado menor debido a la fase ferrítica más blanda, lo que hace más fácil la deformación plástica radial por un efecto de empaquetamiento.

En el caso (c), las láminas de cementita deberían actuar como el componente resistente de la colonia para soportar la tensión. De este modo dichas colonias se comportan como partículas más fuertes dentro del material y exhiben una mayor resistencia transversal a ser deformadas por el resto del material, produciendo así el efecto de *curvado de las láminas de cementita*.

En el caso (a) se da una situación mixta, lo que produce primeramente un efecto de giro de las láminas, y a continuación un efecto de empaquetamiento, puesto que la distribución de láminas se orienta según una dirección próxima al eje del alambre o dirección de trefilado, y así la situación se aproxima al caso (b).

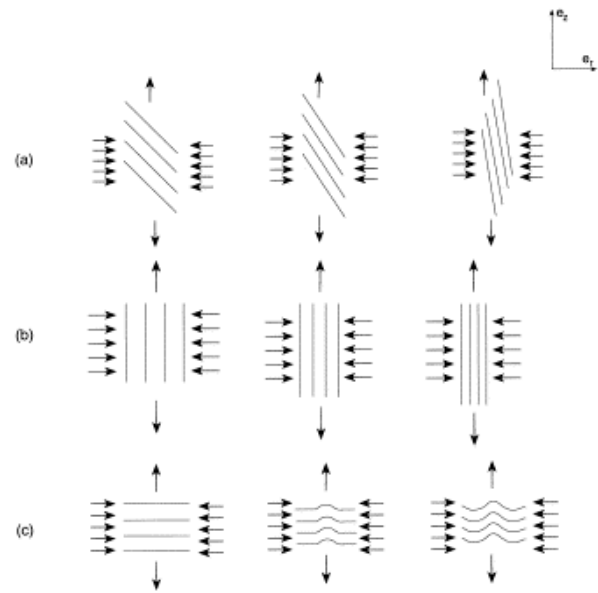


Fig. 10. Esquema que muestra tres tipos de distribución espacial de las láminas perlíticas (ferrita // cementita): (a) inclinado; (b) paralelo al eje del alambre; (c) perpendicular al eje del alambre (con efecto de *curvado*). Se muestra la evolución temporal con el trefilado axial de izquierda a derecha.

6. CONCLUSIÓN

En el marco conceptual que establece la integridad micro- y nano-estructural de materiales ingenieriles, las *pseudocolonias perlíticas* que aparecen en los aceros más fuertemente trefilados representan las unidades más débiles que promueven la micro-fractura (con deflexión del camino de macro-fractura y propagación en modo mixto) con el resultado de *fractura anisótropa*.

Agradecimientos

El autor desea agradecer la financiación proporcionada por las siguientes instituciones españolas nacionales: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como la institución regional Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

In Memoriam

El artículo se dedica a honrar la memoria de los Profs. Dominique Francois y Keith Miller, maestros y amigos, cuya acción pionera y entusiasta permitió el desarrollo real de la Sociedad Europea de Integridad Estructural

(*European Structural Integrity Society*, ESIS), con anterioridad denominado Grupo Europeo de Fractura (*European Group on Fracture*, EGF). El artículo está dedicado a la memoria del Prof. Robert Goldstein, maestro y amigo, fundador de la escuela rusa de fractura.

7. EPÍLOGO

La distribución de cementita curvada (Fig. 9) asociada con *acero perlítico fuertemente trefilados* recuerda la apariencia del cielo en las pintura de Vincent van Gogh, por lo que podría denominarse cielo de van Gogh (en inglés *van Gogh sky*, VGS) o, más propiamente, puesto que aparece no sólo en el cielo, textura de van Gogh (en inglés, *van Gogh texture*, VGT), cf. Fig. 11.

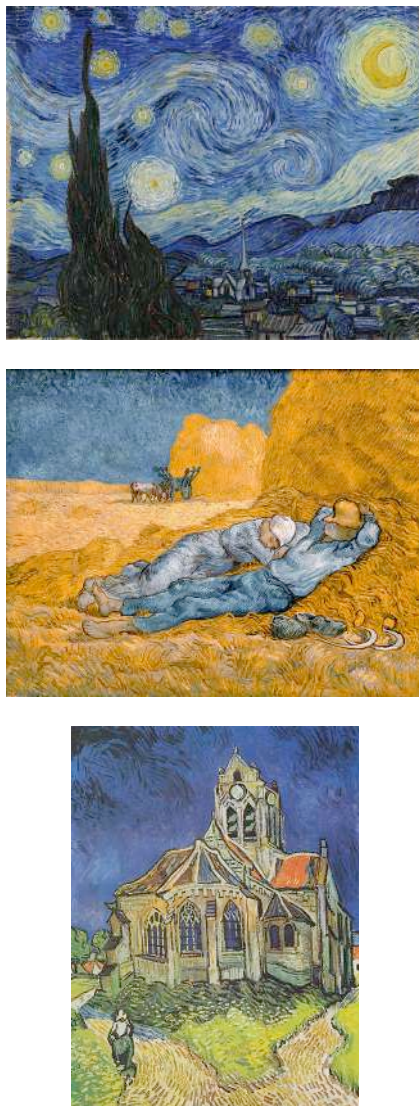


Fig. 11. Cuadros de Vincent van Gogh: (i) *Noche estrellada*; (ii) *Siesta*; (iii) *Iglesia en Auvers*.

En *aceros perlíticos débilmente trefilados*, su microestructura (Fig. 4) es cuasi-plana, de forma que las secciones metalográficas están constituidas por líneas rectas asociadas con la *perspectiva renacentista* del pintor Raffaello Sanzio, en inglés, *Raphael Painting Perspective* or *Renaissance Painting Perspective* (RPP), aunque esta estructura (con el punto de fuga) aparece en pintores clásicos como Tintoretto y Velázquez, tal como se muestra en la Fig. 12.



Fig. 12. Cuadros de Raffaello Sanzio (*Escuela de Atenas*), Tintoretto (*El lavatorio de los pies*) y Velázquez (*Las Meninas*).

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio: On the Intrinsic Character of the Stress-Strain Curve of a Prestressing Steel. *Journal of Testing and Evaluation* 20 (1992) 357-362.
- [2] J. Toribio: Cold Drawn Eutectoid Pearlitic Steel Wires as High Performance Materials in Structural Engineering. *Structural Integrity and Health Monitoring* 2 (2006) 239-247.
- [3] J. Gil-Sevillano: Cleavage-Limited Maximum Strength of Work-Hardened B.C.C. Polycrystals. *Acta Metallurgica* 34 (1986) 1473-1485.
- [4] J. Toribio, B. González, J.C. Matos and V. Kharin: Evaluation by Sharp Indentation of Anisotropic Plastic Behaviour in Progressively Drawn Pearlitic Steel. *ISIJ International* 51 (2011) 843-848.
- [5] J. Toribio, E. Ovejero and M. Toledano: Microstructural Bases of Anisotropic Fracture Behaviour of Heavily Drawn Steel. *International Journal of Fracture* 87 (1997) L83-L88.
- [6] J. Toribio and M. Toledano. Fatigue and Fracture Performance of Cold Drawn Wires for Prestressed Concrete. *Construction and Building Materials* 14 (2000) 47-53.
- [7] J. Toribio and FJ. Ayaso: Fracture Performance of Progressively Drawn Pearlitic Steel under Triaxial Stress States. *Materials Science* 37 (2001) 707-717.
- [8] J. Toribio and FJ. Ayaso: Anisotropic Fracture Behavior of Cold Drawn Steel: A Materials Science Approach. *Materials Science and Engineering A343* (2003) 265-272.
- [9] J. Toribio, B. González and J.C. Matos: Strength Anisotropy and Mixed Mode Fracture in Heavily Drawn Pearlitic Steel. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials and Structures* 36 (2013) 1178-1186.
- [10] J. Toribio and FJ. Ayaso: Investigation of the Type of Cleavage Related to Anisotropic Fracture in Heavily Drawn Steels. *Journal of Materials Science Letters* 21 (2002) 1509-1512.
- [11] N. Sarafianos: Environmentally Assisted Stress-Corrosion Cracking of High-Strength Carbon Steel Patented Wire. *Journal of Materials Science Letters* 8 (1989) 1486-1488.
- [12] J. Toribio and FJ. Ayaso: Image Analysis of Exfoliation Fracture in Cold Drawn Steel. *Materials Science and Engineering A387-389* (2004) 438-441.
- [13] J. Toribio: Delamination Fracture of Prestressing Steel: An Engineering Approach. *Engineering Fracture Mechanics* 75 (2008) 2683-2694.
- [14] M. Tanaka, H. Saito, M. Yasumaru and K. Higashida: Nature of Delamination Cracks in Pearlitic Steels. *Scripta Materialia* 112 (2016) 32-36.
- [15] J. Toribio: Relationship Between Microstructure and Strength in Eutectoid Steels. *Materials Science and Engineering A387-389* (2004) 227-230.
- [16] J. Toribio, B. González and J.C. Matos: Microstructure and Mechanical Properties in Progressively Drawn Pearlitic Steel. *Materials Transactions* 55 (2014) 93-98.
- [17] J.D. Embury and R.M. Fisher: The Structure and Properties of Drawn Pearlite. *Acta Metallurgica* 14 (1966) 147-159.
- [18] G. Langford: Deformation of Pearlite. *Metallurgical Transactions* 8A (1977) 861-875.
- [19] N. Ridley: A Review of the Data on the Interlamellar Spacing of Pearlite. *Metallurgical Transactions* 15A (1984) 1019-1036.
- [20] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure Evolution in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A234-236* (1997) 579-582.
- [21] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure Orientation in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Journal of Materials Science Letters* 17 (1998) 1037-1040.
- [22] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of Cumulative Cold Drawing on the Pearlite Interlamellar Spacing in Eutectoid Steel. *Scripta Materialia* 39 (1998) 323-328.
- [23] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of Cold Drawing on Microstructure and Corrosion Performance of High-Strength Steel. *Mechanics of Time-Dependent Materials* 1 (1998) 307-319.
- [24] J. Toribio, FJ. Ayaso, B. González, J.C. Matos, D. Vergara, and M. Lorenzo: Tensile Fracture Behavior of Progressively-Drawn Pearlitic Steels. *Metals* 6 (2016) paper 114.
- [25] Ch. Borchers and R. Kirchheim: Cold-Drawn Pearlitic Steel Wires. *Progress in Materials Science* 82 (2016) 405-444.
- [26] J. Toribio and FJ. Ayaso: Micromechanics of Fracture in Notched Samples of Heavily Drawn Steel. *International Journal of Fracture* 115 (2002) L29-L34.
- [27] J. Toribio: Microstructure-Based Modeling of Fracture in Progressively Drawn Pearlitic Steels. *Engineering Fracture Mechanics* 71 (2004) 769-777.

FRACTURA ANISÓTROPA EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO: DE LA NECESIDAD DE TRIAXIALIDAD Y ORIENTACIÓN MICROESTRUCTURAL

Javier Ayaso, Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: fja@usal.es

RESUMEN

Este artículo estudia el comportamiento anisótropo (inducido por entallas) en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados, sobre la base de investigaciones previas de los autores. En particular, se enfatiza la necesidad de contar con *triaxialidad tensional (constreñimiento)* y *anisotropía (orientación) microestructural* para inducir en los alambres de acero perlítico un *comportamiento anisótropo en fractura* (con su correspondiente *deflexión del camino de fisuración/fractura & su propagación en modo mixto*). Con este fin, se detuvo una cadena real de fabricación y se extrajeron muestras de los estadios intermedios. De este modo la intensidad del trefilado o nivel de endurecimiento por deformación (representado en este caso por el límite elástico) se trata como la variable fundamental para elucidar las consecuencias del proceso de fabricación sobre el comportamiento posterior en fractura del material. Se propone un enfoque del fenómeno, propio de la ciencia de materiales, de modo que el comportamiento anisótropo de aceros de pretensado con alto grado de endurecimiento por deformación (que exhiben un *perfil de fractura* con escalón a 90°) puede racionalizarse sobre la base de la microestructura marcadamente orientada en el acero fuertemente trefilado, lo cual condiciona el micromecanismo de fractura operativo en este caso. Sin embargo, se requiere un nivel suficiente de *triaxialidad tensional (constreñimiento)* en las muestras entalladas para obtener el susodicho *comportamiento anisótropo en fractura* (asociado con *deflexión del camino de fisuración/fractura* y con una *propagación en modo mixto*) y para evitar el de otro modo comportamiento isótropo en fractura que aparece en el caso de bajos niveles de triaxialidad (constreñimiento) tensional, a pesar de la marcada anisotropía (orientación) microestructural en los aceros perlíticos más fuertemente trefilados.

PALABRAS CLAVE: alambres de acero perlítico trefilado, muestras entalladas, comportamiento anisótropo en fractura anisotropía resistente, deflexión del camino de fisuración/fractura, fractura en modo mixto, triaxialidad, tensional, constreñimiento, orientación de la microestructura perlítica, anisotropía microestructural.

ABSTRACT

This paper studies the notch-induced anisotropic fracture behaviour in progressively cold drawn pearlitic steels, on the basis of previous research by the authors on the topic. In particular, the necessity is emphasized of both *stress triaxiality (constraint)* and *microstructural anisotropy (orientation)* to induce *anisotropic fracture behaviour* in the pearlitic steel wires (with its associated *cracking/fracture path deflection & mixed mode propagation*). To this end, a real manufacture chain was stopped in the course of the process, and samples of all intermediate stages were extracted. Thus the drawing intensity or straining level (represented in this case by the yield strength) is treated as the fundamental variable to elucidate the consequences of the manufacturing route on the posterior fracture performance of the material. A materials science approach to the phenomenon is proposed, so that the strongly anisotropic fracture behaviour of the steels with high level of strain hardening (which exhibit a *fracture profile* with 90° step) is rationalized on the basis of the markedly oriented pearlitic microstructure of the cold drawn pearlitic steels that influences the operative micromechanism of fracture in this particular case. Nevertheless, a sufficient level of *stress triaxiality (constraint)* in the notched specimens is required to obtain the aforesaid *anisotropic fracture behaviour* (associated with *cracking/fracture path deflection* and *mixed mode propagation*) and to avoid the otherwise isotropic fracture behaviour appearing for low stress triaxiality (constraint) levels, in spite of the marked microstructural anisotropy (orientation) in the most heavily cold drawn pearlitic steels.

KEYWORDS: cold drawn pearlitic steel wires, notched specimens, anisotropic fracture behaviour, strength anisotropy, cracking/fracture path deflection, mixed mode fracture, stress triaxiality, constraint, pearlitic microstructure orientation, microstructural anisotropy.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros perlíticos trefilados se usan ampliamente en la técnica del hormigón pretensado en ingeniería civil. Son materiales de alto rendimiento y jerárquicamente estructurados [1-6], cuya alta resistencia a tracción se encuentra limitada sólo por la fractura por clivaje [7].

2. TREFILADO DE ACEROS PERLÍTICOS

La fabricación de alambres de pretensado se realiza mediante trefilado progresivo para incrementar la resistencia mediante un mecanismo de endurecimiento por deformación.

La Fig. 1 muestra las curvas tensión-deformación de aceros perlíticos progresivamente trefilados desde A0 (alambrón no trefilado) hasta el acero de pretensado comercial A6 (fuertemente trefilado en seis pasos). El límite elástico σ_Y y la resistencia a tracción σ_{max} aumentan con el trefilado.

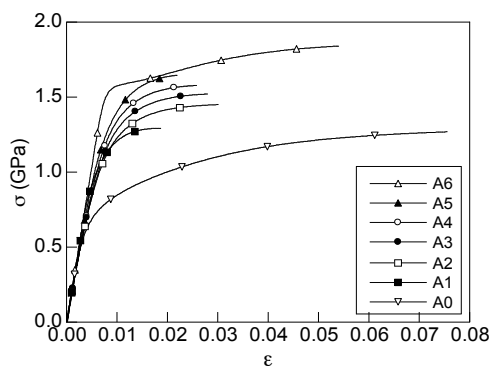


Fig. 1. Curvas tensión-deformación de aceros perlíticos progresivamente trefilados A0-A6 (de 0 a 6 pasos).

3. EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL CON EL TREFILADO

Investigaciones previas [8-11] muestran la esbeltización progresiva y la orientación (según el eje del alambre) de las *colonias perlíticas* (1er nivel microestructural), y la orientación progresiva, en la dirección indicada, de las *láminas de ferrita/cementita* (2º nivel microestructural) con disminución del espaciado interlaminar. Así pues, la microestructura se va orientando y densificando a medida que el grado de trefilado aumenta.

4. ENSAYOS DE FRACTURA CON MUESTRAS ENTALLADAS

Los materiales fueron aceros perlíticos progresivamente trefilados (curvas σ - ϵ mostradas en la Fig. 1).

Como se describe en trabajos previos [12-18], se realizaron ensayos de fractura a tracción sobre muestras axisimétricas con entalla de fondo circular y cuatro muy diferentes geometrías de entalla (Fig. 2) con el fin de garantizar muy distintos niveles de triaxialidad tensional (constreñimiento) en las muestras, a saber:

Geometría A : $R/D = 0.03$, $C/D = 0.10$

Geometría B : $R/D = 0.05$, $C/D = 0.30$

Geometría C : $R/D = 0.40$, $C/D = 0.10$

Geometría D : $R/D = 0.40$, $C/D = 0.30$

donde R y C son el radio y la profundidad de entalla, y D el diámetro de la muestra axisimétrica.

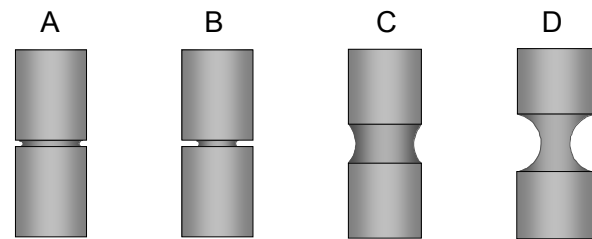


Fig. 2. Muestras entalladas de acero perlítico trefilado, con muy diferentes geometrías de entalla.

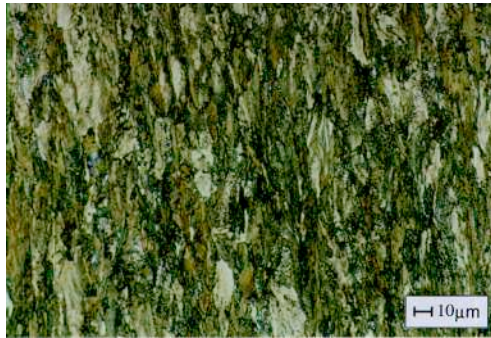
Las muestras entalladas resultan muy ventajosas para el análisis de procesos de fractura [19] y fragilización por hidrógeno [20] en materiales.

5. ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

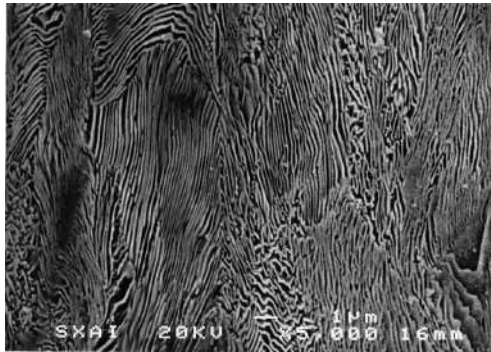
Esta sección contiene un análisis *macro-fractográfico* sobre la forma del *camino de fractura* dependiendo del tipo de *orientación (anisotropía) microestructural* tras el trefilado para correlacionar —en sentido de la ciencia de materiales— la microestructura del material y su comportamiento macroscópico.

Las Figs. 3-7 muestran los *perfiles de fractura* en muestras entalladas de aceros perlíticos *fuertemente trefilados* 4-6 con las geometrías A, B y C, junto con la microestructura perlítica de los aceros (cf. [8-11]) en los dos niveles de las colonias perlíticas (primer nivel microestructural) y las láminas de Fe//Fe₃C (segundo nivel microestructural), y finalmente el escalón de propagación paralelo al eje del alambre o dirección de trefilado (Figs. 3d-7d), un modo fractográfico descrito en trabajos anteriores [21-22] como una suerte de *clivaje orientado y alargado*.

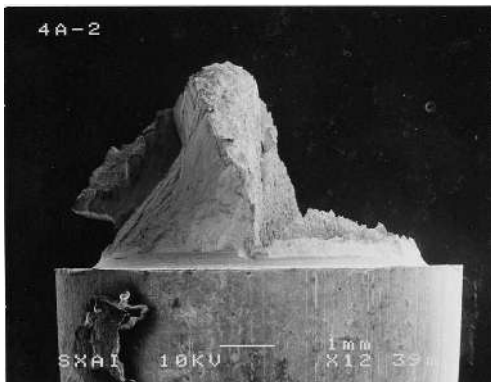
Se observa un comportamiento claramente anisótropo en los aceros fuertemente trefilados, que se evidencia en un escalón a 90° con respecto a la dirección inicial de propagación a consecuencia de la microestructura orientada producida por el trefilado. La geometría D, con mínima triaxialidad (constreñimiento) tensional no muestra un escalón *global* de fractura, sino sólo deflexiones *locales (embriones de fractura anisótropa)*.



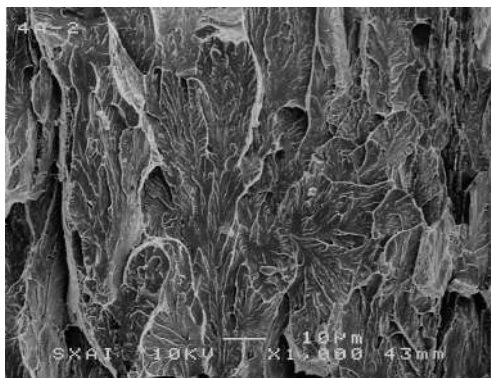
(a)



(b)

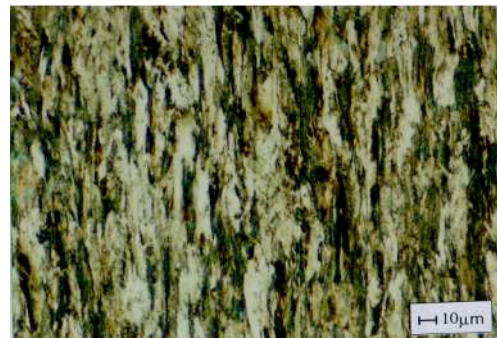


(c)

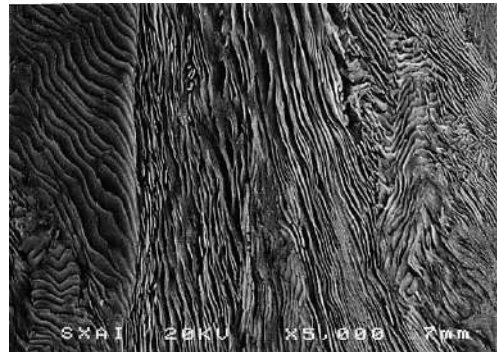


(d)

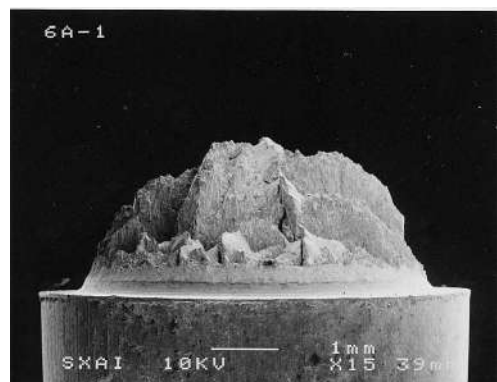
Fig. 3. Muestra 4A: (a) colonias perlíticas; (b) láminas perlíticas (Fe//Fe₃C); (c) perfil de fractura; (d) escalón de propagación paralelo a la dirección de trefilado.



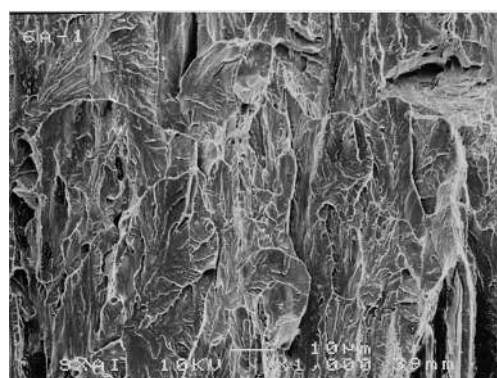
(a)



(b)

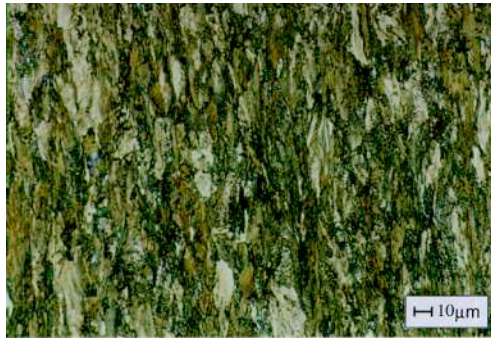


(c)

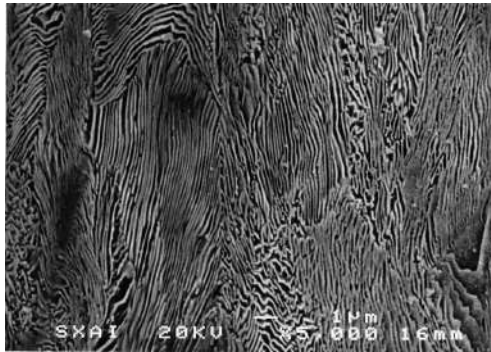


(d)

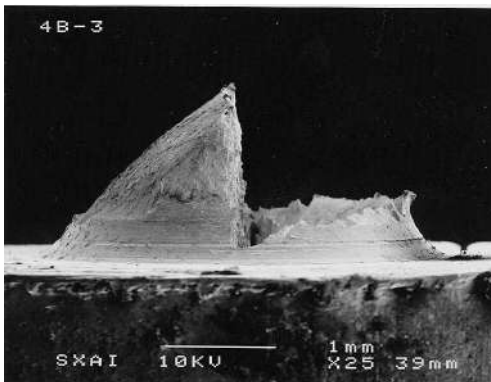
Fig. 4. Muestra 6A: (a) colonias perlíticas; (b) láminas perlíticas (Fe//Fe₃C); (c) perfil de fractura; (d) escalón de propagación paralelo a la dirección de trefilado.



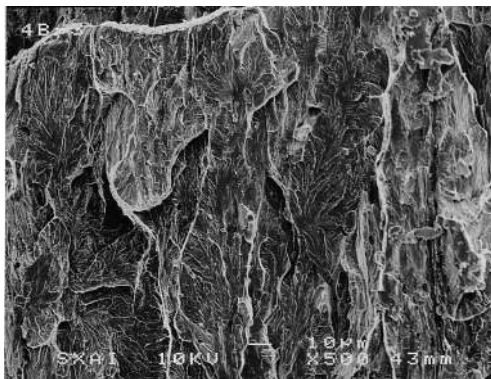
(a)



(b)

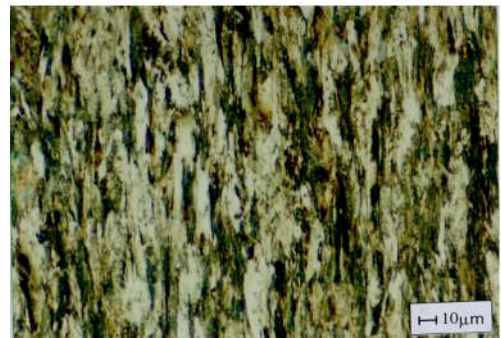


(c)

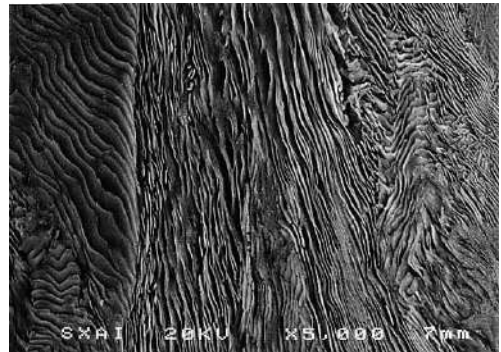


(d)

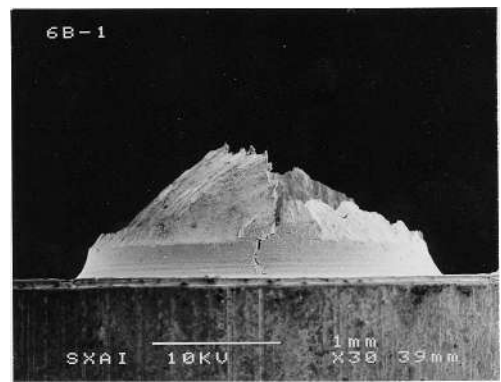
Fig. 5. Muestra 4B: (a) colonias perlíticas; (b) láminas perlíticas (Fe//Fe₃C); (c) perfil de fractura; (d) escalón de propagación paralelo a la dirección de trefilado.



(a)



(b)

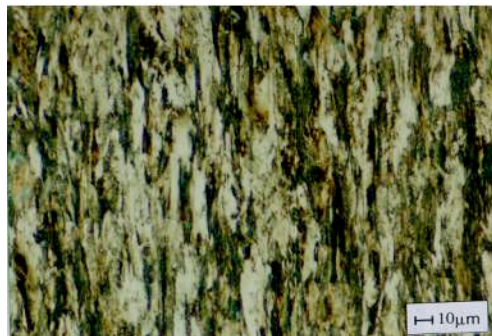


(c)

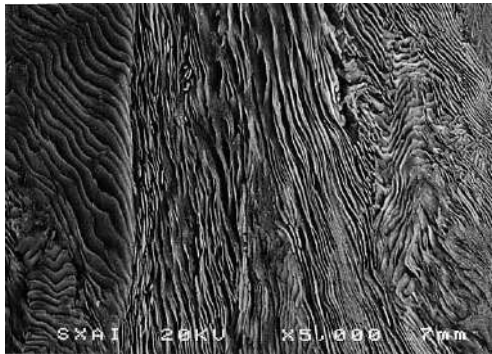


(d)

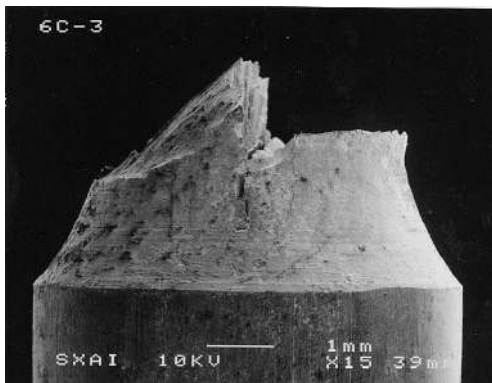
Fig. 6. Muestra 6B: (a) colonias perlíticas; (b) láminas perlíticas (Fe//Fe₃C); (c) perfil de fractura; (d) escalón de propagación paralelo a la dirección de trefilado.



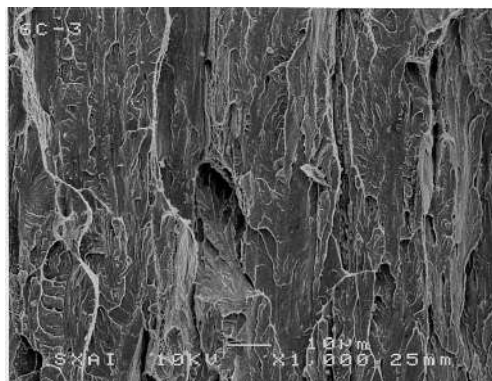
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 7. Muestra 6C: (a) colonias perlíticas; (b) láminas perlíticas (Fe/Fe₃C); (c) perfil de fractura; (d) escalón de propagación paralelo a la dirección de trefilado.

Así pues, el escalón de propagación (cf. Figs. 3c-7c) es la señal de *anisotropía resistente* inducida en aceros fuertemente trefilados como consecuencia directa de la *orientación* (o *anisotropía*) *microestructural* inducida por el proceso de fabricación (Figs. 3a-7a; Figs. 3b-7b).

6. PAPEL DE LA TRIAXIALIDAD TENSIONAL & LA ANISOTROPÍA MICROESTRUCTURAL

El comportamiento anisótropo en fractura de aceros perlíticos fuertemente trefilados (los cuales exhiben un *perfil de fractura* con escalón orientado a 90°) se puede racionalizar a partir de la microestructura marcadamente orientada en el acero. Sin embargo, se requiere un nivel suficiente de *triaxialidad tensional* (*constreñimiento*) en las muestras entalladas para obtener el susodicho *comportamiento anisótropo en fractura* (asociado con *deflexión del camino de fisuración/fractura* y con una *propagación en modo mixto*) y para evitar el de otro modo comportamiento isótropo en fractura que aparece en caso de bajos niveles de triaxialidad tensional. El caso límite de mínima triaxialidad (alambre liso) exhibe un comportamiento globalmente isótropo [23], ligado a deflexiones locales (*embriones* de fractura anisótropa). El caso límite de máxima triaxialidad (muestra fisurada) exhibe un comportamiento muy anisótropo [24-31], y puede definirse una *tenacidad direccional* [32-33].

7. CONCLUSIONES

El proceso de fabricación de acero de pretensado mediante trefilado progresivo de acero perlítico produce importantes cambios microestructurales en los dos niveles de colonias y láminas perlíticas, resultando una marcada *orientación* (*anisotropía*) *microestructural*.

Desde el punto de vista de la ciencia de materiales, existe una clara relación entre la orientación microestructural inducida por el trefilado y la aparición de un *perfil de fractura* con *deflexión del camino* y un escalón de propagación.

Para que aparezca el comportamiento anisótropo se requiere, además de la orientación microestructural, un cierto nivel de *triaxialidad tensional* (*constreñimiento*), es decir, entallas agudas o fisuras. En el caso de entallas romas, el comportamiento en fractura es isótropo.

REFERENCIAS

- [1] Ch. Borchers and R. Kirchheim: Cold-drawn pearlitic steel wires. Progress in Materials Science 82 (2016) 405-444.
- [2] X. Zhang, A. Godfrey, N. Hansen and X. Huang: Hierarchical structures in cold-drawn pearlitic steel wire. Acta Materialia 61 (2013) 4898-4909.

- [3] J. Toribio: Structural integrity of progressively cold-drawn pearlitic steels: *from Raffaello Sanzio to Vincent van Gogh*. Invited Plenary Lecture, 24th Meeting of the Italian Group on Fracture (IGF XXIV), 2nd International Edition, Urbino, Italy, March 1-3 (2017.)
- [4] J. Toribio: Structural integrity of progressively cold-drawn pearlitic steels: *from Raffaello Sanzio to Vincent van Gogh*. *Procedia Structural Integrity* 3 (2017) 3-10.
- [5] J. Toribio: Cold-drawn pearlitic steels as hierarchically structured materials: *an approach to Johann Sebastian Bach*. *Key Engineering Materials* 774 (2018) 492-497.
- [6] J. Toribio: Cold drawn eutectoid pearlitic steel wires as high performance materials in structural engineering. *Structural Durability and Health Monitoring* 2 (2006) 239-247.
- [7] J. Gil-Sevillano: Cleavage-limited maximum strength of work-hardened B.C.C. polycrystals. *Acta Metallurgica* 34 (1986) 1473-1485.
- [8] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Materials Science and Engineering* A234-236 (1997) 579-582.
- [9] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Journal of Materials Science Letters* 17 (1998) 1037-1040.
- [10] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel. *Scripta Materialia* 39 (1998) 323-328.
- [11] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of cold drawing on microstructure and corrosion performance of high-strength steel. *Mechanics of Time-Dependent Materials* 1 (1998) 307-319.
- [12] J. Toribio and F.J. Ayaso: Fracture performance of progressively drawn pearlitic steel under triaxial stress states. *Materials Science* 37 (2001) 707-717.
- [13] J. Toribio and F.J. Ayaso: Micromechanics of fracture in notched samples of heavily drawn steel. *International Journal of Fracture* 115 (2002) L29-L34.
- [14] J. Toribio and F.J. Ayaso: Fracture process zone in notched samples of cold drawn pearlitic steel. *ISIJ International* 42 (2002) 1049-1055.
- [15] J. Toribio and F.J. Ayaso: Anisotropic fracture behavior of cold drawn steel: a materials science approach. *Materials Science and Engineering* A343 (2003) 265-272.
- [16] J. Toribio and F.J. Ayaso: A fracture criterion for high-strength structural members containing notch-shape defects. *Steel & Composite Structures* 3 (2003) 231-242.
- [17] J. Toribio and F.J. Ayaso: Macro- and microscopic approach to fracture of high-strength steel notched bars. In: S. Nishida (Ed.). WIT Press, Southampton (2004) 201-242.
- [18] J. Toribio and F.J. Ayaso: Micro-fracture maps in progressively drawn pearlitic steel under triaxial stress states. *International Journal of Materials Engineering Innovation* 1 (2009) 61-73.
- [19] J. Toribio: A fracture criterion for high-strength steel notched bars. *Engineering Fracture Mechanics* 57 (1997) 391-404.
- [20] J. Toribio and F.J. Ayaso: Optimisation of round-notched specimen for hydrogen embrittlement testing of materials. *Journal of Materials Science Letters* 39 (2004) 4675-4678.
- [21] J. Toribio and F.J. Ayaso: Investigation of the type of cleavage related to anisotropic fracture in heavily drawn steels. *Journal of Materials Science Letters* 21 (2002) 1509-1512.
- [22] J. Toribio and F.J. Ayaso: Image analysis of exfoliation fracture in cold drawn steel. *Materials Science and Engineering* A387-389 (2004) 438-441
- [23] J. Toribio, F.J. Ayaso, B. González, J.C. Matos, D. Vergara and M. Lorenzo: Tensile fracture behavior of progressively-drawn pearlitic steels. *Metals* 6 (2016) paper 114.
- [24] J. Toribio and M. Toledano: Fatigue and fracture performance of cold drawn wires for prestressed concrete. *Construction and Building Materials* 14 (2000) 47-53.
- [25] J. Toribio: A fracture criterion for high-strength steel cracked bars. *Structural Engineering and Mechanics* 14 (2002) 209-221.
- [26] J. Toribio: Microstructure-based modelling of fracture in progressively drawn pearlitic steels. *Engineering Fracture Mechanics* 71 (2004) 769-777.
- [27] J. Toribio, B. González and J.C. Matos: Cleavage stress required to produce fracture path deflection in cold-drawn prestressing steel wires. *International Journal of Fracture* 144 (2007) 189-196.
- [28] J. Toribio, B. González, J.C. Matos and F.J. Ayaso: Anisotropic fracture behaviour of progressively drawn pearlitic steel. *Key Engineering Materials* 452-453 (2011) 1-4.
- [29] J. Toribio, B. González and J.C. Matos: Strength anisotropy in prestressing steel wires. In: A. Öchsner, L.F.M. Silva & H. Altenbach (Eds.), *Materials with Complex Behaviour II* Vol. 16, Springer Berlin Heidelberg (2012) 259-270.
- [30] J. Toribio, B. González and J.C. Matos: Strength anisotropy and mixed mode fracture in heavily drawn pearlitic steel. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials and Structures* 36 (2013) 1178-1186.
- [31] J. Toribio, B. González and J.C. Matos: Crack tip fields and mixed mode fracture behaviour of progressively drawn pearlitic steel. *Fracture and Structural Integrity* 33 (2015) 221-228.
- [32] J. Toribio and A. Valiente: Approximate evaluation of directional toughness in heavily drawn pearlitic steels. *Materials Letters* 58 (2004) 3514-3517.
- [33] J. Toribio and A. Valiente: Failure analysis of cold drawn eutectoid steel wires for prestressed concrete. *Engineering Failure Analysis* 13 (2006) 301-311.

ANISOTROPÍA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ALAMBRES LISOS DE ACERO PERLÍTICO FUERTEMENTE TREFILADO

Myroslava Hredil, Javier Ayaso, Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: mysya@ipm.lviv.ua

RESUMEN

En este artículo se estudia la anisotropía de la fragilización por hidrógeno en alambres lisos de acero perlítico fuertemente trefilado (es decir, alambres de acero de pretensado comercial), revisando tanto el comportamiento electroquímico como el mecánico, y analizando los micro-mecanismos de fractura. Bajo condiciones electroquímicas catódicas que promueven la fragilización por hidrógeno, los alambres se fracturan con una clara degradación de propiedades mecánicas, asociada con un mecanismo de *micro-daño asistido por hidrógeno* (MDAH) en forma de *superficie con topografía de desgarro* (STD), a la vez que manifiestan deflexiones o desviaciones *locales* del camino de fractura principal, una suerte de *embriones de fractura anisótropa*, como consecuencia directa de la orientación microestructural (relativa a colonias y láminas perlíticas) producida por el trefilado.

PALABRAS CLAVE: acero perlítico trefilado, alambres de acero de pretensado comercial, fragilización por hidrógeno, fisuración asistida por hidrógeno, fractura asistida por hidrógeno, micro-daño asistido por hidrógeno (MDAH), superficie con topografía de desgarro (STD), anisotropía de la fragilización por hidrógeno, comportamiento en fractura localmente anisótropo.

ABSTRACT

This paper studies the anisotropy of hydrogen embrittlement in initially-smooth samples of heavily cold drawn pearlitic steel (i.e., commercial prestressing steel wires), revisiting both the electrochemical and the mechanical behaviour, and analysing in addition the fracture micro-mechanisms. Under cathodic electrochemical conditions promoting hydrogen embrittlement, the wires reach fracture with clear degradation of mechanical properties, associated with a mechanism of *hydrogen-assisted micro-damage* (HAMD) by *tearing topography surface* (TTS), while at the same time exhibiting *local* deflections or deviations from the main fracture path, a sort of *embryos of anisotropic fracture*, as a direct consequence of the microstructural orientation (relative to pearlitic colonies and lamellae) produced by cold drawing.

KEYWORDS: cold drawn pearlitic steel, commercial prestressing steel wires, hydrogen embrittlement, hydrogen assisted cracking, hydrogen assisted fracture, hydrogen assisted micro-damage (HAMD), tearing topography surface (TTS), anisotropy of hydrogen embrittlement, locally anisotropic fracture behaviour.

1. INTRODUCCIÓN

La técnica del hormigón pretensado en ingeniería civil requiere el uso de aceros perlíticos fuertemente trefilados en forma de alambres de pretensado. En ambiente corrosivo la sección efectiva de los alambres decrece y la cohesión entre el hormigón y acero se debilita. La acumulación de productos de corrosión ocupa un volumen varias veces mayor que el del hierro original. Se ha visto [1-2] que el incremento de volumen de los productos de corrosión contribuye a la aparición de tensiones capaces de crear fisuración en el hormigón.

Además, los procesos de degradación en alambres pueden ocurrir a largo plazo de forma similar a otros tipos de aceros [3] debido a la acción simultánea de las tensiones de trabajo y del ambiente agresivo. Los iones Cl^- [4-6] a ciertos potenciales pueden inducir la rotura de la capa de pasivación que se formaría a un pH de 12.5, y así el pH dentro de la picadura caería a valores más bajos [4], potenciando de este modo la fragilización por hidrógeno, un fenómeno ciertamente peligroso en estructuras de hormigón pretensado, e.g., viaductos de carretera [7], donde se han reportado accidentes debidos a la acción degradante del hidrógeno sobre el acero de pretensado.

Existen investigaciones previas sobre fragilización por hidrógeno de aceros de pretensado utilizando muestras entalladas [8-10] y fisuradas [11-16]. Sin embargo, existe una escasez de datos científicos sobre el mismo fenómeno en alambres lisos, debido principalmente a la enorme dispersión de resultados, aunque existen refs. clásicas [17] y otras más recientes [18, 19].

El presente artículo está enfocado a tratar de aportar nuevas ideas y reflexiones sobre el fenómeno de fragilización por hidrógeno en alambres lisos de acero de pretensado, revisando trabajos previos de los autores [18, 19] acerca del efecto del hidrógeno, como elemento fragilizante o causante de deterioro mecánico, sobre las propiedades de aceros perlíticos trefilados, analizando en particular el comportamiento plástico de los aceros (curvas tensión-deformación, límite elástico, tensión de rotura,...) y su comportamiento en fractura (microfractografía, perfil de fractura, micro-daño asistido por hidrógeno, carga de rotura en ambiente agresivo, ...).

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El procedimiento experimental tipo es el descrito en la ref. [18], en la cual se estudia el comportamiento en fractura de alambres de acero de pretensado (i.e., acero perlítico fuertemente trefilado) frente a la fisuración asistida por el ambiente, bien en condiciones electroquímicas anódicas de fisuración por corrosión bajo tensión (o disolución anódica localizada), bien en condiciones electro-químicas de fisuración asistida por hidrógeno (o fragilización por hidrógeno).

La Fig. 1 muestra el Diagrama de Pourbaix Fe-H₂O, en el que se indica mediante una línea roja vertical la región de estudio del trabajo (pH=12.5), siendo la zona superior la correspondiente a los potenciales anódicos (disolución anódica localizada o pura fisuración por corrosión bajo tensión), y la zona inferior la relativa a potenciales catódicos (fragilización por hidrógeno o fisuración asistida por hidrógeno), puesto que dichos potenciales catódicos se encuentran por debajo de la *línea de descarga de hidrógeno* (H) en el diagrama de Pourbaix (mostrada en trazo discontinuo).

En la Fig. 2 se representa el montaje de la probeta sometida a carga mecánica en la máquina de ensayo, y al mismo tiempo la célula ambiental acoplada a la muestra (el alambre de acero de pretensado), con el fin de mantener unas determinadas condiciones ambientales durante el ensayo mecánico. El potencial electroquímico se aplica mediante un potencióstato y un acoplamiento de tres electrodos: (i) electrodo de trabajo (la propia muestra), (ii) electrodo de referencia (calomelanos saturado) y (iii) contra-electrodo de Platino (Pt).

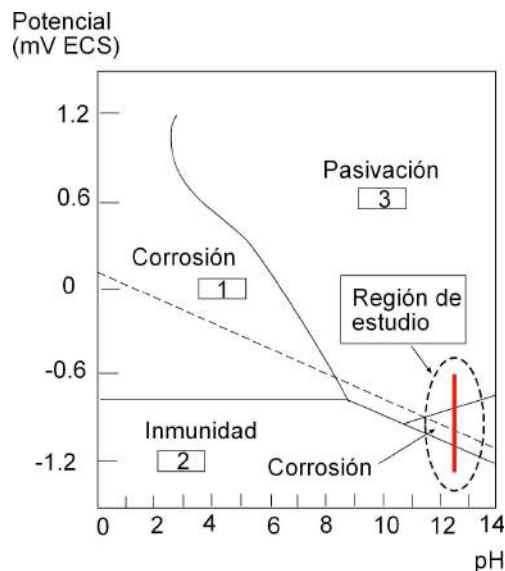


Fig. 1. Diagrama de Pourbaix Fe-H₂O: se indica la región de estudio del presente trabajo.

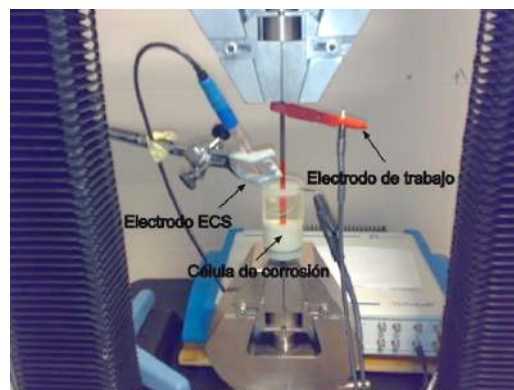


Fig. 2. Disposición de la probeta y de la célula ambiental en la máquina de ensayo.

3. INFLUENCIA DEL HIDRÓGENO SOBRE EL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA

3.1. Efecto del hidrógeno sobre plasticidad y fractura

La ref. [19] proporciona un estudio sobre el efecto de la presencia de hidrógeno sobre la plasticidad de un acero de pretensado a partir de ensayos de fragilización por hidrógeno en solución de 1g/l Ca(OH)₂ + 0.1 g/l NaCl (pH=12.5) a un potencial catódico $E = -1200$ mV ECS (*electrodo de calomelanos saturado*).

Los ensayos se llevaron a cabo sobre alambres lisos de acero de pretensado comercial y, para potenciar el efecto del hidrógeno, fueron realizados a muy baja velocidad de deformación de 10^{-7} s⁻¹ (lo que en inglés se denomina *slow strain rate tests* o SSRT).

El efecto fragilizador del hidrógeno se evaluó mediante la medición de un parámetro elastoplástico de ductilidad del acero: la reducción de área en rotura tras el ensayo de tracción simple en aire o el de baja velocidad de deformación en el caso de ambiente de hidrógeno.

Los resultados muestran una tendencia similar de la evolución de la reducción de área (en función del grado de trefilado) en los ensayos en aire y en ambiente de hidrógeno a una velocidad de deformación de 10^{-7} s^{-1} .

En cuanto al estudio fractográfico del daño debido al hidrógeno (*micro-daño inducido por hidrógeno*), se han elaborado *mapas de fractura microscópica* (MFM) para un alambre de acero E4 (cuatro pasos de trefilado) fracturado en aire (Fig. 3), cf. [20], y ensayado en ambiente de hidrógeno (Fig. 4), cf. [19].

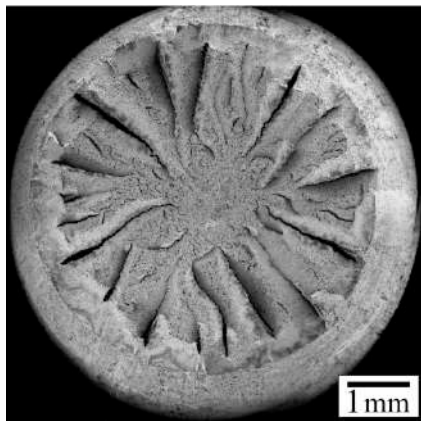


Fig. 3. Mapa de fractura microscópica (MFM) para un alambre de acero E4 (con cuatro pasos de trefilado) fracturado en ambiente inerte (aire) [20].

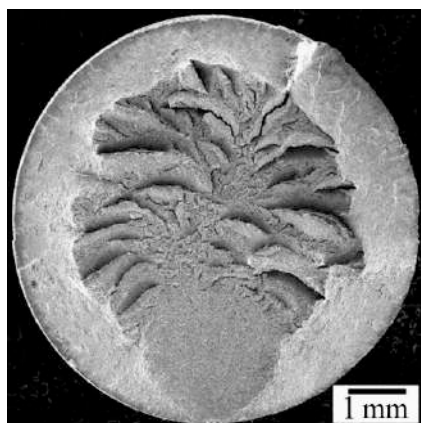


Fig. 4. Mapa de fractura microscópica (MFM) para un alambre de acero E4 (con cuatro pasos de trefilado) fracturado en ambiente de hidrógeno a un potencial electro-químico catódico: $E = -1200 \text{ mV ECS}$ [19].

Lo primero que cabe destacar de ambos MFM (en aire y en ambiente agresivo) representados en las Figs. 3 y 4 es la presencia de *micro-escalones axiales* de fractura (es decir, orientados según la dirección de trefilado o eje del alambre) en ambos casos.

Dichos micro-escalones axiales representan *embriones de micro-fractura anisótropa (local)* que no llega a desarrollarse globalmente por falta de un nivel suficiente de triaxialidad tensional (constreñimiento) en la muestra (al tratarse de alambres lisos).

La tendencia a la deflexión (local) del camino de fisuración y a la (micro-)fractura anisótropa es una clara consecuencia de la marcada orientación microestructural [21-24] en los alambres de pretensado tras el proceso de fabricación mediante trefilado intenso en varias etapas.

Tres zonas características pueden distinguirse en la superficie de fractura de la muestra ensayada en aire (Fig. 3): (i) una zona central; (ii) una zona intermedia; (iii) un labio de cortante.

En el caso de la muestra hidrogenada (Fig. 4), además de las tres zonas anteriormente descritas que aparecían en el ensayo en aire, un nuevo modo microscópico de fractura no convencional aparece, el denominado superficie con topografía de desgarramiento (STD) o, en inglés, *tearing topography surface* (TTS), tal como fue descrito e identificado por Thompson & Chesnutt [25] y Costa & Thompson [26] en dos artículos pioneros.

La zona TTS representa la evidencia de los efectos del hidrógeno sobre microestructuras perlíticas, tal como describieron Toribio *et al.* [27]. Dicha zona es también la topografía de fractura asociada con procesos de fragilización por hidrógeno en acero perlítico [28].

Desde el punto de vista microscópico, es el modo que representa la evidencia fractográfica del *micro-daño asistido por hidrógeno* (MDAH), en inglés *hydrogen assisted micro-damage* (HAMD), en microestructuras perlíticas, tal como describen Toribio & Vasseur [29].

La zona TTS (*zona dañada por hidrógeno*) puede también tratarse como una fisura macroscópica tal como describe Toribio [30]. Dicho enfoque permite calcular la velocidad de fisuración (propagación del micro-daño por hidrógeno) durante la formación de la fractografía TTS [30].

La ref. [31] ofrece un análisis más detallado de los sub-modos TTS que aparecen tras ensayos de fragilización por hidrógeno en muestras entalladas de acero perlítico, analizando en particular la influencia de la triaxialidad tensional (constreñimiento) que genera la entalla sobre el propio desarrollo de la zona TTS.

En el MFM de la Fig. 4 la zona TTS aparece situada cerca de la superficie lateral (parte inferior en la foto de la Fig. 4), indicando el lugar de iniciación de fractura. En ambos tipos de ensayo (aire y ambiente de hidrógeno, Figs. 3 y 4) aparecen marcas radiales que indican la dirección de propagación de la fractura final (frágil) desde el centro hacia la periferia.

3.2. Influencia del potencial electroquímico y del estado superficial de los alambres de acero de pretensado

Mientras que la sección anterior abordó el estudio de los efectos del hidrógeno sobre las características de plasticidad y fractura de un acero con grado de trefilado intermedio [19, 20], la presente sección estudia la fragilización por hidrógeno de alambres de acero de pretensado comercial (fuertemente trefilados), con un estudio de la influencia del potencial electroquímico y del estado superficial en los alambres comerciales [32].

La influencia de la polarización catódica sobre las características mecánicas propias de un acero de pretensado (elongación máxima y carga de fractura) se muestran en las Figs. 5 y 6, cf. [32].

En ambos parámetros el efecto del hidrógeno es más pronunciado a bajas velocidades de deformación porque en este último caso el hidrógeno tiene más tiempo para degradar el metal. La acción del hidrógeno sobre el acero se manifiesta ya a potenciales catódicos de -1.2 V

A velocidades de deformación altas, el efecto del hidrógeno sobre el acero es despreciable incluso para una polarización catódica muy intensa a -1.4 V, pues los resultados se aproximan a los de ambiente inerte.

Puede afirmarse que la resistencia de los aceros perlíticos trefilados a la fragilización por hidrógeno (o fisuración asistida por hidrógeno) es mayor que la correspondiente a aceros martensíticos de la misma resistencia [32]. Esto se explica por varios factores: (i) microestructura de colonias y láminas muy compacta y pequeño espaciado interlaminar, con mínimas distancias entre ferrita (Fe) y cementita (Fe_3C); (ii) coeficiente de difusión de hidrógeno bajo; (iii) tensiones compresivas en la superficie del alambre (tras la deformación plástica inducida por el proceso de trefilado) que retardan la entrada de hidrógeno en el metal.

En los aceros de pretensado comerciales (trefilados) los *defectos superficiales* son importantes debido a su papel como concentradores de tensión que potencian la entrada de hidrógeno. Se han encontrado dos tipos, cf. Fig. 7 [33, 34]: (i) defectos ya presentes en el material base (alambrón inicial laminado) que evolucionan tras el trefilado; (ii) defectos creados por el proceso de trefilado alrededor de inclusiones no metálicas.

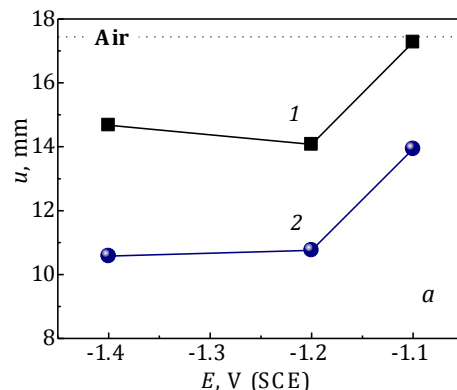


Fig. 5. Evolución con el potencial electroquímico (E) de la elongación máxima en el instante de fractura (u) de acero de pretensado en ensayos SSRT bajo polarización catódica a diferentes velocidades de deformación [32]: (1) $7.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$; (2) $7.5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Los resultados en aire se representan mediante una línea de puntos.

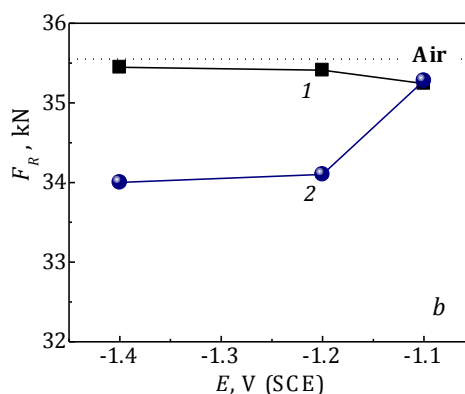


Fig. 6. Evolución con el potencial electroquímico (E) de la carga crítica en el propio instante de fractura (F_R) de acero de pretensado en ensayos SSRT bajo polarización catódica a diferentes velocidades de deformación [32]: (1) $7.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$; (2) $7.5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Los resultados en aire se representan mediante una línea de puntos.

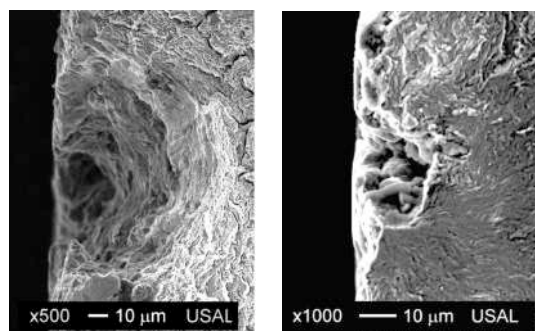


Fig. 7. Defectos superficiales en acero de pretensado comercial: hueco presente en el alambrón inicial que evoluciona tras el trefilado (*izquierda*); hueco creado tras el trefilado por una inclusión no metálica (*derecha*) [33, 34].

En cuanto al estudio fractográfico del daño debido al hidrógeno (*micro-daño asistido por hidrógeno*, MDAH) en acero de pretensado comercial, los MFM se presentan en las Figs. 8 y 9, con resultados similares a los de las Figs. 3 y 4 en cuanto a tres zonas concéntricas que aparecen en los ensayos en aire e hidrógeno (con embriones de fractura anisótropa en direcciones radiales), así como una zona TTS superficial indicativa del propio MDAH.

El análisis preciso (al nivel de la microescala) de las superficies de fractura tras los ensayos bajo polarización catódica revela evidencias de fractura frágil en el centro de la superficie de fractura, específicamente facetas aisladas de clivaje, con forma circular, que aparecen probablemente por efecto del hidrógeno (Fig. 10).

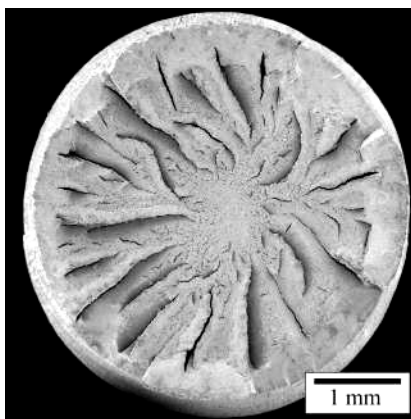


Fig. 8. Mapa de fractura microscópica (MFM) para un alambre de acero de pretensado comercial E7 (con siete pasos de trefilado) fracturado en ambiente inerte (aire), cf. Ref. [20].

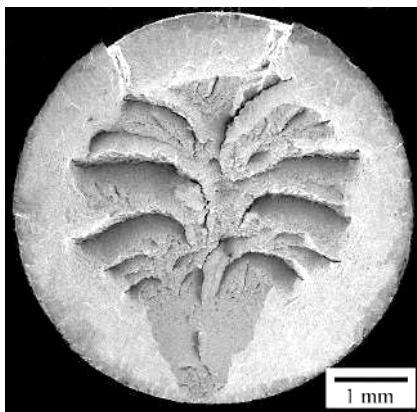


Fig. 9. Mapa de fractura microscópica (MFM) para un alambre de acero de pretensado comercial E7 (con siete pasos de trefilado) fracturado en ambiente de hidrógeno a un potencial electro-químico catódico: $E = -1200$ mV ECS, cf. Ref. [32].

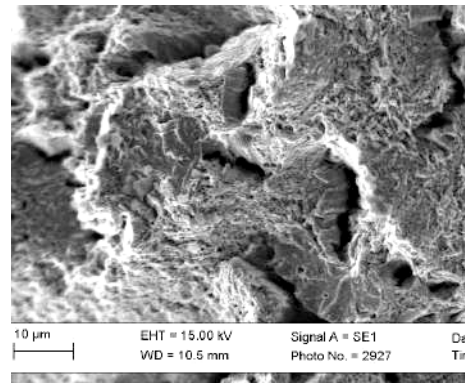


Fig. 10. Zona central de fractura tras los ensayos de fragilización por hidrógeno sobre acero de pretensado.

4. CONCLUSIONES

El acero perlítico trefilado (alambre de pretensado) es susceptible a la fisuración asistida por hidrógeno bajo potenciales catódicos de -1.1 V ECS e inferiores, pero el efecto fragilizador del hidrógeno se manifiesta sólo a bajas velocidades de deformación ($\sim 10^{-7}$ s $^{-1}$).

En contraste con los ensayos de tracción simple en aire, la fractura de los alambres de acero de pretensado en hidrógeno es causada por la acción simultánea de la nucleación de una fisura en el área central de la sección transversal y la aparición de micro-daño asistido por hidrógeno (zona TTS) en la periferia.

REFERENCIAS

- [1] M.F. Montemor, A.M.P. Simões and M.G.S. Ferreira: Chloride-induced corrosion on reinforcing steel: from the fundamentals to the monitoring techniques. *Cement & Concrete Composites* 25 (2003) 491–502.
- [2] N. Yüzer, F. Aköz and N Kabay: Prediction of time to crack initiation in reinforced concrete exposed to chloride. *Construction and Building Materials* 22 (2008) 1100–1107.
- [3] H. Nykyforchyn, O. Tsyruł'nyk, D. Petryna and M. Hredil: Degradation of steels used in gas main pipelines during their 40-year operation. *Strength of Materials* 41 (2009) 501–505.
- [4] M.I Hredil and J. Toribio: Corrosion resistance of prestressing steel wires. *Physicochemical Mechanics of Materials* 5 (2014) 39–43.
- [5] Y.M. Tang, Y.F. Miao, Y. Zuo, G.D. Zhang and C.L. Wang: Corrosion behavior of steel in simulated concrete pore solutions treated with calcium silicate hydrates. *Construction and Building Materials* 30 (2012) 252–256.

- [6] L. Li and A.A. Sagüés: Chloride corrosion threshold of reinforcing steel in alkaline solutions - cyclic polarization behavior. *Corrosion* 58 (2002) 305–316.
- [7] L. Vehovar, V. Kuhar and A. Vehovar: Hydrogen-assisted stress-corrosion of prestressing wires in a motorway viaduct. *Engineering Failure Analysis* 5 (1998) 21-27.
- [8] J. Toribio: Fractographic evidence of hydrogen transport by diffusion in pearlitic steels. *Journal of Materials Science Letters* 11 (1992) 1151-1153.
- [9] J. Toribio: Role of hydrostatic stress in hydrogen diffusion in pearlitic steel. *Journal of Materials Science* 28 (1993) 2289-2298.
- [10] J. Toribio: Hydrogen-plasticity interactions in pearlitic steel: a fractographic and numerical study. *Materials Science and Engineering A219* (1996) 180-191.
- [11] J. Toribio and A.M. Lancha: Effect of cold drawing on susceptibility to hydrogen embrittlement of prestressing steel. *Materials and Structures* 26 (1993) 30-37.
- [12] J. Toribio and A.M. Lancha: Anisotropic stress corrosion cracking behaviour of prestressing steel. *Materials and Corrosion* 49 (1998) 34-38.
- [13] J. Toribio and E. Ovejero: Micromechanics of hydrogen assisted cracking in progressively drawn steels. *Scripta Materialia* 40 (1999) 943-948.
- [14] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure-based modelling of hydrogen assisted cracking in pearlitic steels. *Materials Science and Engineering A319–321* (2001) 540–543.
- [15] J. Toribio, F.J. Ayaso and E. Ovejero: Evolution of hydrogen-assisted micro-damage in progressively drawn pearlitic steel. *Materials Letters* 58 (2004) 2541-2544.
- [16] J. Toribio and E. Ovejero: Hydrogen assisted cracking in progressively drawn pearlitic steel. *Corrosion Science* 49 (2007) 3539–3556.
- [17] B.W. Cherry and S.M. Price: Pitting, crevice and stress corrosion cracking studies of cold drawn eutectoid steels. *Corrosion Science* 20 (1980) 1163-1183.
- [18] F.J. Ayaso, A. Fernández-Viña and J. Toribio: Fractura anisótropa de alambres de acero de pretensado comercial sometidos a ensayos de corrosión bajo tensión. *Anales de Mecánica de la Fractura* 27 (2010) 467-472.
- [19] M.I Hredil, J. Toribio and H.M. Nykyforchyn: Analysis of the plasticity characteristics of progressively drawn pearlitic steel wires. *Physicochemical Mechanics of Materials* 4 (2015) 71-75.
- [20] J. Toribio, F.J. Ayaso, B. González, J.C. Matos, D. Vergara and M. Lorenzo: Tensile fracture behavior of progressively-drawn pearlitic steels. *Metals* 6 (2016) paper 114.
- [21] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Materials Science and Engineering A234-236* (1997) 579-582.
- [22] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Journal of Materials Science Letters* 17 (1998) 1037-1040.
- [23] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel. *Scripta Materialia* 39 (1998) 323-328.
- [24] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of cold drawing on microstructure and corrosion performance of high-strength steel. *Mechanics of Time-Dependent Materials* 1 (1998) 307-319.
- [25] A.W. Thompson and J.C. Chesnutt: Identification of a fracture mode: the tearing topography surface. *Metallurgical Transactions* 10A (1979) 1193-1196.
- [26] J.E. Costa and A.W. Thompson: Hydrogen cracking in nominally pearlitic 1045 steel. *Metallurgical Transactions* 13A (1982) 1315-1318.
- [27] J. Toribio, A.M. Lancha and M. Elices: Characteristics of the new tearing topography surface. *Scripta Metallurgica et Materialia* 25 (1991) 2239-2244.
- [28] J. Toribio, A.M. Lancha and M. Elices: The tearing topography surface as the zone associated with hydrogen embrittlement processes in pearlitic steel. *Metallurgical Transactions* 23A (1992) 1573-1584.
- [29] J. Toribio and E. Vasseur: Hydrogen-assisted micro-damage evolution in pearlitic steel. *Journal of Materials Science Letters* 16 (1997) 1345-1348.
- [30] J. Toribio: Fracture Mechanics Approach to Hydrogen-assisted microdamage in eutectoid steel. *Metallurgical and Materials Transactions* 28A (1997) 191-197.
- [31] J. Toribio: Time-dependent triaxiality effects on hydrogen-assisted micro-damage evolution in pearlitic steel. *ISIJ International* 52 (2012) 228-233.
- [32] M.I Hredil and J. Toribio: Susceptibility of prestressing steel wires to hydrogen assisted cracking in alkali medium simulating concrete pore solution. *Physicochemical Mechanics of Materials* 5 (2016) 61-65.
- [33] J. Toribio, J.C. Matos and B. González: Role of surface defects in the initiation of fatigue cracks in pearlitic steel. *Proceedings of the 13th International Conference on Fracture (ICF 13)*, Beijing, China, June 16–21 (2013) 1-10.
- [34] J. Toribio, B. González and J.C. Matos: Initiation and propagation of fatigue cracks in cold drawn pearlitic steel wires. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 92 (2017) 410-419.

ANÁLISIS Y CLASIFICACIÓN DE INCLUSIONES PRESENTES EN ACERO PERLÍTICO

Rocío Rodríguez, Javier Ayaso, Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: rociorg@usal.es

RESUMEN

El presente trabajo se centra en el análisis de inclusiones presentes en acero perlítico progresivamente trefilado, para lo cual se han estudiado alambres procedentes de los distintos estadios de la cadena de fabricación de alambres de acero de pretensado comercial mediante trefilado progresivo (multi-paso) de un acero perlítico laminado en caliente (alambrón). Las muestras se han examinado utilizando técnicas metalográficas mediante pulido y microscopía electrónica de barrido (MEB) con el fin de identificar y clasificar las inclusiones representativas de este tipo de aceros.

PALABRAS CLAVE: Alambres de acero de pretensado comercial, acero perlítico trefilado, inclusiones, clasificación.

ABSTRACT

The present paper is focused on the analysis of inclusions appearing in progressively cold drawn pearlitic steel. To this end, wires taken from different stages of a real manufacturing chain to produce commercial prestressing steel wires by progressive (multi-step) cold drawing of a hot rolled pearlitic steel (base material). Samples were examined by using metallographic techniques by polishing and scanning electron microscopy (SEM) to identify and classify the representative inclusions in this kind of steels.

KEYWORDS: Cold drawn pearlitic steel, inclusions, classification.

1. INTRODUCCIÓN

Las inclusiones presentes en aceros se han estudiado con profusión [1-3], analizando en particular su composición, tamaño y morfología. En aceros perlíticos [4] se han observado multitud de inclusiones entre las cuales destacan, por su composición, óxidos, silicatos, sulfuros de manganeso, carburos y también, en menor proporción, nitruros. En la referencia [5] se analiza cómo afectan las inclusiones al comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados. También se ha estudiado la evolución de las propias inclusiones durante el propio proceso de trefilado [6].

Algunos investigadores han estudiado la influencia de las inclusiones en la iniciación de fisuras generadas por fatiga en aceros perlíticos [7], analizando la morfología y distribución de dichas inclusiones. En numerosos estudios [8,9] para la cuantificación de la morfología y su posterior clasificación se ha utilizado técnicas de espectroscopía de energía dispersiva.

La tendencia actual de las investigaciones acerca de dichas microestructuras se centra en la respuesta, a nivel tensional y morfológico de las mismas en los distintos procesos de conformación del acero [10, 11].

En el presente artículo se han estudiado las distintas composiciones y morfologías de inclusiones presentes en acero perlítico progresivamente trefilado destinado a la fabricación comercial de alambres de acero de pretensado, con el fin de llevar a cabo una clasificación sistemática de las mismas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el estudio se han empleado alambres de acero perlítico progresivamente trefilado de dos familias (denominadas C y E en el presente artículo) procedentes de dos cadenas reales de fabricación (mediante trefilado progresivo o multi-paso) en siete hileras.

Las muestras obtenidas pertenecen a todos los alambres de los distintos pasos del proceso de trefilado. Para la obtenerlas se han realizado cortes longitudinales entodos los alambres tal y como se indica en la siguiente figura (Figura 1a).

Las mitades obtenidas de los cortes longitudinales realizados han sido preparadas rigurosamente para lograr así la correcta observación metalográfica en el microscopio electrónico de barrido (MEB). Para poder realizar las micrografías del estudio, dichas secciones se han embutido en una resina de tipo fenólica, endurecida térmicamente mediante un montaje de compresión en caliente, tal como muestra la Figura 1b.

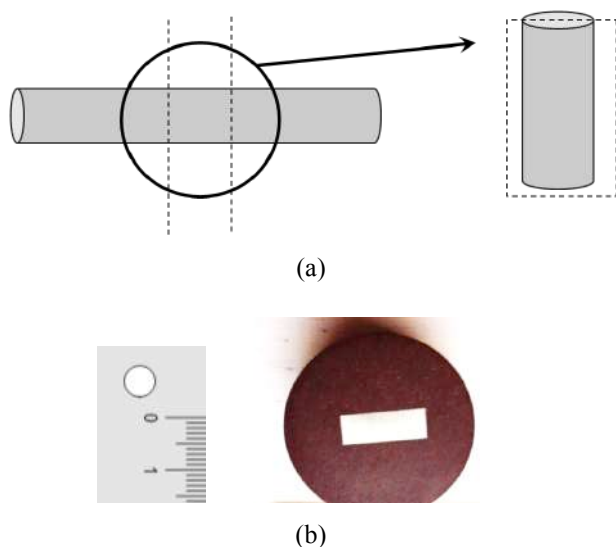


Figura 1. Preparación de las muestras de acero perlitico: (a) corte longitudinal, (b) embutición en resina fenólica.

El siguiente paso es la realización de la preparación mecánica, esmerilado y pulido de las muestras. Este paso tiene como objetivo conseguir una superficie especular sobre la cual se pueda realizar un ataque químico que revele la microestructura de dicho acero.

Con el esmerilado, que es el primer paso del proceso, se consigue una superficie lo más plana posible. Para ello se han utilizado velocidades de giro de 300 rpm, con agua como lubricante, aplicando fuerzas de 30 N durante 30 segundos.

Para la fase de pulido, se han utilizado tres paños distintos de 9, 3 y 1 μm de polvo de diamante y aplicando fuerzas de 30, 30 y 20 N respectivamente. En todos ellos la velocidad ha sido de 150 rpm y el tiempo ha dependido de los resultados obtenidos en cada una.

Tras la preparación mecánica de las muestras, se ha procedido a realizar el ataque químico con ácido nítrico (HNO_3) al 3% de disolución.

3. RESULTADOS

Una vez obtenidas las muestras se ha procedido al análisis de las mismas en el MEB. En él se han visualizado multitud de inclusiones de las cuales se han realizado micrografías a diversos aumentos para su posterior estudio.

Las inclusiones examinadas en los aceros objeto de estudio fueron analizadas mediante una unidad de análisis de energía de dispersión de rayos X (EDX) acoplada al MEB. El análisis del MEB no determina con exactitud la composición estequiométrica del compuesto que forman las inclusiones, pero sin embargo identifica los elementos que la forman y proporciona una información aproximada del porcentaje de cada elemento que compone la inclusión analizada.

Entre estas inclusiones se han encontrado partículas de segunda fase o endógenas como MnS (apariencia mate, con formas irregulares), SiO_2 (óxidos) y Al_2O_3 (apariencia brillante y con formas más regulares). El análisis mediante el MEB detectó fundamentalmente estos tres tipos de partículas, aunque también se encontraron otras en menor proporción utilizadas para la formación de nuevas fases durante la solidificación del acero, a modo de agentes nucleantes. Principalmente los compuestos encontrados fueron: Ti_2O_3 , silicatos de Mn (MnOSiO_2 , MnSiO_3), silicatos de aluminio (SiO_2 , AlO_3), TiN , V y Ca. Los agentes nucleantes actúan solidificando a una temperatura generalmente inferior a los 1.000°C , por lo que en el estado austenítico se encuentran en forma de pequeños sólidos.

Durante la transformación eutectoide (austenita-perlita) ciertos elementos son capaces de actuar como agentes nucleantes. Se produce entonces una nucleación heterogénea, que da lugar a un mecanismo de formación de colonias de perlita a partir de dichos agentes. Estos actúan a modo de catalizadores que aceleran la reacción de transformación perlítica, pudiendo ser los responsables de la creación de la colonia de perlita colindante.

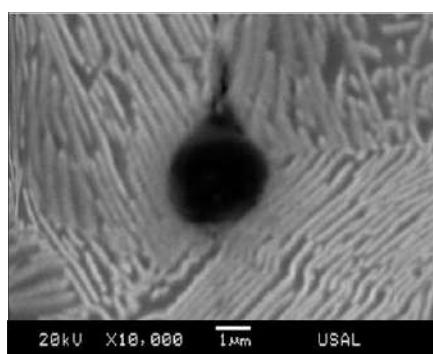
En los aceros estudiados las inclusiones encontradas se dividen en tres grupos a partir de su composición: el primer grupo son los sulfuros; el segundo está compuesto por los óxidos y el último por nitruros y carburos. Las inclusiones formadas por sulfuros soportan mucha deformación plástica, y se presentan normalmente como compuestos de sulfuros de manganeso.

Los óxidos que se presentan como inclusiones, al contrario que los sulfuros, no admiten deformación plástica, siendo éstos de naturaleza frágil y de gran dureza. Los nitruros y carburos se presentan en forma de compuestos muy complejos, y las características mecánicas suelen ser intermedias entre los óxidos y los sulfuros analizados anteriormente.

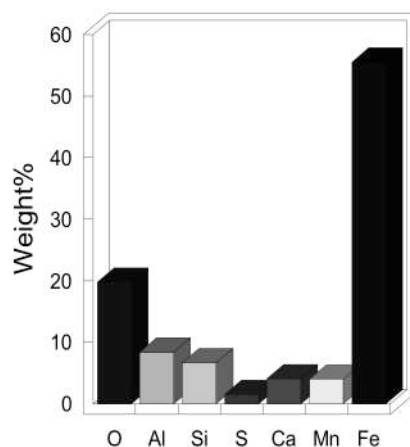
En las micrografías pertenecientes al acero de la familia E se observa una gran cantidad de inclusiones que no sólo superan en número a las del acero C, sino también en tamaño. Que existan diferencias entre la composición de las inclusiones en los dos aceros, es lógico puesto que ambos proceden de distintas coladas.

Dentro de los aceros objeto de estudio en ambas familias, se ha realizado el análisis de la composición de algunas de las inclusiones presentes, representándose los resultados más significativos en las Figuras 2, 3 y 4.

Cabe destacar la gran cantidad de óxidos de Fe analizados, los cuales están compuestos por multitud de elementos como el Al, Si, Ca, Mn y S, en porcentajes inferiores al 10%, Figura 2.



(a)

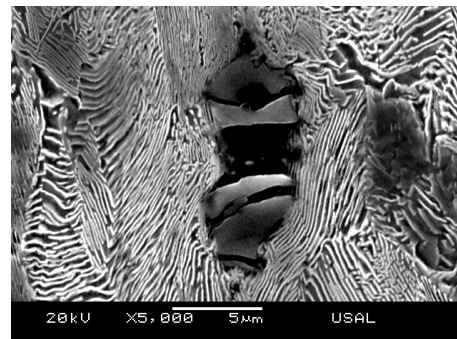


(b)

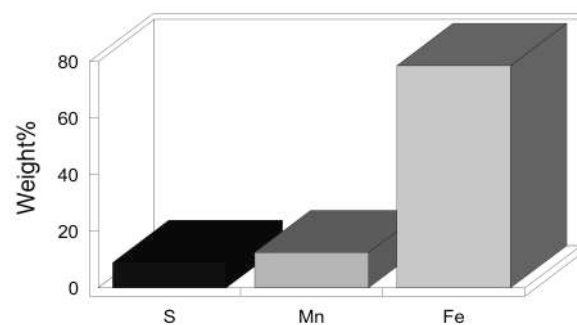
Figura 2. Inclusiones: (a) micrografía perteneciente al acero E1 correspondiente al primer paso de trefilado; (b) composición química: óxido complejo de Fe.

Como se ha comentado, entre las inclusiones analizadas también se encuentran, mayoritariamente, sulfuros de manganeso. Estos muestran a lo largo de los distintos pasos del proceso de trefilado una mayor elongación a favor de la dirección del proceso de trefilado, Figura 3.

Los sulfuros de manganeso son capaces de admitir una mayor deformación plástica que las inclusiones compuestas por óxidos; sin embargo, en muchas ocasiones llegan a la fractura y es posible distinguir las partes en las cuales se ha fragmentado la inclusión embebidas por la matriz perlítica. [4].



(a)



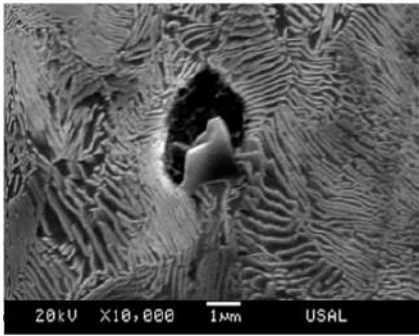
(b)

Figura 3. Inclusiones: (a) micrografía perteneciente al acero E1 correspondiente al primer paso de trefilado; (b) composición química: sulfuro de manganeso.

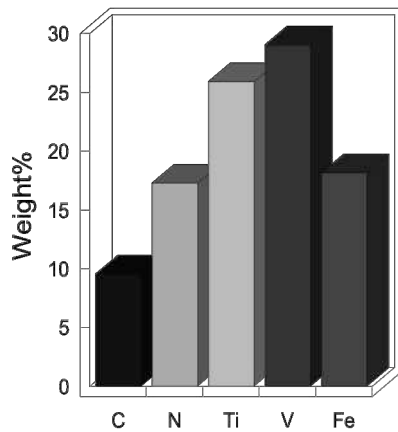
Cabe señalar que en el estudio realizado se han analizado un tipo particular de inclusiones no recogidas en la bibliografía científica hasta el momento. Estas están formadas *simultáneamente* por los dos tipos principales de constituyentes comentados anteriormente: *óxidos* y *sulfuros de manganeso*.

A estas inclusiones se les ha denominado de *tipo mezcla*, Figura 5, y en ellas se puede diferenciar una parte interior formada por un óxido complejo y una parte exterior que envuelve a esta primera compuesta fundamentalmente por sulfuros de manganeso.

Su hallazgo en ambas familias de acero ha sido muy inferior a las anteriormente expuestas Sin embargo, el comportamiento mecánico que estas inclusiones muestran es semejante a las inclusiones de *tipo blando*, dado que los límites con la matriz circundante son con dicho tipo de inclusiones.



(a)



(b)

Figura 4. Inclusiones: (a) micrografía perteneciente al acero E1 correspondiente al primer paso de trefilado; (b) composición química: carburos y nitruros de Ti, V, Fe.

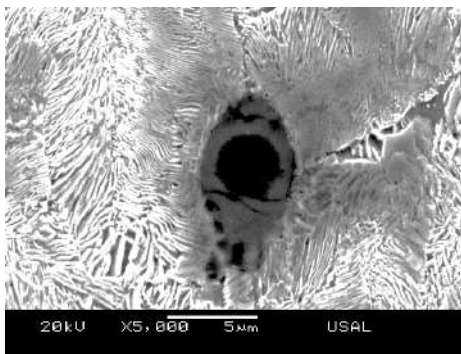


Figura 5. Inclusiones de tipo mezcla, en el alambión inicial perteneciente a la familia de acero C.

Las inclusiones se han clasificado según su composición química y la respuesta a la deformación durante el proceso de trefilado. La respuesta mecánica de las inclusiones es en relación con la matriz perlítica circundante, clasificándose de esta forma en: inclusiones de *tipo duro*, óxidos complejos, de *tipo blando*, sulfuros de manganeso, y de *tipo mezcla*.

Dicha clasificación (inclusiones de *tipo duro*, de *tipo blando* y de *tipo mezcla*) responde a su comportamiento mecánico durante el proceso de trefilado en el cual se orientan las láminas de ferrita y cementita que conforman las colonias [12].

La reorganización microestructural del proceso de trefilado produce en las inclusiones de tipo blando grandes deformaciones a favor de la dirección del proceso de trefilado, pudiendo llegar a aumentar un orden de magnitud su esbeltez.

En las inclusiones de tipo duro no se ha observado variación de su morfología y de su tamaño. Sin embargo, se han podido observar micro-grietas alrededor de estas en los alambres pertenecientes a los últimos pasos del proceso de trefilado, Figura 6 [5].

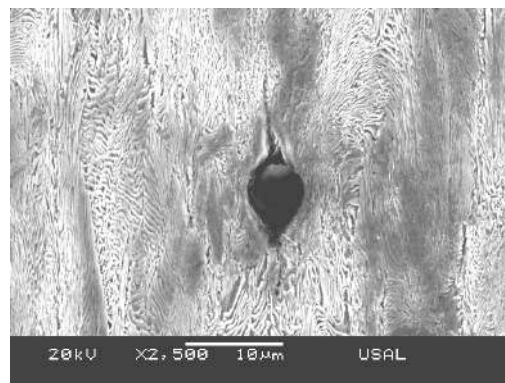


Figura 6. Inclusión de óxido complejo en el alambre final E7 (7 pasos de trefilado) de la familia de acero E.

Para cuantificar el porcentaje presente de estos distintos tipos de inclusiones en el acero, se han realizado mediciones de una muestra compuesta por 840 de ellos pertenecientes a ambas familias de acero, extrayendo los siguientes resultados, Figura 7.

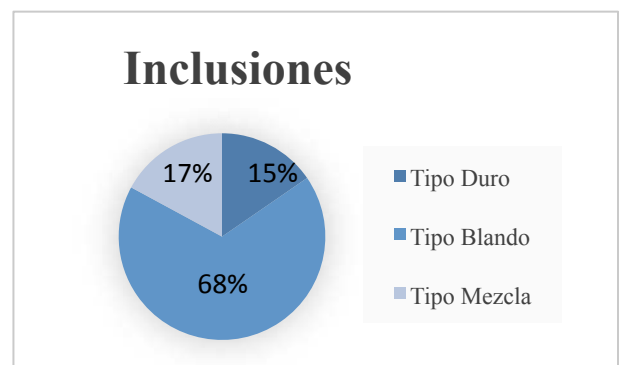


Figura 7. Gráfico de resultados cuantitativos de la proporción de los distintos tipos de inclusiones presentes en los aceros, C y E.

4. DISCUSIÓN

Las sustancias aleantes se adicionan a la colada origen, compuesta por hierro y carbono, con objeto de modificar las propiedades mecánicas del acero. Los elementos de dichas sustancias, además de las impurezas, pueden generar inclusiones.

En este tipo de acero perlítico la mayor adición de sustancias aleantes se produce para fomentar la potencia de nucleación de perlita. Algunos estudios tratan de analizar por medio de métodos isotérmicos la influencia de las inclusiones sobre la nucleación de la ferrita intergranular en aceros hipoeutectoides [13].

La nucleación de las inclusiones no metálicas de ferrita en aceros es diferente dependiendo de la composición química. Experimentalmente, se observó que no son potenciadores de la ferrita intergranular los siguientes compuestos: SiO₂, MnO-SiO₂, Al₂O₃, TiN y MnS. Por el contrario, las inclusiones de composiciones químicas como MnS y Al₂O₃, contaminadas con V y N, son potenciadoras de la nucleación de la ferrita intergranular [14].

Las inclusiones analizadas químicamente en los alambres de acero perlítico pertenecen por tanto al grupo de las *inclusiones endógenas o de segunda fase*, las cuales tienen su origen en sustancias aleantes adicionadas para potenciar la nucleación de la perlita.

El tamaño crítico para la creación de las grietas ha sido muy estudiado [15] pero generalmente no se puede concluir en un tamaño exacto, pues depende del tipo de acero y de las características de la inclusión.

El tamaño crítico de la inclusión ha sido cuantificado para aceros de herramienta [16], aceros AISI 4140 [17], ADF1 [18] (acero producido por Dalian Iron y el grupo CO basado en la composición química del acero comercial 42CrMo disminuyendo el contenido de O, N, P, S y H, y aumentando el contenido de V y Ti) y para aceros utilizados como resortes mecánicos [19,20].

En cuanto a su tamaño, las mediciones de las inclusiones estudiadas en el acero perlítico de ambas familias arrojan una distribución de tamaños entre 1-10 µm.

La mayoría de las inclusiones analizadas en este estudio están formadas principalmente por óxidos y sulfuros. La variación de los elementos en los compuestos regulará las características y el comportamiento mecánico de la inclusión [16,17,18].

La distribución de las inclusiones es un parámetro de vital importancia para comprender el comportamiento de los aceros. Algunos de los estudios científicos se centran en la distribución espacial y la forma de las inclusiones mediante modelización matemática, por el método denominado control de forma [17].

Aplicando la simulación numérica mediante el método de elementos finitos (MEF), se ha modelizado el comportamiento de los distintos tipos de inclusiones presentes en el acero perlítico a lo largo del proceso de trefilado, obteniéndose resultados similares, en cuanto a cambios morfológicos se refiere, que los analizados en el presente estudio metalográfico [6].

5. CONCLUSIONES

Las inclusiones presentes en el acero perlítico procedente de dos familias, C y E muestran como composiciones químicas principales; óxidos de hierro complejos, sulfuros de manganeso, carburos y nitruros.

La clasificación de las inclusiones se ha realizado basándose en el comportamiento frente a la matriz perlítica circundante durante el proceso de trefilado. Siendo dicha clasificación la siguiente; inclusiones de *tipo blando*, inclusiones de *tipo duro* e inclusiones de *tipo mezcla*. La composición química de las inclusiones de *tipo duro* es de forma general, óxidos de hierro complejos. La composición química principal de las inclusiones de *tipo blando* es sulfuros de manganeso. En cuanto a las inclusiones de *tipo mezcla* se refiere, están formadas por ambos tipos de inclusión, siendo una inclusión de tipo duro rodeada por otra de tipo blando.

En cuanto a los porcentajes de distribuciones de las inclusiones analizadas se puede concluir que han sido similares en ambas familias de acero (C y E), mostrándose una mayor proporción de inclusiones de *tipo blando*.

La influencia de las inclusiones dentro de la microestructura del acero perlítico puede ser clave para comprender la respuesta mecánica del material frente a la fractura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento (por la financiación aportada) a las siguientes instituciones: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como a la Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

También desean agradecer a Juan Monar el suministro de acero perlítico trefilado progresivamente trefilado procedente de la empresa TREFILERÍAS QUIJANO, sita en Los Corrales de Buelna (Santander, Cantabria).

REFERENCIAS

- [1] Yan, J., Li, T., Shang, Z. Guo, H. “Three-dimensional characterization of MnS inclusions in steel during rolling process”, *Materials Characterization* **158**, Article 109944, 2019.
- [2] Atkinson, H. V., Shi, G. “Characterization of inclusions in clean steels: a review including the statistics of extremes methods”, *Progress in Materials Science* **48**, pp. 457-520, 2003.
- [3] Luo, C., Stahlberg, U. “Deformation of inclusions during hot rolling”, *Journal of Materials Processing Technology* **114**, pp. 87-97, 2001.
- [4] Rodríguez, R. “Análisis del micro-daño y de la presencia de inclusiones en aceros progresivamente trefilados”. *Grado de Salamanca*, Universidad de Salamanca, 2008.
- [5] Ayaso, F.J., González, B., Toribio, J. “Influencia de las inclusiones sobre el comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados”, *Anales de Mecánica de la Fractura* **24**, pp. 99-104, 2007.
- [6] Rodríguez, R., Lorenzo, M., Ayaso, F.J., Toribio, J. “Evolución de las inclusiones durante el proceso de trefilado en aceros perlíticos”, *Anales de Mecánica de la Fractura* **27**, pp. 717-722, 2010.
- [7] Liu, C.D., Bassim, M.N., Lawrence, S., “Evaluation of fatigue-crack initiation at inclusions in fully pearlitic steels”, *Materials Science and Engineering A* **167**, pp. 107-113, 1993.
- [8] Kang, Y. B., Kim, H.S., Zhang, J., Lee., H.E. “Practical application of thermodynamics to inclusions engineering in Steel”. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **66**, pp. 219-225, 2005.
- [9] Mainy, D. “Morphological and analytical characterization of inclusions: relation with processing parameters and properties of use”. *Materials Characterization* **36**, pp. 321-326, 2003.
- [10] Yu, H., Bi, H., Liu, X., Chen, L., Dong, N. “Behavior of inclusions with weak adhesion to strip matrix during rolling using FEM”, *Journal of Materials Processing Technology* **209**, pp. 4274-4280, 2009.
- [11] Correa, P.A., González, D.F. Souza, R.M., Machado, I.F., Sinatora, A. “Estudio de la maquinabilidad de aceros medio-carbono por medio del método de los elementos finitos”, *8º Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica*, Cuzco, Perú, pp. 824-830, 2007.
- [12] Toribio, J., Ovejero, E. “Microstructure evolution in a perlitic steel subjected to progressive plastic deformation”. *Materials Science and Engineering* **234-236**, pp. 579-582, 1997.
- [13] Pan, T., Yang, Z.G., Zhang, G., Bai, B.Z., Fang, H.S. “Kinetics and mechanisms of intragranular ferrite nucleation on non-metallic inclusions in low carbon steels”. *Materials Science and Engineering A* **438-440**, pp. 1128-1132, 2006.
- [14] Shim, J.H., Oh, Y.J., Suh, J.Y., Cho, Y.W., Shim, J.D., Byum, J.S., Lee, D.N. “Ferrite nucleation potency of non-metallic inclusion in medium carbon steels”. *Acta Materialia*, **49**, pp. 2115-2122, 2001.
- [15] Zhang, J.M., Zhang, J.F., Yang, Z.G., Li, G.Y., Yao, G., Lia, S.X., Hui, W.J. Weng, W.J. “On the critical inclusion size of high strength steels under ultra-high cycle fatigue”. *Materials Science and Engineering A* **427**, pp. 167-174, 2006.
- [16] Meurling, F., Melander, A., Tidesten, M., Westin, L. “Influence of carbide and inclusion contents on the fatigue properties of high speed steels and tool steels”. *International Journal of Fatigue* **23**, pp. 215-224, 2001.
- [17] Collins, S.R., Michal, G.M. “Inclusion engineering for improved fatigue response in forged AISI 4140 steel”. *Conf. High Performance Structural Steels*, Cleveland, OH, USA, pp. 269-280, 1995.
- [18] Zhang, J.M., Zhang, J.F., Yang, Z.G., Li, G.Y., Yao, G., Lia, S.X., Hui, W.J. Weng, W.J. “Estimation of maximum inclusion size and fatigue strength in high-strength ADF1 steel”. *Materials Science and Engineering A* **394**, pp. 126-131, 2005.
- [19] Zhang, J.M., Li, X.S., Yang, Z.G., Li, G.Y., Hui, W.J., Weng, Y.Q. “Influence of inclusion size on fatigue behavior of high strength steels in the gigacycle fatigue regime”. *International Journal of Fatigue* **29**, pp.765-77, 2006.
- [20] Chapetti, M. D., Tagawa, T., Miyata, T. “Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels part II: estimation of fatigue limit for failure from internal inclusions”. *Materials Science and Engineering A* **356**, pp. 236-244, 2003.

08 - FRACTURA DE MATERIALES FUNCIONALES Y DE FABRICACIÓN ADITIVA

Microstructural and Micromechanical Characterization of Ti-6Al-4V Samples Produced by Laser Cladding

J.J. Roa^a, J. Leunda^b, A. Mateo^{a*}

^aCIEFMA, Departament de Ciència i Enginyeria dels Materials,
Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona 08019, Spain

^bTEKNIKER, Advanced Manufacturing Technologies Unit,
Eibar 20600, Gipuzkoa, Spain

* Persona de contacto: antonio.manuel.mateo@upc.edu

RESUMEN

La fabricación aditiva de metales es una tecnología innovadora que concentra mucho interés. En el caso particular de las aleaciones de titanio, esta tecnología ya se emplea para producir componentes, principalmente para la industria aeronáutica, logrando importantes reducciones de peso y también ventajas económicas. El presente trabajo trata de la caracterización microestructural y micromecánica de muestras de Ti-6Al-4V de pequeño tamaño, fabricadas por deposición directa de energía. Concretamente, la tecnología empleada para producir estas muestras fue el láser cladding, con polvo como materia prima. El objetivo principal de esta investigación es analizar la influencia de varios parámetros de manufactura, tales como la potencia del láser y la velocidad de deposición, en el aspecto geométrico y en las características microestructurales de las diferentes muestras producidas. Además, se han realizado ensayos de nanoindentación y de microdureza para obtener la respuesta nano y micromecánica de las muestras en términos de dureza.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva; láser cladding; aleaciones de titanio; nanoindentación

ABSTRACT

Additive manufacturing of metals is an innovative technology that stimulates much interest. In the particular case of titanium alloys, this technology is nowadays used to produce components, mainly for the aeronautic industry, achieving important weight and cost reduction. This paper deals with the microstructural and micromechanical characterization of small size samples of Ti-6Al-4V manufactured by direct energy deposition. Specifically, the technology employed to produce those samples was laser cladding, with powder as a raw material. The main aim behind this research is to analyze the influence of several manufacturing parameters, such as the laser power and the deposition speed, on the geometrical aspect and the microstructural characteristics of the different samples produced. Also, nano-indentation and micro-hardness tests have been performed to extract the nano- and the micromechanical response in terms of hardness of the samples.

KEYWORDS: additive manufacturing; laser cladding; titanium alloys; nanoindentation

1. INTRODUCTION

The term Additive Manufacturing (AM) refers to fabrication methods in which only the required material is added to produce a piece, in comparison with the traditional techniques where the excess of material is removed. AM consists of the three-dimensional (3D)

elaboration of an object from a CAD model, gradually, by means of the superposition of layers. Born more than 30 years ago, AM was initially reserved only to polymers, because they are easy to melt and handle. Today, this technique extends to metals, ceramics and even to compounds. Moreover, before AM was used to make prototypes, but recent advances in this field allow

now the printing of real parts, ready for use in the industry. Those parts can be found in many sectors, such as biomedicine, aeronautics, automobiles, etc. [1].

Compared to the other traditional methods of component development, AM has many advantages: it allows a significant reduction in the time of production, and of the costs too; only the amount of needed material is used, so less material is lost and, therefore, less waste; fewer tools are needed, since the AM machine does it almost everything. Additionally, as before printing all the settings of parameters and dimensions are done in a program, it is easy to change them at any time. This flexibility without loss of precision is a great advantage [2].

In the case of metal parts, AM technologies can be classified into two main groups: Powder Bed Fusion (PBF) and Direct Energy Deposition processes (DED). The first one includes SLM (Selective Laser Melting) and allows obtaining almost final part qualities and generating complex geometries. Conversely, deposition rates are low (20 to 100 g/h) and maximum component volumes are limited to the tank size which are currently up to 800 x 400 x 500 mm³. On the contrary, with DED processes such as Laser Metal Deposition (LMD) or Electron Beam Additive Manufacturing (EBAM), worse surface qualities are obtained, the constructed geometries are simpler and subsequently, in practically all cases, they have to be machined. However, there is no limitation on the maximum size of the component and deposition rates are one to two orders of magnitude higher, up to 20 kg/h [3].

The present publication deals with AM of titanium alloys by DED, and specifically by LMpD (Laser Metal Powder Deposition). This technology has got significant use in the aerospace industry, where metal AM has been yet adopted for the manufacture of different components allowing important cost savings. Conventional routes for manufacturing titanium components typically involve extensive subtractive machining to remove 80–90% of the forged billets up to achieve the final part dimensions, contributing up to 60% of the manufacturing cost [4]. Another important advantage is the suitability of AM for the production of parts with optimized designs; for example, for bracket connectors, AM provides a weight reduction greater than 30% [5].

To fully exploit all the capabilities of AM technologies, the structural integrity of titanium parts fabricated by AM must be fully characterized and its relationship with the manufacturing parameters well understood. These process parameters influence the microstructure, and thus the mechanical properties of the component. The main limitation of titanium components produced by AM is that, although properties such as the yield and ultimate tensile strength are similar to those of wrought material, fatigue strength and ductility are often inferior to forged material and more similar to those of casting

products [6]. Therefore, applications for titanium components built using AM are generally well suited for replacing cast components, rather than critical structural components.

In this context, the present research aims to explore the connections between LMpD process parameters and the geometrical characteristics, microstructure and mechanical properties at different length scales of Ti-6Al-4V (Ti-64) samples produced.

2. MATERIALS AND EXPERIMENTAL TECHNIQUES

2.1. Material and manufacturing

The nine samples shown in figure 1 were made by IK4-Tekniker technology center in a laser cladding cell by using a 2.2 kW Nd:YAG continuous-wave laser, coupled to a fiber with a diameter of 600 μm . The fiber delivers the laser beam to a coaxial head that focuses the energy in the surface of the substrate. Powder was fed through a three-beam nozzle into the focal point, using argon as the carrier gas. The laser head together with the nozzle was fixed to a 6-axis robot programmed to produce the deposition trajectories.

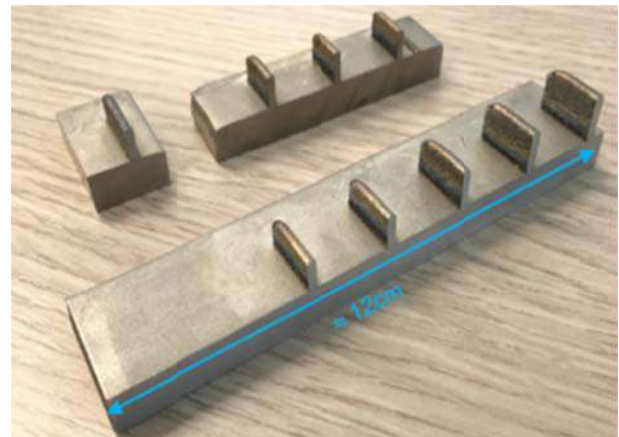


Figure 1. Photography of the nine Ti-64 samples.

Gas atomized Ti-64 powder, with a particle size of 45–90 μm , was used as the deposited alloy, whereas the substrate was a plate of pure titanium with a thickness of 10 mm. Thin wall samples were built by depositing twenty individual tracks on top of each other, as can be appreciated in figure 2.

Two process parameters were changed in order to assess their influence, i.e., laser power and scanning speed (also designated as nozzle rate), while all the other manufacturing parameters were kept constant, as follows: powder feed-rate was set to 10 g/min, the laser spot diameter on the workpiece was of 2.7 mm, helium was used as coaxial shielding gas instead of argon, for a better protection against oxidation, fixing the flow rate

at 73 l/min. Finally, the z-axis displacement between subsequent tracks was set at 0.4 mm. All the tracks were deposited in the same direction, from left to right. Table 1 summarizes the values of the parameters selected for each sample. For samples 1 to 4, laser power changed from 700 up to 1000 W, while scanning speed was retained in 960 mm/min. In the case of samples 5 to 9, a power of 900 W was maintained and the scanning speed went from 600 to 1200 mm/min.

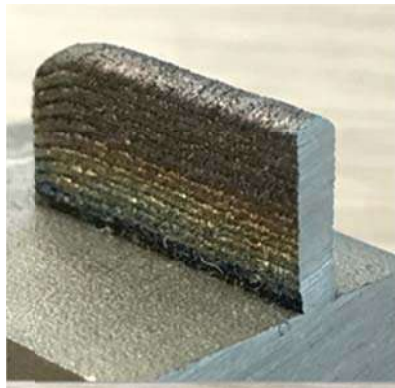


Figure 2. Photography of one of the samples.

Table 1. Manufacturing parameters for the different samples.

Sample	Laser Power (W)	Scanning Speed (mm/min)
1	700	960
2	800	960
3	900	960
4	1000	960
5	900	600
6	900	720
7	900	840
8	900	1080
9	900	1200

2.2. Experimental characterization

For the microstructural characterization, each sample was cut transversally to the deposition direction with a diamond disc, following the three steps shown in figure 3, until having slices of a few millimeters of thickness.

After cutting, each slice was baked into a conductive phenolic cure and then ground and polished according to standard metallographic preparation for titanium alloys [7]. Then, they were etched with Kroll's reagent to reveal the microstructure. A light optical microscope with confocal laser scanning microscope (CLSM) Olympus Lext and a Scanning Electron Microscope

(SEM) PhenomXL were used for the microstructural characterization. EBSD (Electron Backscatter Diffraction) analyses were carried out on a JEOL 7001F FESEM (Field Emission SEM) to obtain phase maps and then discern the proportions of α and β phases, and also to visualize the local crystallographic orientations.

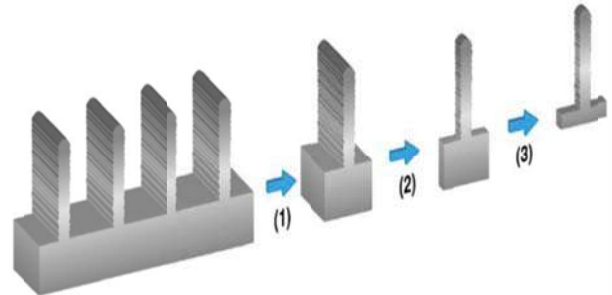


Figure 3. Schema showing the three different cutting steps.

Concerning mechanical properties, micro-hardness profiles were measured with 300 grams of load, i.e. HV0.3, with an EMCO-TEST DuraScan equipment. As indicated in figure 4, three indentations were performed for each deposited layer, with the appropriate separation between them, which gives a total of sixty indentations per sample. The average values and their corresponding standard deviations were calculated.

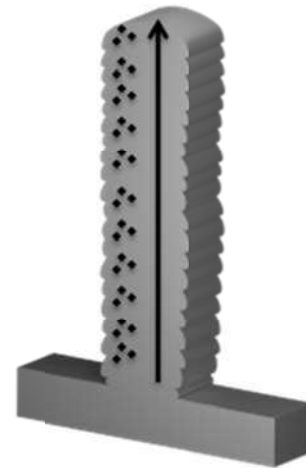


Figure 4. Schema of the microhardness profiles.

Moreover, nanoindentations were performed with a Berkovich tip indenter and a maximum displacement into surface (h_{max}) of 2 μm at a constant strain rate of 0.05 s^{-1} . A XP-MTS nanoindenter equipped with continuous stiffness measurements (CSM) modulus was used to do arrays of 25 indentations. The distance was held constant and equal to 50 μm , in order to avoid any overlapping effect. From the recorded P-h curves, i.e., applied load (P) vs. displacement (h) into surface, hardness was obtained using the well-known Oliver and Pharr equations [8].

3. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 5 shows a whole section one of the samples, before and after etching. Before etching (Figure 5a), the 20 deposited layers are clearly discerned. However, after etching (Figure 5b) 17 layer bands or parallel bands are distinguished. This type of bands has been observed in samples from different DED processes by several authors [9,10], who explained that they are developed due to the creation of new heat-affected zones because when a layer is deposited onto the previous one, the heat transmitted affects not only the previous layer but several layers below, usually up to the fourth. At the depth where the β -transus temperature is reached, the layer band is formed.

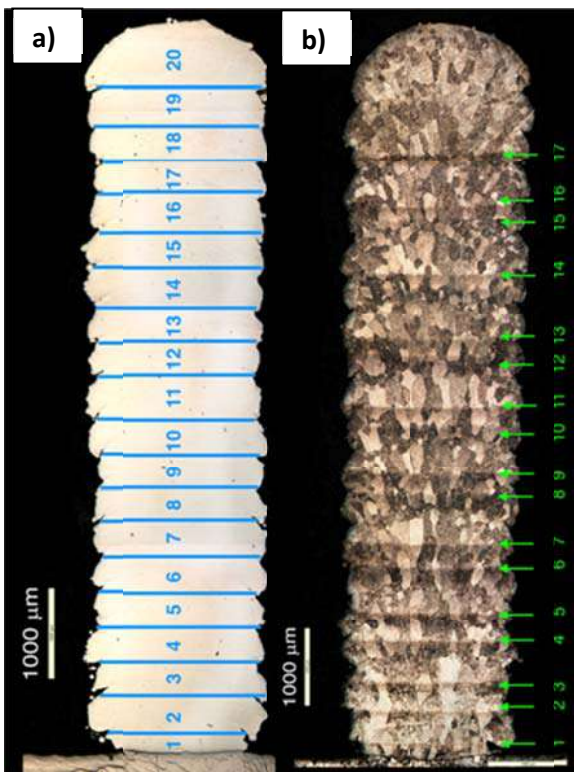


Figure 5. Macroscopic overview of one of the samples (n° 7) showing: a) 20 deposited layers; b) 17 layer bands.

Table 2 gives the geometrical characteristics, i.e., height, width and aspect ratio (height/width), of the nine walls produced. For some samples, the width is not constant throughout its entire height, being smaller in the bottom part. Therefore, the value of width indicated in table 2 is the average of three measures, corresponding to bottom, middle and top parts, respectively. When those geometrical values are compared, a clear influence of the processing parameters is detected.

Table 2. Geometrical characteristics of the different samples.

Sample	Height (mm)	Width (mm)	Aspect ratio
1	10,36	2,15	4,8
2	10,67	2,45	4,4
3	10,87	2,75	4,0
4	10,73	2,93	3,7
5	14,10	3,08	4,6
6	13,53	3,07	4,4
7	12,33	2,85	4,3
8	10,34	2,61	4,0
9	9,15	2,53	3,6

Samples 1 to 4, manufactured with the same nozzle rate, have almost the same heights but their widths increase when laser power is augmented (Figure 6). Likewise, samples 5 to 9 were produced with different nozzle rate but at the same power. In this case, increasing nozzle rate reduces both the height and the width of the samples (Figure 7), but affecting more markedly to the height. Both increasing power and speed produces more slender walls, as reflected in the reduction in the aspect ratio from 3.7 to 4.8 in the first case, and from .0 to 4.6 in the second one.

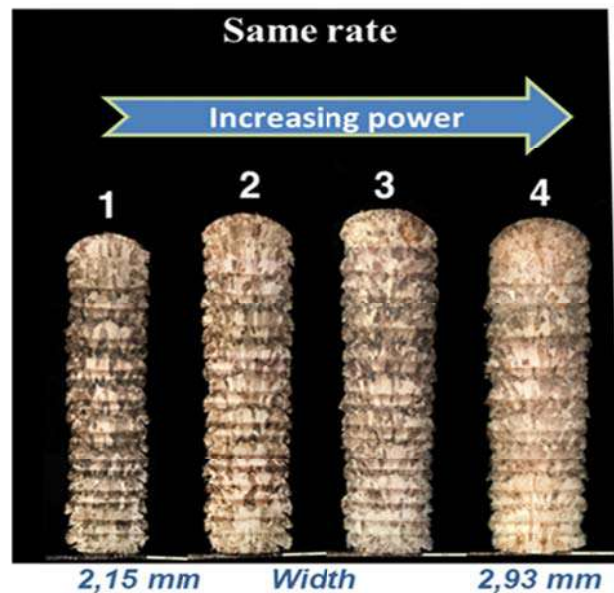


Figure 6. Macroscopic overview of the samples showing the influence of laser power.

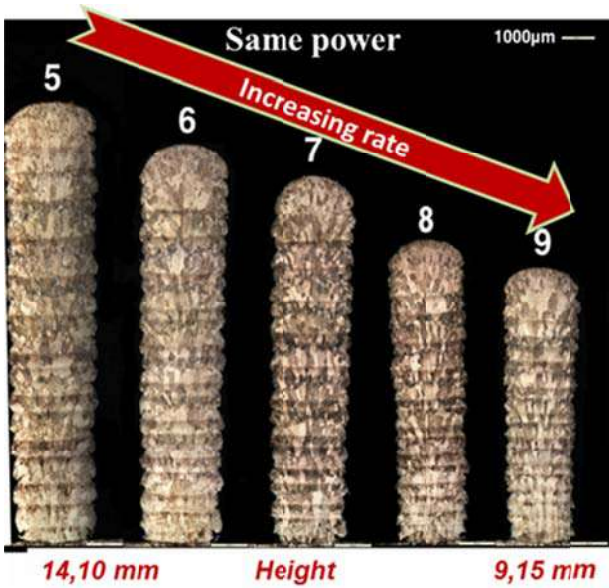


Figure 7. Macroscopic overview of the samples showing the influence of nozzle rate.

A closer view of Figures 5, 6 and 7 allows observing the microstructure of these samples. It is composed by columnar prior β -grains, curved following the build direction. This morphology, characteristic of Ti-64 produced by DED processes, is attributed to the high cooling rates, directional heat conduction and the small melt pools [11]. Moreover, when a higher magnification is used (Figure 8), very fine needles covering the prior β -grains are discerned. This is even more manifest in figure 9, where a micrograph obtained by SEM shows a microstructure plenty of needles of distinct sizes and orientations.

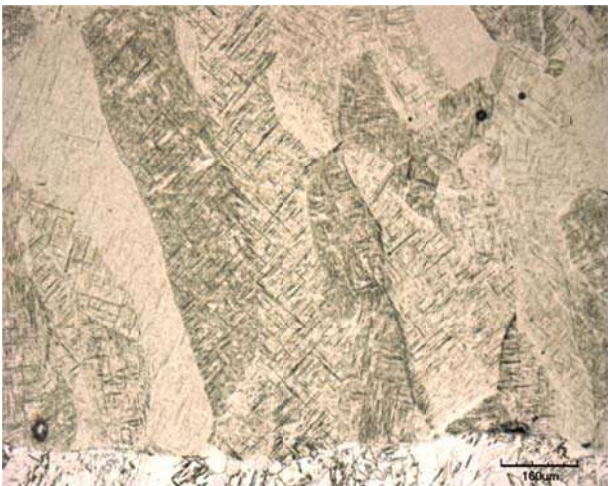


Figure 8. Optical microscopy view of sample number 1.

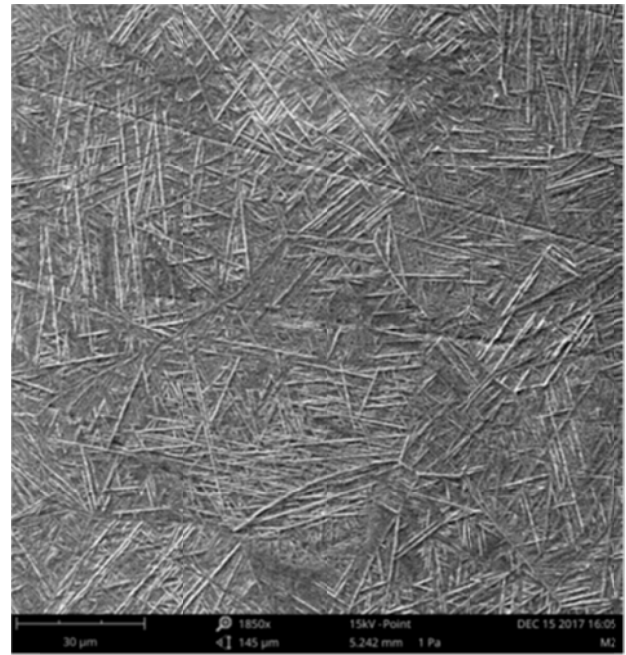


Figure 9. SEM view of sample number 3.

A phase map obtained by EBSD is showed in Figure 10. Essentially all the indexed area presents a HCP crystallographic structure, so it is either α -phase or α' -martensite. The needle shape morphology points out a martensitic nature [12]. Very small amount of residual β phase is present at the interface between α -phase (not shown in figure 10).

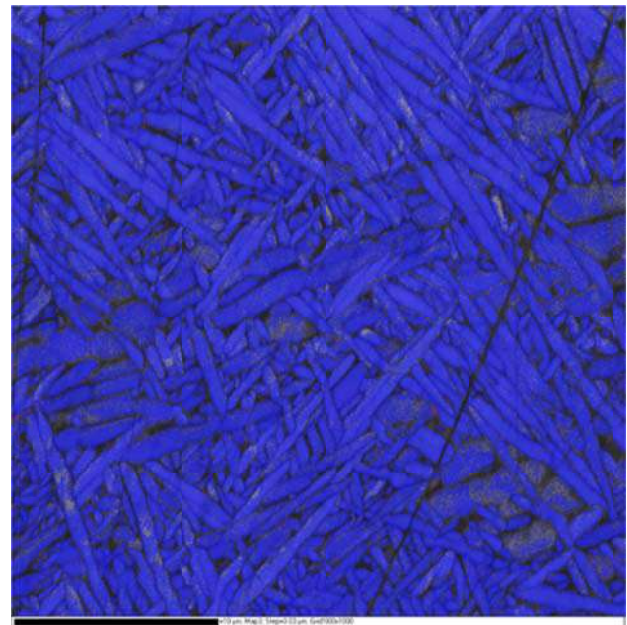


Figure 10. Phase map obtained by EBSD. Blue colour corresponds to HCP crystallographic structure.

Figure 11 corresponds to exactly the same area of figure 10, but the EBSD was here used to determine the local crystallographic orientations or IPF (Inverse Pole Figure) maps. The fast cooling rate produces a characteristic basketweave pattern, with needles following different orientations [13]. Formanoir et al. [14] described that, according to the Burgers relationship, three α variants can be formed from each of the four $\langle 111 \rangle \beta$ directions. When several needles have the same variant, they form colonies, being the size of those colonies the most significant microstructural parameter with regard to the mechanical properties of the Ti alloy: the smaller colonies the higher the strength [15]. IPF maps reveal each crystallographic orientation in one colour and in that way is possible to distinguish the colonies despite in the basketweave morphology the needles or laths are intertwined, as can be seen in figure 11.

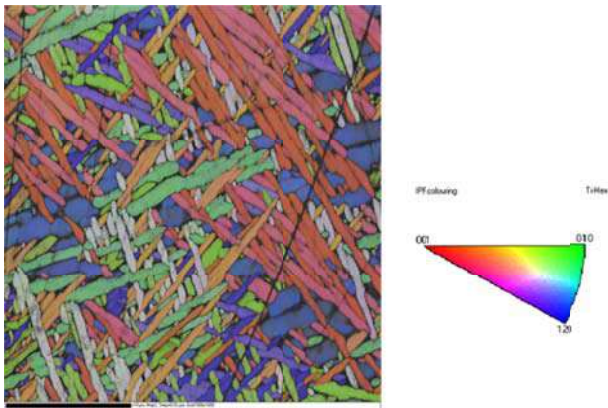


Figure 11. IPF map revealing the local crystallographic orientations obtained by EBSD.

Concerning mechanical properties, microhardness profiles were measured according to the schema previously showed (Figure 4) and the average obtained values for each sample are reported in Table 3. It can be said that, considering the standard deviation, the hardness is similar for all the AM conditions, ranging from 403 up to 414 HV0.3. This is attributed to the very fine and martensitic microstructure produced by the fast cooling. Neikter et al. [13] reported a hardness of 385 HV0.3 for the same alloy and similar LMPD process.

The thickness of α' -needles has been measured for each deposited layer of the nine walls from the SEM micrographies. The results are included in Table 3. No correlation between microhardness and needles thickness is appreciated. However, the difficulty of measuring those very thin needles introduces a significant source of error and, in addition, the microstructural changes between deposited layers and layer bands, and within each single layer, led to elevated standard deviations. On the other hand, when the individual profiles for each sample are observed, wave-formed variations are present (Figure 12). Nevertheless,

the last three values, i.e. those corresponding to the three last deposited layers, always indicate that their needles are thinner. In order to explore those differences between the last deposited layers and the others, nanoindentation arrays were performed in the upper and lower parts of the nine studied samples. Figure 13 corresponds to one of those nanoindentations arrays observed by SEM.

Table 3. Microhardness and average thickness of the needles for the nine different samples.

Sample	HV 0.3	Needles thickness (nm)
1	414 ± 9	637 ± 191
2	406 ± 10	730 ± 191
3	410 ± 9	718 ± 228
4	405 ± 8	728 ± 161
5	410 ± 11	661 ± 242
6	403 ± 10	554 ± 203
7	412 ± 8	495 ± 208
8	410 ± 8	467 ± 147
9	410 ± 7	420 ± 112

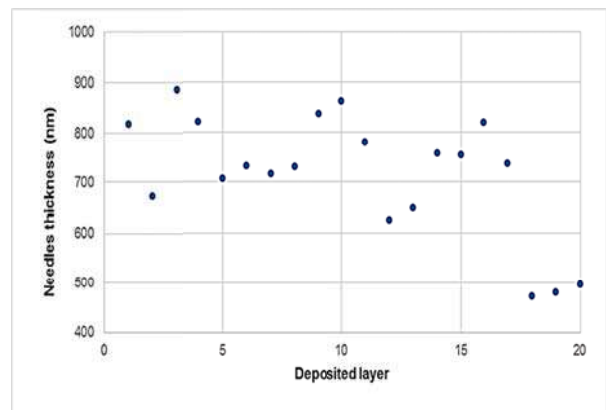


Figure 12. Thickness of the needles for each deposited layer of sample number 2.

When average nanohardness values for top and bottom of the walls are compared (Table 4), most of them exhibit the same trend: slightly higher hardness in the upper part. This can be related with the fact that the layers at the bottom of the wall experienced more reheating, due to the deposition of new layers onto them, than those of the top. Reheating induces a coarsening of the microstructure and therefore the measured hardness reduction.

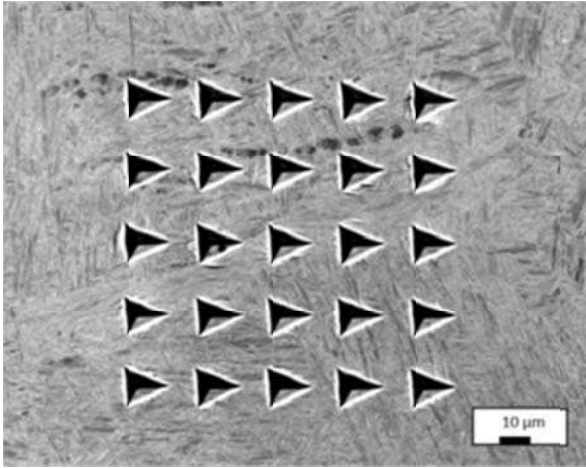


Figure 13. SEM micrograph of an array of 25 nanoindentations.

Table 4. Nanohardness (GPa) of the different samples for their upper and lower parts.

Sample	Top part	Bottom part
1	5.39 ± 0.25	5.37 ± 0.44
2	5.19 ± 0.25	5.20 ± 0.21
3	5.26 ± 0.32	4.96 ± 0.19
4	5.40 ± 0.24	5.01 ± 0.31
5	5.49 ± 0.37	4.85 ± 0.19
6	5.27 ± 0.30	5.13 ± 0.36
7	5.72 ± 0.73	5.31 ± 0.34
8	5.13 ± 0.33	4.72 ± 0.38
9	5.32 ± 0.78	5.22 ± 0.44
Average	5.35	5.09

4. CONCLUSIONS

Ti64 samples were produced by the AM technology designated as DED. More specifically, laser cladding or LMpD (Laser Metal Powder Deposition) was the method employed. Two main manufacturing parameters, i.e, the laser power and the scanning speed, have been modified to analyze their influence on the geometrical aspect and the microstructural characteristics of the samples.

Concerning the macroscopic aspect of the samples, two features can be concluded:

- Increasing laser power increases the width of the deposited layers.
- Increasing scanning speed rate decreases the height of the layers.

With regard to the microstructures, they were quite similar for the different manufacturing conditions and characterized by big columnar prior β -grains, curved following the build direction. The rapid cooling almost entirely transformed those prior β -grains in a basketweave microstructure composed by very fine α' -needles (less than 1 μm in thickness) with different orientations. This microstructure has a very high hardness: more than 400 HV0.3 when microhardness is considered, and around 5 GPa from nanoindentation analyses.

ACKNOWLEDGEMENTS

The work was funded through MAT2015-70780-C4-3 project of the Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain. Authors are also grateful to Direcció General de Recerca del Comissionat per a Universitats i Recerca de la Generalitat de Catalunya for recognizing CIEFMA as a consolidated Research Group (2017SGR933). J.J. Roa acknowledges the Serra Hunter programme for its financial support. Finally, authors give recognitions to the students that participated in the research: P. Coves, C. Chebbah, L. Thomas and S. Steinlin.

REFERENCES

- [1] Vartanian, K, McDonald, T., Accelerating industrial adoption of metal additive manufacturing technology. JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society (2016) 68:3, 806–810.
- [2] Gibson, I., Rosen, D.W., Stucker, B., in “Additive manufacturing technologies”, Springer, 2010.
- [3] Sames, W.J., List, F.A., Pannala, S., Dehoff, R.R., Babu, S.S., The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing, International Materials Reviews (2016) 61:5, 315-360.
- [4] Jackson, M.; Boyer, R.R., in “Titanium and its Alloys: Processing, Fabrication and Mechanical Performance”, In *Encyclopedia Aerospace Engineering*, 2010.
- [5] Nickels, L., AM and aerospace: An ideal combination, Metal Powder Report (2015) 70:6, 300–303.

- [6] Sterling, A.J., Torries, B., Shamsaei, N., Thompson, S.M., Seely, D.W., Fatigue behavior and failure mechanisms of direct laser deposited Ti-6Al-4V, *Materials Science and Engineering A* (2016) 655, 100–112.
- [7] Crozet, D. Préparation métallographique des matériaux non-ferreux pour l'aérospatiale. Webinar by Buehler, September 26th, 2018.
- [8] Oliver, W.C., Pharr, G.M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research* (1992) 7:6, 1564–1583.
- [9] Kobryn, P.A., Semiatin, S.L., The laser additive manufacture of Ti-64, *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society* (2001) 53:9, 40-42.
- [10] Kelly, S.M., Kampe, S.L., Microstructural evolution in laser-deposited multilayer Ti-64: Part 1, *Metallurgical and Materials Transactions* (2004) 35:6, 1861-1873.
- [11] Sandgren, H.R., Zhai, Y., Lados, D.A., Shade, P.A., Gavras, A.G., Characterization of fatigue crack growth behavior in LENS fabricated Ti-6Al-4V using high-energy synchrotron x-ray microtomography, *Additive Manufacturing* (2016) 12, 132-141.
- [12] Vrancken, B., Thijs, L., Kruth, J.-P., Humbeeck, J.V., Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds* (2012) 541:15, 177-185.
- [13] Neikter, M., Akerfeldt, P., Pederson, R., Antti, M., Sandell, V., Microstructural characterization and comparison of Ti-64 manufactured by different additive manufacturing processes, *Materials Characterization* (2018) 143, 68-75.
- [14] Formanoir, C. de, Michotte, S., Rigo, O., Germain, L., Godet, S., Electron beam melted Ti-64: microstructure, texture and mechanical behavior, *Materials Science and Engineering A* (2016) 652, 105-119.
- [15] Lütjering, G., Influence of processing on microstructure and mechanical properties of $\alpha+\beta$ titanium alloys, *Materials Science and Engineering A* (1998) 243:1, 32-45.

FRACTURE TOUGHNESS OF ADDITIVE MANUFACTURED 18Ni300 STEEL HYBRID PARTS – 5th IBERIAN CONFERENCE ON STRUCTURAL INTEGRITY

L. Santos^{1*}, J. de Jesus¹, L.P. Borrego^{1,2}, J.A.M. Ferreira¹, J.D. Costa¹, C. Capela^{1,3}

¹CEMMPRE (Center for Mechanical Engineering, Materials and Processes), Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, 3004-516 Coimbra, Portugal

²Department of Mechanical Engineering, Coimbra Polytechnic - ISEC, Rua Pedro Nunes, 3030-199 Coimbra, Portugal

³School of Technology and Management, Polytechnic Institute of Leiria, P2411-901 Leiria, Portugal

*Persona de contacto: luis_lms@sapo.pt

RESUMEN

Fusión selectiva por láser (SLM) es una fabricación avanzada que permite la impresión en 3D de piezas complejas a través de la deposición capa por capa de materiales en polvo fundidos por láser. Este trabajo se refiere al estudio de la resistencia a la fractura de las muestras construidas por SLM en acero 18Ni300 y a los implantes híbridos de acero AISI 420/SLM convencional. La impresión 3D se realizó mediante el proceso Lasercusing®, en un equipo “Concept Laser” modelo “M3 linear”, utilizando como fuente de energía un láser tipo Nd:YAG con una potencia máxima de 100 W en modo de onda continua. Las muestras se fabricaron utilizando una velocidad de escaneo de 200 mm / s, creciendo hacia la dirección correspondiente a la aplicación de carga en las pruebas mecánicas.

Se observó una variación inexpresiva de la resistencia a la fractura entre las series implantadas con los mismos parámetros. La trayectoria de crecimiento de grietas para todas las muestras se produjo en el límite de la zona de interfaz/material impreso en 3D y se produjo entre capas fundidas a láser. Además, la resistencia a la fractura disminuye cuando el espesor de la muestra aumenta, presentando un buen acuerdo con otros métodos, como el proceso de soldadura láser Nd:YAG. El valor de tenacidad a la fractura de SLM es ligeramente menor en comparación con el acero comercial grado 300 ya que los defectos internos producidos por SLM tienen un papel importante en la disminución del rendimiento mecánico.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva, Tenacidad a la fractura, 18Ni300

ABSTRACT

Selective Laser Melting (SLM) is one advanced manufacturing, allowing the 3D-printing of complex parts through the layer-by-layer deposition of powder materials melted by laser. This work concerns the study of the fracture toughness of maraging AISI 18Ni300 steel SLM bulk specimens and hybrid conventional AISI 420 steel/ SLM implant. The 3D-printing was done by Lasercusing® process, in a “Concept Laser” equipment model “M3 linear” using as an energy source a laser type Nd:YAG with a maximum power of 100 W in continuous wave mode. The samples were manufactured using a scan rate of 200 mm/s, growing towards the direction corresponding to the application of load in the mechanical tests.

An inexpressive variation of fracture toughness was observed between the implanted series with the same parameters. The crack growth path for all samples occurred in the limit of interface/3D-printed material zone and occurred between laser melted layers. Also, fracture toughness decreases when the sample thickness increases presenting good agreement with other methods, namely laser welding with modern Nd-YAG process. The SLM fracture toughness value is slightly lower when compared to the commercial steel grade 300 because the internal defects produced by SLM have an important role in decreasing the mechanical performance.

KEYWORDS: Additive manufacturing, Fracture toughness, 18Ni300 steel

1. INTRODUCTION

Selective Laser Melting (SLM) is a very high-energy process, as each layer of metal powder must be heated above the melting point of the metal [1]. Moreover, this

additive manufacturing process can provide for complex geometry components, repair defects and reconstruction in the molds industry.

The literature reports an abundance of recent research about the morphologic and mechanical properties of SLM steels. The authors [2] studied the microstructure and mechanical properties of SLM 18Ni-300 steel and observed that a higher layer thickness and/or scan speed causes a decrease in density. The authors [3] studied the influence of parameters on SLM process and the evolution of the maraging steel 300's mechanical properties, obtaining a considerable influence of the scan rate, laser power and scan spacing as regards the density of a part.

The authors [4] studied the mechanical behaviour of SLM 18Ni300 steel specimens, concluding that a very high scan rate (400 or 600 mm/s) causes a high percentage of porosity and a consequent drastic reduction of the tensile strength, stiffness and elongation at failure, compared with the results obtained for a 200 mm/s scan rate.

Studies regarding hybrid parts are still scarce. In any case, there is a study [5] regarding the fracture behaviour of additively manufactured 18Ni300/H13 hybrid hard steels, observing in tensile tests that the fracture occurs in the H13 steel, away from the interface. The authors [6] studied the fatigue strength of additively manufactured 18Ni300/H13 and 18Ni300/AISI420 hybrid samples, concluding that the hybrid samples show a lower fatigue life when compared with the as-printed samples. Moreover, the fatigue crack initiation, propagation and final fracture were localized in the as-printed material, being different of the one in [5], as these authors used an untreated H13 steel in the as-printed samples.

No publications were found in the literature about the fracture toughness of conventional steels with 18Ni300 steel implants built by SLM. Thus, the main objective of this work was to study the influence of the thickness and implant material on the fracture toughness of hybrid specimens composed of a conventional steel substrate and a steel implant, both 3D-printed by SLM.

2. MATERIALS AND TESTING

The current work used Compact Tension type (CT) specimens, manufactured with SLM parts growing in the load direction. Figure 1 shows the geometry and main dimensions of the specimens and a schematic view of the hybrid samples.

Three different batches of specimens were manufactured: a fully SLM 3D-printed sample using powder of AISI 18Ni300 steel (SM) and two hybrid samples, for which half specimen was a conventional machined steel and the remaining was a steel implant built by SLM using the maraging AISI 18Ni300. Two

conventional steel substrates were selected: AISI H13 steel (HS/SM) and the stainless steel AISI 420 (SS/SM). Specimens with 6 and 3 mm thickness were produced with notches open in the interface zone. Table 1 presents the main chemical composition for the three steels, according to the manufacturer.

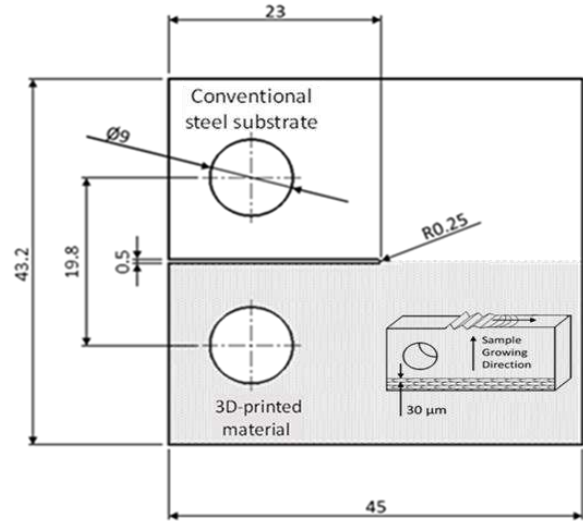


Figure 1. Specimen geometry (dimensions in mm) for fracture toughness tests.

Table 1. Chemical composition of the steels [wt.%].

Steel	18Ni300	AISI H13	AISI 420
C	0.01	0.4	0.37
Ni	18.2	-	-
Co	9.0	-	-
V	-	0.94	0.17
Mo	5.0	1.30	-
Ti	0.6	-	-
Al	0.05	-	-
Cr	0.3	5.29	14.22
P	0.01	0.017	0.021
Si	0.1	1.05	0.64
Mn	0.04	0.036	0.037
Fe	Balance	Balance	Balance

The 3D-printing was done by Lasercusing® process, in a “Concept Laser” equipment model “M3 linear” using as an energy source a laser type Nd:YAG with a maximum power of 100 W in continuous wave mode, a wavelength of 1064 nm and 0.2 mm of spot laser diameter, with a scan rate of 200 adding layers of about 30 μm thickness, growing towards the direction corresponding to the application of load in the mechanical tests. The specimens were mechanically polished after manufacturing.

The fracture toughness tests were performed according to the BS 7448-3 standard, using CT specimens in loading Mode I. Before the fracture toughness tests a fatigue pre-crack of 4 mm length was created from the notch, at room temperature in an Instron Electroplus machine under constant amplitude tensile loading with sinusoidal load wave and stress ratio $R = 0.05$. The crack length was measured using a travelling microscope ($45\times$ of magnification) with an accuracy of $10\ \mu\text{m}$, as shown in Figure 2.

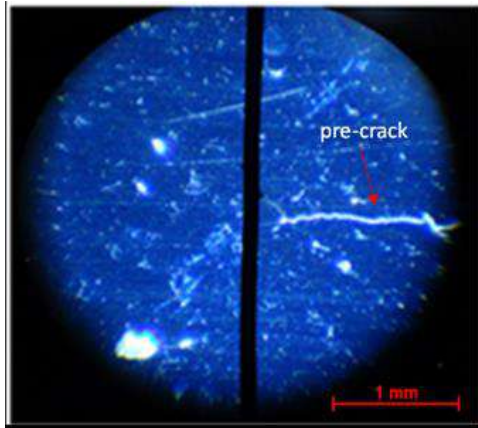


Figure 2. Crack measurement system applied during fracture toughness tests.

The fracture toughness tests were carried out in an Instron machine, model 4206, using a displacement rate of 2 mm/min. The crack opening displacement was measured using an MTS clip gauge model 632.02C-221.

The fracture toughness K_{Ic} , was calculated according to the BS 7448-3 standard through the Equations (1,2);

$$K_Q = \frac{F_Q}{B W^{0.5}} \times f' \left(\frac{a_0}{W} \right) \quad (1)$$

$$f' \left(\frac{a_0}{W} \right) = \frac{\left(2 + \frac{a_0}{W} \right) \left[0.886 + 4.64 \frac{a_0}{W} - 13.32 \frac{a_0^2}{W^2} + 14.72 \frac{a_0^3}{W^3} - 5.6 \frac{a_0^4}{W^4} \right]}{\left(1 - \frac{a_0}{W} \right)^{1.5}} \quad (2)$$

where a_0 is the crack length, W is the distance from crack tip to the face, B is the sample thick and F_Q is the critical load value determined from the fracture test chart.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The metallographic and crack morphologic analysis before and after the fracture tests were performed according to the ASTM E3 standard metallographic practice, using an optical microscope Leica DM4000 M LED. Figure 3 shows a representative microstructure in the interface region for an SS/SM sample. The figure shows the interface between 3D-printed and conventional steel parts presenting decarbonization and a thickness between $40\text{--}50\ \mu\text{m}$. A similar analysis was carried out for HS/SM samples.

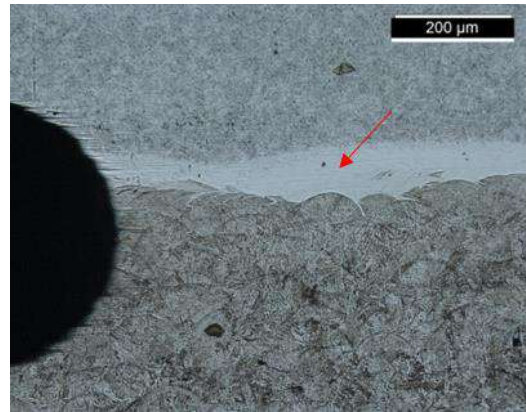


Figure 3. Microstructure in interface region for an SS/SM sample.

Figure 4 shows some of the curves obtained for HS/SM and SS/SM hybrids specimens. The analysis of this Figure shows, as expected, that the maximum loads are reached for the samples with the biggest thickness (6 mm). In addition, the lower stiffness associated with the reduction of the sample's thickness approximates the tests to a plane stress condition leading to a greater plastic deformation, which may invalidate the determination of the fracture toughness K_{Ic} . The stiffness of HS/SM and SS/SM hybrids specimens with 6 mm thickness are very similar, leading to the conclusion that the fracture is mainly controlled by the 3D-printed part of the specimen. On the other hand, there is a greater dispersion of the maximum loads for the HS/SM hybrids specimens. The interface of this specimens presents greater microstructural heterogeneities between the 3D-printed material next to the interface with the AISI H13 steel and the 3D-printed material distant from the interface.

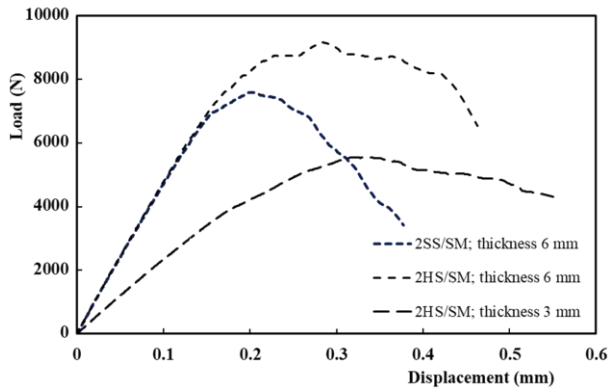


Figure 4. Fracture tests: Load vs displacement curves for hybrid specimens.

Tables 2–4 present the fracture toughness K_Q for the entirely 3D-printed (SM) samples, as well as for the hybrid SS/SM and HS/SM samples, for the two thickness values (3 and 6 mm). K_Q increases at least 10% when the thickness decreases from 6 to 3 mm. Hybrid samples show a slightly lower toughness than fully 3D-printed specimens, reaching almost 10% for HS/SM specimens, which is caused by microstructural variations at interface.

Table 2. Fracture toughness tests results for SM specimens.

Sample Reference	K_Q (MPa.m ^{1/2})	Average K_Q (MPa.m ^{1/2})
2SM01_3	73.0	80.2 ± 6.7
2SM02_3	80.4	
2SM03_3	90.8	
2SM04_3	76.4	
2SM13_6	76.4	72.8 ± 4.3
2SM14_6	68.9	
2SM15_6	77.8	
2SM16_6	68.3	

Table 3. Fracture toughness tests results for SS/SM specimens.

Sample Reference	K_Q (MPa.m ^{1/2})	Average K_Q (MPa.m ^{1/2})
2SS/SM01_3	83.2	83.9 ± 1.1
2SS/SM02_3	82.5	
2SS/SM03_3	85.1	
2SS/SM04_3	84.7	
2SS/SM01_6	67.7	70.9 ± 2.5
2SS/SM03_6	71.2	
2SS/SM04_6	73.9	

Table 4. Fracture toughness tests results for HS/SM specimens.

Sample Reference	K_Q (MPa.m ^{1/2})	Average K_Q (MPa.m ^{1/2})
2HS/SM01_3	73.9	73.6 ± 5.8
2HS/SM02_3	81.7	
2HS/SM03_3	73.0	
2HS/SM04_3	66.0	
2HS/SM01_6	61.5	65.4 ± 3.4
2HS/SM03_6	64.8	
2HS/SM04_6	69.9	

The values of fracture toughness obtained in this work for the samples SM, SS/SM and HS/SM 3D-printed at 200 mm/s scan speed rate and 3 mm of thickness are similar to those K_Q values obtained for the steel H13 by [7] in laser deposit welding Nd-YAG with 4 mm thick specimens ($K_Q = 79.08 \pm 31.76$ MPa.m^{1/2}).

The estimated K_Q for the specimens built with 200 mm/s of scan rate and 6 mm thick showed a decrease of about 10% from the K_{Ic} value of the commercial steel grade 300, 18 [8]. On the other hand, the 3 mm thick samples presented similar values between the estimated K_Q and the K_{Ic} value of the commercial steel grade 300 around 80 MPa.m^{1/2} [9].

A microscopic analysis was carried out to observe the fracture surfaces and crack path. Figure 5 shows a representative image of the crack path in hybrid samples, which illustrates the crack path for the SS/SM sample. Figure 5 shows that the fracture crack initiated and grew in the SLM material near the interface zone. Therefore, it can be inferred that the samples tend to fail near the midplane of the notch plane at greater microstructural heterogeneities and where the stresses are higher. The crack propagated in the different laser layers' interfaces through internal defects.

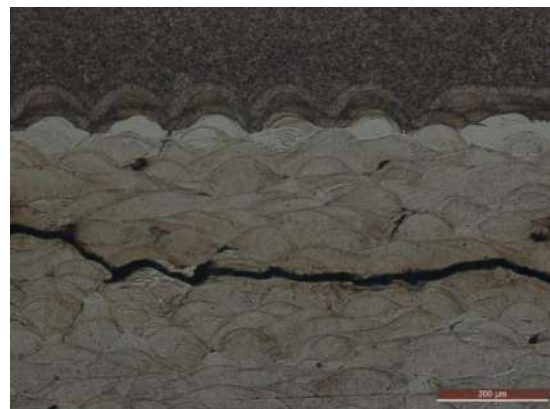


Figure 5. Crack growth path for SS/SM sample.

4. CONCLUSIONS

The current research work studied the fracture toughness performance for different SLM hybrid components, using CT specimens with 3 and 6 mm of thickness. Three different samples were produced: fully 3D-printed steel, hybrid samples with AISI H13 implant and hybrid samples with AISI 420 steel implant. The main conclusions can be drawn:

- An interface zone was created between 3D-printed and conventional steels, presenting similar chemical composition and hardness values for both implant steels.
- The fracture toughness values did not exhibit significant variations when comparing the different series and thickness. Fracture toughness decreases when the sample thickness increases. The SLM 18Ni300 maraging steel fracture toughness value is slightly lower when compared to the commercial steel grade 300 because of the internal defects.
- The crack growth path for all hybrid specimens was along the boundary between the interface zone and the 3D-printed steel, showing a brittle mechanics fracture due to the defects produced by the SLM process.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to acknowledge the sponsoring under the project number 016713 (PTDC/EMS-PRO/1356/2014) financed by Project 3599 “Promover a Produção Científica e Desenvolvimento Tecnológico e a Constituição de Redes Temáticas ” (3599-PPCDT) and FEDER funds and also EROFIO S.A. industry for the supply of the testing samples. This research is also sponsored by FEDER funds through the program COMPETE – Programa Operacional Factores de Competitividade – and by national funds through FCT – Fundação para a Ciência e a Tecnologia –, under the project UID/EMS/00285/2020.

REFERENCES

- [1] H. Fayazfar, M. Salarian, A. Rogalsky, D. Sarker, P. Russo, V. Paserin, E. Toyserkan. A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: Process parameters, microstructure and mechanical properties. *Mater. Design* (2018) 144, 98–128.
- [2] K. Kempen, E. Yasa, L. Thijs, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel. *J. Alloys Compd.* (2017) 725, 355–364.
- [3] Y. Bai, Y. Yang, D. Wang, M. Zhang. Influence mechanism of parameters process and mechanical properties evolution mechanism of maraging steel 300 by selective laser melting. *Mater. Sci. Eng. (2017) A* 703, 116–123.
- [4] L.M.S. Santos, J.A.M. Ferreira, J.S. Jesus, J.M. Costa, C. Capela. Fatigue behaviour of selective laser melting steel components. *Theor. Appl. Fract. Mech.* (2016) 85, 9–15.
- [5] E. Cyr, H. Asgari, S. Shamsdini, M. Purdy, K. Hosseinkhani, M. Mohammadi. Fracture behaviour of additively manufactured MS1-H13 hybrid hard steels. *Mater. Lett.* (2018) 212, 174–177.
- [6] J.A.M. Ferreira, L.M.S. Santos, J.S. Jesus, L.M. Costa, C. Capela. Assessment of the fatigue life on functional hybrid laser sintering steel components. *Proc. Struct. Integr.* (2016) 1, 126–133.
- [7] J.M. Costa, J.M. Ferreira, C. Capela. Fracture toughness of the heat affected zone on Nd-YAG laser welded joints. *Eng. Fail. Anal.* (2009) 16, 1245–1251.
- [8] S.L. Campanelli, A. Angelastro, C.G. Signorile, G. Casalino. Investigation on direct laser powder deposition of 18 Ni (300) marage steel using mathematical model and experimental characterization. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* (2017) 89, 885–895.
- [9] S.D. Antolovich, T.R. Risbeck, A. Saxena, Y. Kawabe. The effect of microstructure on the fracture toughness of 300 and 350 grade maraging steels. *Eng. Fract. Mech* (1980) 13, 717–739.L.

EVOLUTION OF FATIGUE CRACKS EMANATING FROM INTERNAL VOIDS IN Ti6Al4V SLM PIECES

Santiago Aguado-Montero*, Carlos Navarro, Jesús Vázquez, Jaime Domínguez

Departamento de Ingeniería Mecánica y Fabricación
Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad de Sevilla
Camino de los descubrimientos s/n, 41092 Sevilla-España
*Persona de contacto: sanagumon@gmail.com

ABSTRACT

The present work analyzes experimentally and simulates the evolution of fatigue cracks emanating from internal voids in a surface treated SLM titanium alloy. Simulation results are matched with real tests, and different aspects regarding crack initiation, embedded-to-superficial crack transition and fracture surfaces are discussed. Fracture surfaces vary with crack evolution, and four different textures are observed experimentally: a very microstructurally textured region close to the internal defect is followed by a bright, irregularly shaped zone. As the crack evolves, more and more striations are visible and finally a ductile, dimpled fracture is observed. All these four fracture surfaces need to be understood in order to attempt its numerical simulation. SEM and confocal microscopy are carried out to report a clear vision of the critical defects and its peculiar characteristics.

KEYWORDS: Fatigue, SLM, Titanium alloy, numerical simulation

1.- INTRODUCTION

Fatigue loading is a very common issue that engineers face when dealing with additive manufactured metallic parts. However, the fact is that not only components have a significantly worse fatigue resistance, but also their fatigue lives are difficult to predict. There exists a large variability from one specimen to another due to a remarkable difference in variables such as porosity size and distribution.

Porosity is a random result of two different phenomena, as discussed in [1]. The first one is gas entrapment in the matrix. These gases could either be part of the inert atmosphere surrounding the manufacturing process or either belong to the matrix itself, due to metallic powder evaporation. Both situations produce a blunt, mostly spherical void. The second one is small laser fluctuations that lead to local inter-layer debonding, i.e. freshly melted powder does not attach in a certain region to the previous layer. As a result, a very sharp, crack-like defect is left in the matrix. Both situations described here take place in random positions in the matrix, so defect location, size or shape are not known in advance.

According to Yates et al [2], since porosity is a random output from the manufacturing process, conventional fatigue analysis such as S-N or ϵ -N curves do not provide enough information to assess fatigue life in a certain component. As a consequence of the porosity being different from specimen to specimen, a huge variability in results is obtained when using these simple techniques.

To solve this problem, Yates proposes a probabilistic approach, i.e. including porosity statistics into the analysis. This fatigue life dependence on porosity is also reported by other authors [3-5].

The aim of the current work is to establish some method to generalize the probabilistic approach. We focus on building a model to simulate the evolution of a crack emanating from a given defect until final failure. A set of experiments is analyzed: fatigue lives, fracture surfaces, critical defects geometry and residual stresses are considered. After this stage is complete, the equations governing crack evolution in the simulation are discussed. An initiation-propagation fatigue model [6] is used and its results are compared with experiments.

2.- EXPERIMENTS

The material tested is the alloy Ti6Al4V manufactured via SLM. Tests were conducted on specimens with a cross section of 22x10 mm in a four-point bending setup, with load ratio $R=0.1$. In addition to this external load, a subset of the specimens received surface treatment consisting on either laser or shot peening, resulting in substantial compressive residual stresses close to the treated surface. Before these surface treatments, all specimens were sand blasted and heat treated to ensure no residual stresses due to the manufacturing process were present. Table 1 contains all information about specimens: surface treatment, applied stress (maximum stress in the rectangular section, i.e. next to free surface), defect

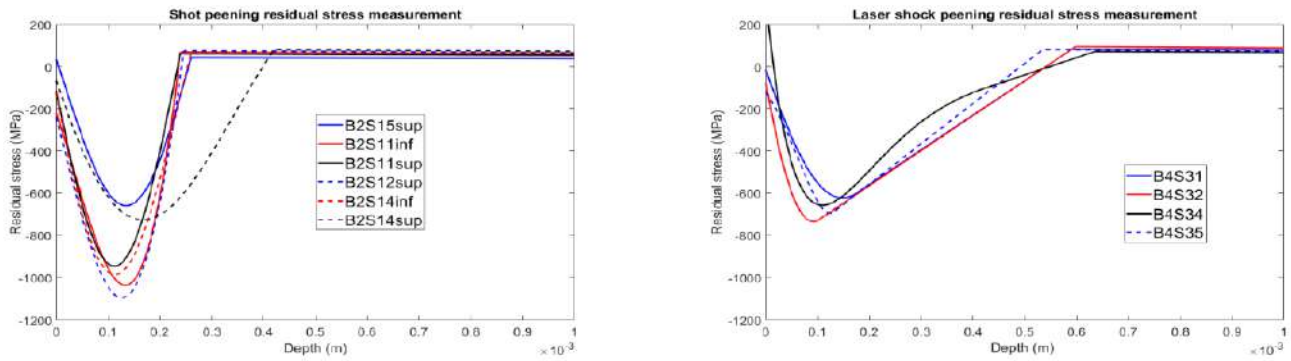


Fig. 1. Measured residual stresses in (left) shot peening and (right) laser shock peening.

Table 1. Experimental information.

Specimen	Surface treatment	$S_{max}(MPa)$	Defect depth (μm)	Size = $2\sqrt{\frac{Defect\ area}{\pi}}$ (μm)	Crack-like	Notch radius (μm)	Cycles
B4S31	Laser peening	585.4	998	84	yes	-	310000
B4S32	Laser peening	694.7	1900	87	no	32	754000
B4S34	Laser peening	585.4	870	44	yes	-	1550000
B4S35	Laser peening	798.9	1020	82	yes	-	84300
B1S9Inf	Shot peening	798.9	1000	175	no	24	46000
B2S11Inf	Shot peening	694.7	450	37	no	10	408000
B2S11Sup	Shot peening	798.9	720	50	yes	-	48300
B2S14Sup	Shot peening	694.7	780	202	yes	-	506000
B2S15Sup	Shot peening	585.4	560	50	no	18	1590000

distance to free surface (measured from the closest point in the defect to free surface), characteristic diameter, crack-likeness, notch radius (if considered a blunt defect) and experimental fatigue life of every specimen considered can be consulted.

Figure 1 shows residual stress interpolated measurements [7]. Provided the load ratio was kept as $R=0.1$, only half of the specimen's bending section was subjected to tensile stress so only half its surface received surface treatment, since the rest of the section was not susceptible to crack initiation.

In the present paper we are interested in cracks emanating from internal defects. The presence of compressive residual stresses close to the surface region inhibits superficial crack initiation, turning embedded crack formation into a more probable event. For this reason, only those specimens with surface treatment whose cracks started from internal defects are analyzed.

Note that positive load ratios keep the applied stresses in the surface treated region strictly positive, so that residual stresses do not disappear via reversed plastic deformation. On the contrary, they remain active for a significant fraction of the specimen fatigue life.

3.- EXPERIMENTAL RESULTS

3.1.- Fracture surfaces

Those specimens which suffered from internal crack initiation (as a consequence of compressive residual stresses near the surface inhibiting superficial crack

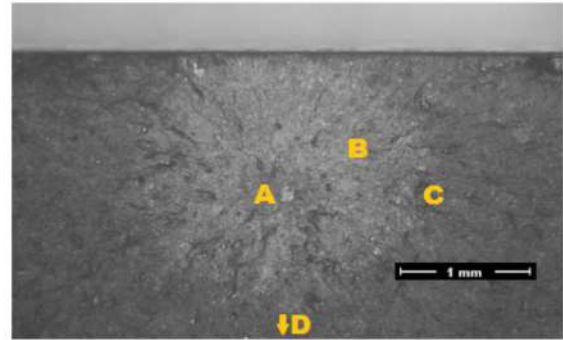
formation) show a very peculiar evolution in their fracture surface textures. FEI Teneo SEM and Sensofar S neox confocal microscopes were used to analyze these surfaces. Four different regions can be observed, as can be followed from Figure 2.

A very microstructurally textured region takes place close to the internal defect. This region follows closely the typical acicular microstructure of a Ti alloy. This region covers a distance of a few hundred microns (Figure 3a). According to Zhal et al [8], this is a result of cracks growing just above the fatigue crack growth threshold, which is exactly the case according to the simulations discussed later.

Surrounding the microstructurally textured region, a very bright, elliptical zone, almost tangent to the free surface can be easily seen, especially with the naked eye (Figure 2). When observed with SEM, a significantly irregular texture is observed (Figure 3b), with no microstructural characteristics nor striations visible. It is hypothesized (the consequences of this will be discussed later) this zone to be the embedded crack growth region, i.e. the shape the crack had just before it reached the free surface and transitioned into a superficial semielliptical crack. Note that this elliptical region is not necessarily centered in the initial defect. As one moves farther from the defect, more and more striations are visible (Figure 3c). At the SEM level, a sharp transition from irregular texture to striations was not observed, but rather a smooth increase in the appearance of striations. Finally, once the stress intensity factor reaches a high enough value, a plastically deformed, dimpled surface is obtained (Figure 3d).

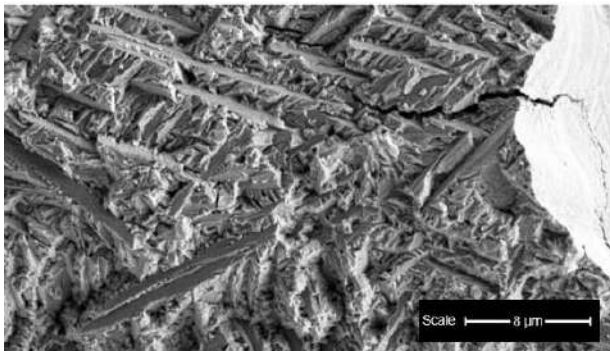


(a)

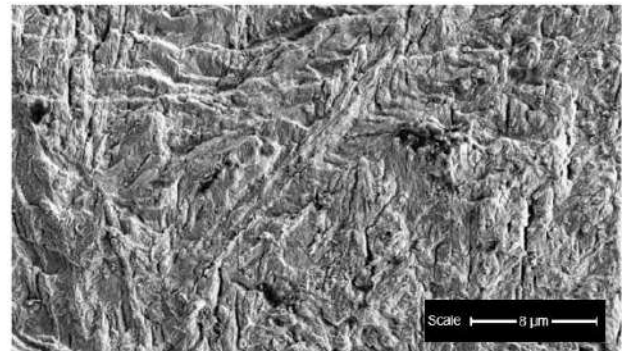


(b)

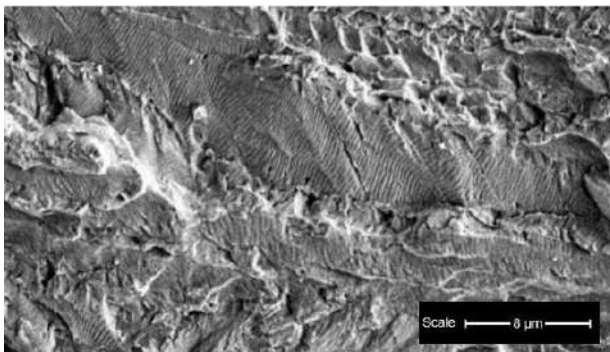
Fig. 2. Fracture surface photograph in B4S34 specimen [7].



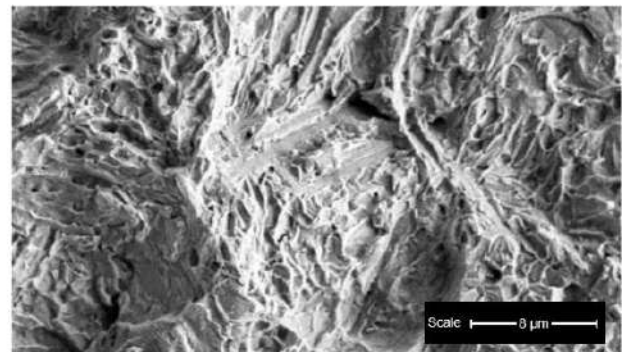
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3. Fracture surface evolution. (a) Microstructurally textured fracture surface, (b) irregular bright region, (c) striated zone, (d) dimpled fracture surface.

3.2.- Critical defects

Critical defects geometry and location in the specimen are important variables in fatigue life assessment of internal initiated cracks. Three main information points need to be collected for every specimen:

Defect projected size. Figure 4 shows two fracture surfaces where the initial critical defect is clearly seen. In order to associate a numerical value to this complex shaped defect, an equivalent ellipse with the same area as the real defect and the same aspect ratio has been defined. The aspect ratio is defined as the ratio of maximum defect length in both directions perpendicular to the rectangular section sides. Table 1 contains information about the

characteristic diameter of the defect, which is directly related to defect's projected area.

Defect distance to free surface. If one tries to imagine the evolution of a crack emanating from an internal defect, considering it will grow perpendicular to the first principal stress according to Fatemi et al [9], the crack will increase its size and modify its shape since stresses are not the same along different crack front points. If it is presumed that the initial defect is out of the residual stressed region, the tensile loads will always be higher in the crack point closer to the free surface, due to the bending setup. If this is the case, the crack will propagate mainly towards the closest free surface. Eventually, it will reach this surface and turn into a superficial crack. With all this said, defect distance to free surface is a

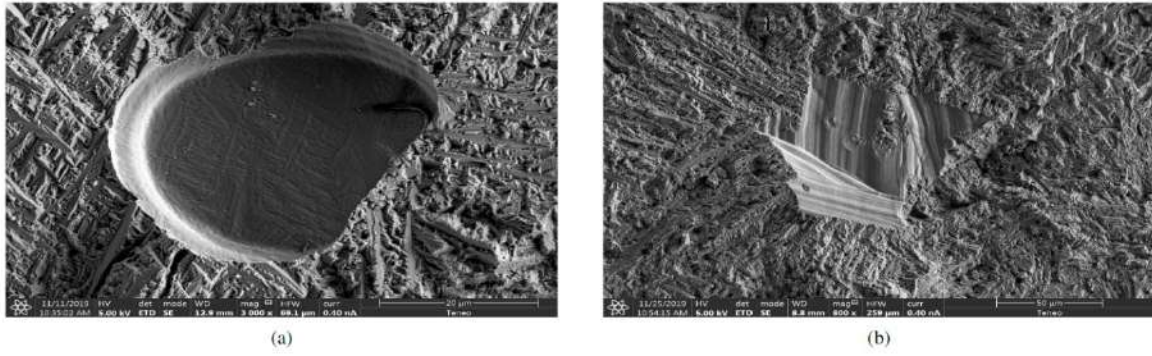


Fig. 4. (a) Rome defect SEM, (b) crack-like defects SEM.

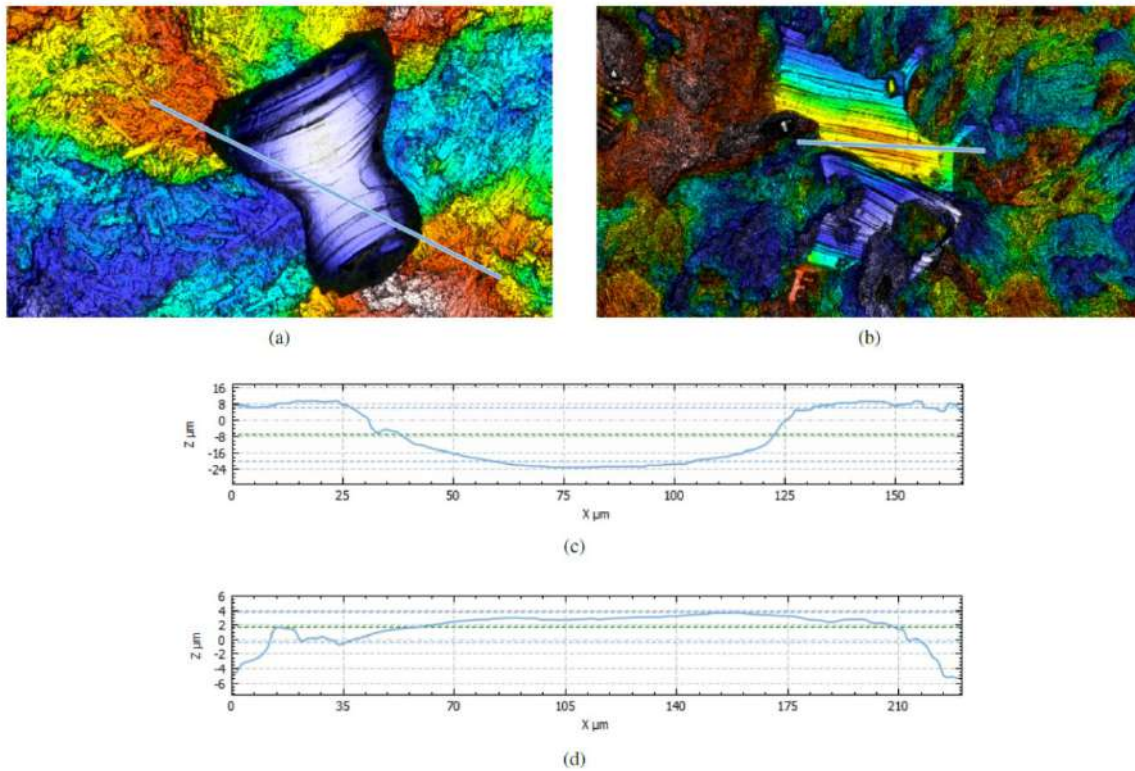


Fig. 5. (a) and (c) Confocal microscopy of a rome defect, (b) and (d) confocal microscopy of a crack-like defect.

critical variable, since not only stresses will be higher the closer the defect is to free surface, but also cracks will need a shorter evolution to reach this free surface. According to simulations discussed later in this paper, embedded crack evolution is usually more than 90% of total fatigue life.

Defect type. As we mentioned in the introductory section, two different kind of defects are formed in SLM specimens, namely blunt and crack-like defects, depending on the process by which they were formed. Since it is not known in advance which of the defects are crack-like and which of them are not, confocal microscopy was carried out to collect data about defect depth. Figures 5a and 5c are a clear example of blunt defect, while Figures 5b and 5d clarify what a crack-like case looks like.

4.- SIMULATION MODEL

4.1.- Crack propagation model.

The crack propagation of an elliptical embedded or semielliptical surface crack has been modelled with the following crack propagation law:

$$\frac{da_i}{dN} = C(\Delta K_i^n - (\Delta K_{th}(\frac{a_i^f}{a_i^f + a_0^f - l_0^f})^{\frac{1}{2r}})^n) \quad (1)$$

where last term in the equation accounts for short crack behavior, as proposed by Navarro et al [6]. In order to solve this differential equation system, the main variable to be calculated is the stress intensity factor. Since residual stresses need to be taken into consideration, a weighting function integration procedure is used. Both embedded and superficial weighting functions were obtained from the literature [10]. This reference provides the required data as a function of standard tensile and bending stress intensity factor results, which were

obtained from [11]. However, these standard solutions do not provide valuable information when the remaining ligament tends to zero, so a correction factor was incorporated to the embedded solution via comparison with NASGRO solutions. This correction factor is very important due to its impact over embedded to superficial crack transition, which takes place once the stress intensity factor in the closest point to free surface reaches the material's fracture toughness.

4.2.- Initiation-propagation model.

In the case of a blunt, non-crack-like defect, initiation life cannot be neglected and needs to be added to propagation life. To take this into consideration, the initiation-propagation model proposed in [6] is used.

In this model, fatigue life is obtained as the addition of initiation life up to a certain initiation length, which is to be determined, and crack propagation life from the initial length considered to final failure in the specimen. Crack propagation is modeled with the equations discussed in the previous section. Our attention is focused on computing initiation life.

Initiation life is the fraction of total fatigue life invested in turning a non-existing crack situation into a crack with a certain length, namely the initiation length. As posed in [6], this phenomenon is thought to be controlled exclusively by the average SWT $= \frac{\Delta \epsilon}{2} \sigma_{max}$ parameter within the region traversed by the crack, so it does not depend explicitly on specimen's geometry nor test configuration. For this reason, initiation curves can be tuned with simple cyclic tensile test in thin cylindrical specimens. This is done by subtracting propagation life from a simple S-N or ϵ -N curve, provided a certain initiation length is chosen.

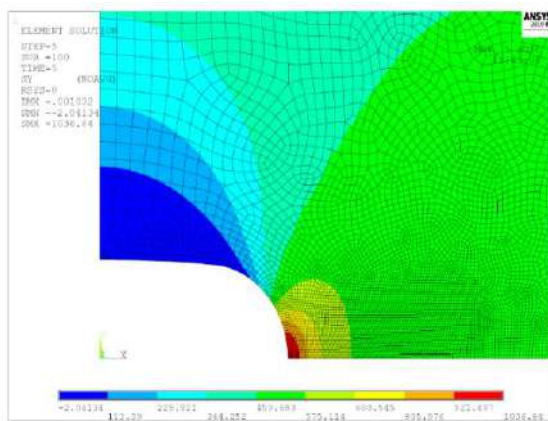


Fig. 6. FEM calculation example. σ_y in notch vicinity.

With this method, one can obtain different fatigue life predictions depending on the initiation length considered. The most conservative result will be selected, i.e. the shortest fatigue life predicted, and its corresponding initiation length are considered to be representative.

As mentioned before, initiation life is a function of SWT in the vicinity of the initiation point. Consider the problem that is to be solved in which a certain internal defect within the rectangular section is subjected to a certain stress profile. It is assumed that cracks will emanate from its contour and eventually coalesce, forming an elliptical crack. Since the formed crack will grow surrounding the initial defect, it is necessary to calculate the SWT parameter in the vicinity of the critical defect, since this variable controls initiation life calculations.

In the present case, an elasto-plastic finite element model was used, as can be observed in Figure 6. In the model, stresses and strains are computed through several load cycles, until convergence is achieved. Note that the present defects allowed for an axisymmetric (2D) solution under three hypotheses:

- The defect is small enough compared to the stress gradient produced by four-point bending, and it is located outside the residual stressed region. If this is the case, it can be assumed that the defect is subjected to an approximately uniform stress.
- Defect aspect ratio does not impact significantly propagation life results. This means defects can be considered as circular shaped in the finite element analysis. Crack propagation simulations carried out with the propagation model discussed before provide a positive basis for this assumption.
- Notch radius is approximately similar within its border. This was the case in most of the defects considered, but it was kept in situations where it was not so obvious. In these cases, choosing the average notch radius seemed to be a fair approximation.

5.-SIMULATION RESULTS

The application of the fatigue life assessment model described in the previous sections yields the results shown in Figure 7. As can be observed, only three predicted results were not within a factor of two scatter band. Two of the specimens that lay out of this band failed as a consequence of very close to threshold crack growth. Indeed, a slight variation in the fatigue growth threshold ($\pm 0.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) suffices to obtain more precise predictions. The other failed prediction might be due to a very nonelliptical defect shape, leading to a misrepresentation of the defect if the square root of area method is employed.

Crack propagation simulations show that initial aspect ratios in the initial defects were not important variables. On the contrary, cracks' aspect ratios rapidly evolved and took different values, depending on residual stresses acting near the free surface. As mentioned before, cracks tend to grow mainly towards free surface and, as the remaining ligament tends to zero, the stress intensity factor experiments an intense increase, thanks to the

correction factor included in the stress intensity factor calculations, resulting in embedded to superficial crack transition.

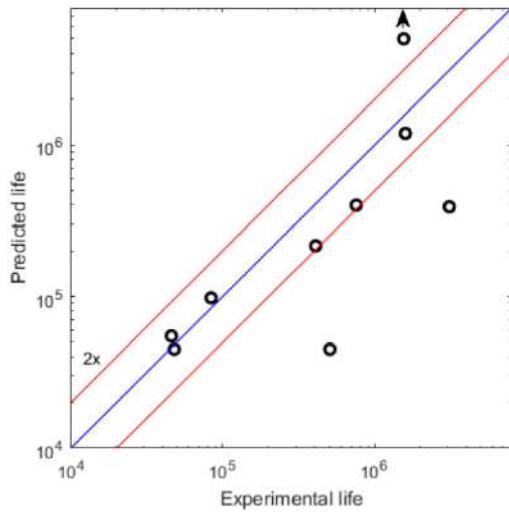


Fig. 7. Predicted life vs. experimental life.

Another important aspect that is to be discussed is related to the embedded to superficial crack transition. As was hypothesized before, a very close correlation between experimental fracture surface bright region (Figure 2) observed and embedded crack shape just before transition took place was found in most simulations. This confirms cracks are evolving with an elliptical shape until the very moment in which embedded to superficial crack transition takes place.

Moreover, the embedded cracks reach a state where the remaining ligament is almost inexistent, once again matching fracture surfaces observed.

Those critical defects that were considered as blunt defects showed a drastic stress gradient in their vicinity, according to the finite element model. Since initiation life depends directly on SWT average value, very short initiation lengths were obtained, ranging from 5 to 15 μm . This means that, as initiation lengths became longer, the initiation life increment due to average SWT decrement was more important than propagation life reduction due to longer initial crack.

6.- CONCLUSIONS

A systematic procedure to complete a fatigue crack growth simulation is described in a test with a stress gradient due to external load and residual stress distribution and a titanium alloy obtained from additive manufacturing. For a given internal defect, provided its location within the specimen and its geometry, fatigue resistance is estimated.

Two different defect types have been observed: blunt and crack like defects. Each type comes from a different

phenomenon and has an important influence on fatigue life.

An elliptical bright region was observed with the naked eye in a position tangent to the free surface. The shape of this region was correlated to the embedded crack shape at the very moment when embedded to superficial crack transition took place.

Superficial cracks rapidly lead to final failure of the specimen, so embedded to superficial crack transition usually means catastrophic failure in very few cycles.

7.- BIBLIOGRAPHY

- [1] Sanaei, N., Fatemi, A., Phan, N., 2019. Defect characteristics and analysis of their variability in metal L-PBF additive manufacturing. *Materials & Design* 182, 108091.
- [2] Yates, J.R., Efthymiadis, P., Antonysamy, A.A., Pinna, C., Tong, J., 2019. Do additive manufactured parts deserve better? *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 42, 2146–2154.
- [3] Sterling, A.J., Torries, B., Shamsaei, N., Thompson, S.M., Seely, D.W., 2016. Fatigue behavior and failure mechanisms of direct laser deposited Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering: A* 655, 100–112.
- [4] Wang, Y., Zhang, S.q., Tian, X.j., Wang, H.m., 2013. High-cycle fatigue crack initiation and propagation in laser melting deposited tc18 titanium alloy. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials* 20, 665–670.
- [5] Solberg, K., Guan, S., Razavi, S.M.J., Welo, T., Chan, K.C., Berto, F., 2019. Fatigue of additively manufactured 316L stainless steel: The influence of porosity and surface roughness. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 42, 2043–2052.
- [6] Navarro, C., Vázquez, J., Domínguez, J., 2011. A general model to estimate life in notches and fretting fatigue. *Engineering Fracture Mechanics* 78, 1590–1601.
- [7] Viera-Viera, C., 2019. Comportamiento a fatiga de piezas de titanio (Ti-6Al-4V) fabricadas mediante *selective laser melting*.
- [8] Zhai, Y., Galarraga, H., Lados, D.A., 2016. Microstructure, static properties, and fatigue crack growth mechanisms in Ti-6Al-4V fabricated by additive manufacturing: Lens and ebm. *Engineering failure analysis* 69, 3–14.
- [9] Fatemi, A., Molaei, R., Sharifimehr, S., Phan, N., Shamsaei, N., 2017. Multiaxial fatigue behavior of wrought and additive manufactured Ti-6Al-4V including surface finish effect. *International Journal of Fatigue* 100, 347–366.
- [10] Center, N.J.S., 2004. Fatigue crack growth computer program NASGRO version 4.11-reference manual.
- [11] Berger, C., Maschinenbau, F.F., 2009. Fracture mechanics proof of strength for engineering components. VDMA.

PROPAGACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA DE LA POLIAMIDA 12: FABRICACIÓN ADITIVA FRENTE A MOLDEO POR INYECCIÓN

A. Salazar*, A. J. Cano, M. Martínez, J. Rodríguez

Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales.
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos.
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España
* Persona de contacto: alicia.salazar@urjc.es

RESUMEN

Este artículo tiene como objetivo comparar el comportamiento de crecimiento de grietas por fatiga de la poliamida 12 procesada mediante la técnica de fabricación aditiva, como el Sinterizado Selectivo por Láser (SLS) y la técnica convencional, como el Moldeo por Inyección (IM). Debido a la anisotropía intrínseca de la técnica SLS, las muestras se ensayaron aplicando la carga paralela y perpendicularmente a la dirección de procesado. Se prestará especial atención a los mecanismos de deformación y rotura para explicar las diferencias observadas en los parámetros de crecimiento de grietas por fatiga.

PALABRAS CLAVE: propagación de grietas por fatiga, poliamida 12, Sinterizado Selectivo por Láser, Moldeo por Inyección

ABSTRACT

This article aims to compare the fatigue growth behaviour of polyamide 12 processed by the additive manufacturing technique, such as Selective Laser Sintering (SLS) and conventional technique, such as Injection Molding (IM). Due to the intrinsic anisotropy of the SLS technique, the samples were tested by applying the load parallel and perpendicular to the building direction. Special attention will be given to the mechanisms of deformation and failure to explain the differences observed in fatigue crack growth parameters.

KEYWORDS: fatigue crack growth behaviour, polyamide 12, selective laser sintering, injection molding

INTRODUCCIÓN

En los últimos años, las técnicas de Fabricación Aditiva (FA) han atraído no sólo el interés de la comunidad científica sino también de los ingenieros de diferentes sectores tecnológicos. Tanto los materiales como algunos de los procesos de fabricación han alcanzado unos niveles de calidad tales que han pasado de producir prototipos con propiedades muy pobres e irreproducibles a fabricar piezas finales con propiedades comparables a las obtenidas mediante técnicas convencionales.

El Sinterizado Selectivo por Láser (*Selective Laser Sintering*, SLS) es una técnica de FA, en la que un láser barre de forma selectiva la superficie de una capa de polvo, fundiéndola y sinterizándola con la capa inferior, produciendo una pieza con alta complejidad geométrica en tiempo reducido y sin necesidad de herramientas. A diferencia de otras técnicas FA, SLS permite la fabricación de piezas de una amplia familia de materiales incluyendo polímeros, metales y varios tipos de materiales compuestos. Entre los polímeros, destaca la poliamida 12 (PA12), ideal para esta técnica por su gran

separación entre las temperaturas de fusión y de cristalización, baja viscosidad del fundido y alta tensión superficial [1]. Además, se caracteriza por ser el termoplástico más ligero, tener buena resistencia al impacto, excelentes propiedades mecánicas y elevada resistencia a la fatiga, unido a un coste bajo. Esto la convierte en un material muy atractivo para el transporte aeronáutico y aeroespacial, para la construcción de automóviles, en la ingeniería biomédica, en aplicaciones eléctricas y en el sector deportivo.

En el contexto del automóvil o de la industria aeronáutica, muchas de las partes internas están sometidas a cargas dinámicas, e incluso aunque éstas no estén aplicadas directamente en la pieza, la interacción de toda la estructura con la carretera o con el ambiente circundante pueden causar cargas dinámicas aplicadas a los componentes internos. Por otro lado, los implantes biomédicos, debido a sus formas complejas, experimentan una combinación de carga estática y dinámica durante su vida en servicio.

Recientemente, la investigación en el comportamiento a fatiga de piezas poliméricas de PA12 fabricadas por SLS ha proliferado principalmente en piezas planas, investigando el efecto de la geometría [2], de las propiedades físicas (densidad, rugosidad) [3-5], de la frecuencia [6] o de la dirección de aplicación de carga con respecto a la orientación de las capas [6-7]. Sin embargo, los trabajos que abordan el estudio de la propagación de grietas por fatiga de la SLS PA12 según la aproximación de la Mecánica de la Fractura son muy escasos, a pesar de que la etapa de propagación de grietas por fatiga puede suponer un porcentaje importante del tiempo de vida en servicio. Salazar et al. analizaron el efecto de la temperatura y del tipo de refuerzo en las curvas de propagación de grietas por fatiga de la SLS PA12 [8], así como las diferencias con la PA11 [9]. Blattmeier et al [10] y Cano et al [11] analizaron el efecto de la dirección de aplicación de carga con respecto a la orientación de las capas. Mientras que los primeros no observaron efecto de la orientación, los segundos detectaron un comportamiento ligeramente peor en el comportamiento a fatiga cuando la carga se aplicaba perpendicularmente a la orientación de las capas. En cualquier caso, aún no existen estudios comparativos de las curvas de propagación por fatiga de la PA12 procesada por SLS y procesada por técnicas convencionales. Es por ello que este trabajo tiene como objetivo estudiar las propiedades mecánicas, el comportamiento a fractura, y la propagación de grietas por fatiga en PA12 procesada por moldeo por inyección, y comparar los resultados obtenidos con los de la PA12 procesada por SLS. El estudio se extenderá al análisis de los mecanismos de deformación y rotura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

El material estudiado en este trabajo fue la Poliamida 12 (PA12). En las probetas procesadas por SLS, se empleó polvo perteneciente a la familia EOS y comercializado bajo la denominación PA2200, con una distribución de tamaño en el intervalo entre 40 μm y 90 μm . Las muestras fueron fabricadas por Prodintec, España, utilizando el equipo EOS Formiga P-100 LS que dispone de un láser de CO₂. Los parámetros de procesado fueron: altura de capa de 0,2 mm, temperatura de la cámara 135,5 °C, temperatura de la cama de polvo 171,5 °C y una potencia del láser de 25 W. Las probetas moldeadas por inyección (MI) fueron producidas por Aries Industrias del Plástico, S.A., utilizando PA12 en forma de grana comercializado bajo el nombre Vestamid.

2.2. Caracterización física y térmica

La técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido se empleó para obtener el grado de cristalinidad (χ_c), la temperatura de transición vítrea (T_g), la temperatura de cristalización (T_c) y la temperatura de fusión (T_f),

utilizando velocidades de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/min.

2.3. Caracterización mecánica y a fractura

Las propiedades mecánicas fueron medidas mediante ensayos de tracción utilizando probetas tipo halterio cuyas dimensiones corresponden a las probetas tipo IV según la norma ASTM E638, correspondiente a un fuste de 33 mm, un ancho de 6 mm y un espesor de 4 mm. Por otro lado, para los ensayos de fractura se empleó la configuración compacta (*Compact Tension*, CT) según la norma ASTM E1820 con unas dimensiones de 40 mm de ancho y 10 mm de espesor, y una entalla inicial de 16 mm de longitud. La agudización de la entalla se realizó mediante golpe seco de cuchilla en entalla (*tapping*), hasta que se obtenga una relación longitud de grieta inicial frente a la anchura de entre 0,45 y 0,7. En el caso de las probetas SLS, se realizaron probetas con dos orientaciones diferentes atendiendo a la posición en la cama de fabricación. En las Figuras 1 y 2, se observa que el plano de fusión está formado por las direcciones x e y mientras que la dirección perpendicular, z, es la dirección de crecimiento. Las probetas con denominación "PARA", la fuerza aplicada coincide con la dirección x, y en las denominadas "PERP", la fuerza aplicada coincide con la dirección z.

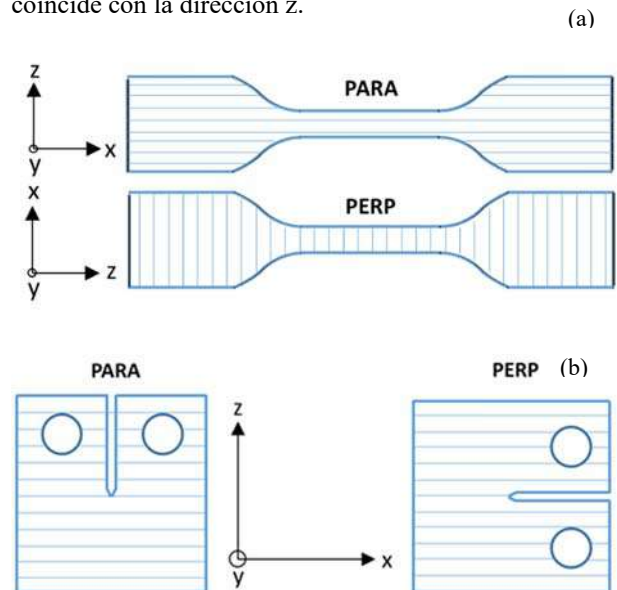


Figura 1. (a) Probetas halterio y (b) probetas compactas. Las líneas indican la orientación de cada capa (dirección z perpendicular a las capas de material).

Las propiedades mecánicas y de fractura se midieron a 23°C y en control de posición a una velocidad del puente de 5 mm/min. Los ensayos se realizaron en un máquina hidráulica universal de ensayos mecánicos MTS 810 Materials Testing con una célula de carga de ± 5 kN. La deformación longitudinal se midió con un extensómetro de contacto (MTS 634.12F-54) y con un videoextensómetro VIC 2D, con el que se obtuvo la deformación transversal. En los ensayos de fractura, la

apertura de la grieta se midió con un transductor de desplazamiento acoplado en el extremo de la entalla de +3.9 mm/-2 mm de recorrido (MTS 632.02F-20). Se ensayaron 5 probetas por tipo de procesado y por orientación en las probetas SLS en cada caracterización.

2.4. Caracterización a fatiga

Los ensayos de fatiga para la determinación de las curvas de propagación se obtuvieron en probetas compactas, al igual que las empleadas en la caracterización a fractura. La única diferencia fue que la entalla tenía una longitud de 8 mm en vez de 16 mm. La grieta afilada se introdujo mediante golpe seco de cuchilla en entalla, garantizando el crecimiento de una grieta natural de al menos 2 mm para evitar el efecto de la entalla mecanizada. Los ensayos se realizaron en un máquina hidráulica universal de ensayos mecánicos MTS 810 Materials Testing con una célula de carga de ± 5 kN midiendo la apertura de la grieta con un transductor de desplazamiento acoplado en el extremo de la entalla de +3.9 mm/-2 mm de recorrido (MTS 632.02F-20). Se siguieron las recomendaciones de la norma ASTM E647, realizando ensayos a 23 ° C, frecuencia de 1 Hz, relación de cargas, $R=0.1$ e imponiendo una onda de carga sinusoidal. Se llevaron a cabo ensayos con una amplitud de carga constante y ensayos con amplitud de carga decreciente, éstos últimos con un escalón de decrecimiento o variación normalizada del parámetro de control de -0.05 mm^{-1} . Los primeros permitieron obtener la curva de propagación mientras que los segundos proporcionaron el valor umbral. El número de ensayos por tipo de procesado y orientación en las probetas SLS fue de 15.

Para describir las leyes de propagación de grietas por fatiga se ha utilizado el parámetro de control $\Delta\sqrt{G}$ [12]:

$$\Delta\sqrt{G} = \sqrt{G_{max}} - \sqrt{G_{min}} = \Delta P \sqrt{\frac{1}{2B} \frac{dC}{da}} \quad (1)$$

Y para la ley de crecimiento, una expresión análoga a la expresión propuesta por Paris:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta\sqrt{G})^n \quad (2)$$

Las superficies de fractura de los ensayos de fatiga se analizaron usando microscopía electrónica de barrido para determinar los micromecanismos de fallo, utilizando un microscopio HITACHI S3400N.

3. RESULTADOS

3.1. Propiedades térmicas

La Tabla 1 recoge las propiedades térmicas de las probetas MI y procesadas por SLS en las orientaciones PARA y PERP. Como se observa, no existen diferencias significativas entre las probetas SLS en las dos orientaciones, ni entre éstas y las probetas moldeadas por inyección.

Tabla 1. Propiedades térmicas de PA12 procesada por moldeo por inyección (MI) y por SLS en la orientación PARA y PERP.

	χ_c (%)	T_g (°C)	T_c (°C)	T_f (°C)
MI	34,3	56,5	150,6	179,4
PARA	34,4	55,4	147,8	183,1
PERP	34,9	54,6	140,2	184,0

3.2. Propiedades mecánicas

La Tabla 2 muestra valores del módulo elástico, E, el coeficiente de Poisson, ν , de la tensión de cedencia, σ_T , y la deformación a rotura, ϵ_R , de la PA12 procesada por moldeo por inyección y por SLS en las orientaciones PARA y PERP [13]. También recoge el valor crítico de la integral J, J_{IC} , obtenido siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM E1820.

Tabla 2. Propiedades mecánicas de la PA12 fabricada por moldeo por inyección (MI) y por SLS en las orientaciones PARA y PERP [13].

	Tracción				Fractura
	E (GPa)	ν	σ_T (MPa)	ϵ_R (%)	J_{IC} (kJ/m ²)
MI	1,29 ± 0,04	0,46 ± 0,02	48 ± 1	58 ± 4	6,1 ± 1,9
SLS-PARA	1,64 ± 0,03	0,43 ± 0,02	47 ± 1	27 ± 2	7,0 ± 0,6
SLS-PERP	1,58 ± 0,04	0,41 ± 0,01	44 ± 2	10 ± 4	6,7 ± 1,2

La única diferencia entre las probetas SLS ensayadas en la orientación PARA y PERP se encontró en la deformación a rotura, la cual fue casi tres veces mayor en la orientación PARA. En segundo lugar, los resultados en las probetas MI fueron similares a los encontrados en la bibliografía [7], y si se comparan con los obtenidos de las probetas SLS, las diferencias más importantes se encontraron de nuevo en la deformación a rotura, que fue el doble que la de las probetas SLS en la orientación PARA. En cambio, el módulo elástico y la energía específica de rotura fueron ligeramente inferiores a los obtenidos en las probetas SLS.

3.3. Comportamiento a fatiga

Las Figuras 3a, 3b y 3c muestran las curvas de propagación de los ensayos de $\Delta\sqrt{G}$ creciente en las probetas MI y SLS PARA y PERP, respectivamente. todas ellas presentaron la dispersión propia de la fatiga. La Tabla 3 recoge los valores promedio de los coeficientes C y exponentes n utilizados en la ley de propagación (ec. 2), mostrados esquemáticamente en la Figura 3. En primer lugar, las diferencias no fueron muy significativas, aunque pudo observarse que: las pendientes de las curvas MI y SLS PERP fueron prácticamente idénticas y mayores que la de las SLS PARA; el peor comportamiento a fatiga fue el de las probetas SLS PERP, el mejor el de las SLS PARA, y el de las probetas inyectadas se encontraba justo en medio.

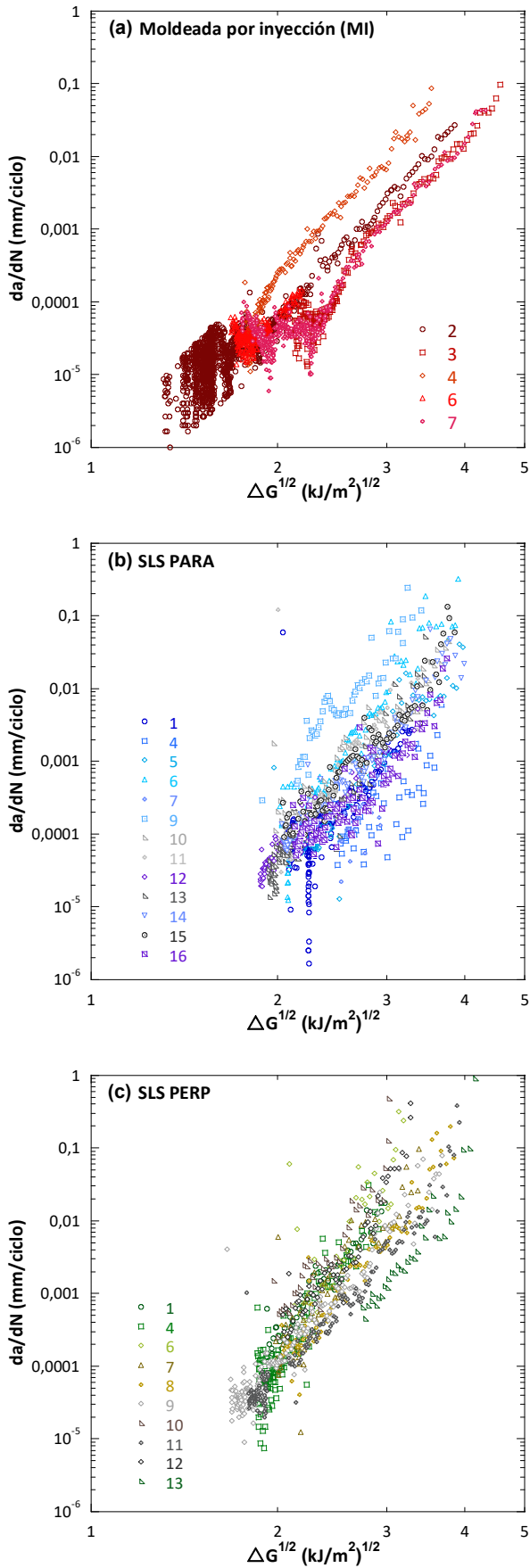


Figura 2. Curvas de propagación da/dN vs $\Delta\sqrt{G}$ de las probetas (a) MI, (a) SLS PARA y (b) SLS PERP de la PA12.

Tabla 3. Valores promedio del coeficiente C y el exponente n de la ley de Paris (ec. 2) y valores umbrales de $\Delta\sqrt{G}$ obtenidos a partir de las probetas PA12 fabricadas por MI y SLS para las orientaciones PARA y PERP.

	$\Delta\sqrt{G}$ creciente		$\Delta\sqrt{G}$ decreciente
	C (mm,ciclo,N/m)	n	$\Delta\sqrt{G}_{th} \left(\sqrt{\frac{kJ}{m^2}} \right)$
MI	$2,0 \cdot 10^{-7}$	$9,0 \pm 0,4$	$1,1 \pm 0,2$
SLS-PARA	$8,2 \cdot 10^{-7}$	$7,0 \pm 1,0$	$1,8 \pm 0,2$
SLS-PERP	$6,1 \cdot 10^{-7}$	$9,4 \pm 1,8$	$1,76 \pm 0,03$

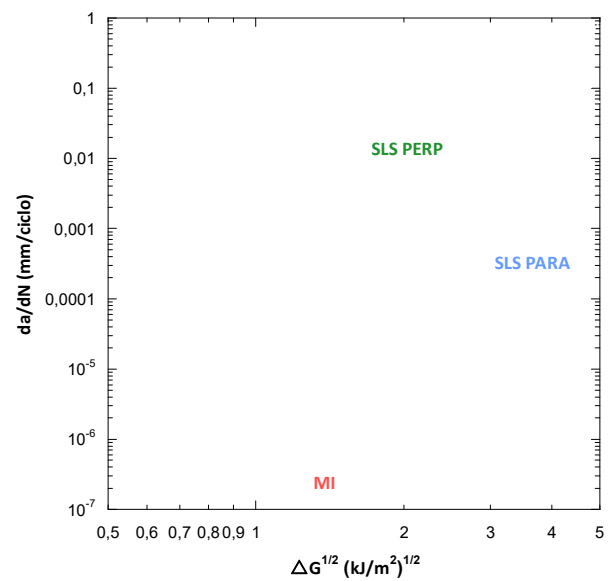


Figura 3. Envolventes de las curvas de propagación da/dN vs $\Delta\sqrt{G}$ de las probetas MI, SLS PARA y SLS PERP de la PA12.

La Tabla 3 también muestra los valores umbrales de $\Delta\sqrt{G}$ determinados experimentalmente, $\Delta\sqrt{G}_{exp}$, a partir de los ensayos de $\Delta\sqrt{G}$ decreciente. Las probetas SLS presentaron una mayor resistencia al inicio de la propagación de la fisura por fatiga, sin apenas diferencias entre las orientaciones, y con valores umbrales experimentales más altos que los de la probeta inyectada.

La Figura 4 recoge las superficies de fractura a bajo número de aumentos obtenidos de los ensayos de fatiga. Una de las principales diferencias es que las superficies de fractura de la PA12 procesadas por SLS (Figuras 4b y 4c) presentaban gran cantidad de poros y eran mucho más rugosas que las de las probetas fabricadas por moldeo por inyección (Figura 4a). En cambio, el estudio a mayor número de aumentos mostró que el mecanismo de deformación y rotura era en realidad el mismo. La característica principal es la formación y crecimiento de crazes (Figura 5), con deformación de los filamentos de

material amorfo donde se observan marcas propias de la fatiga, más tenues en las probetas inyectadas (Figura 6a) que en las procesadas por SLS (Figura 6b).

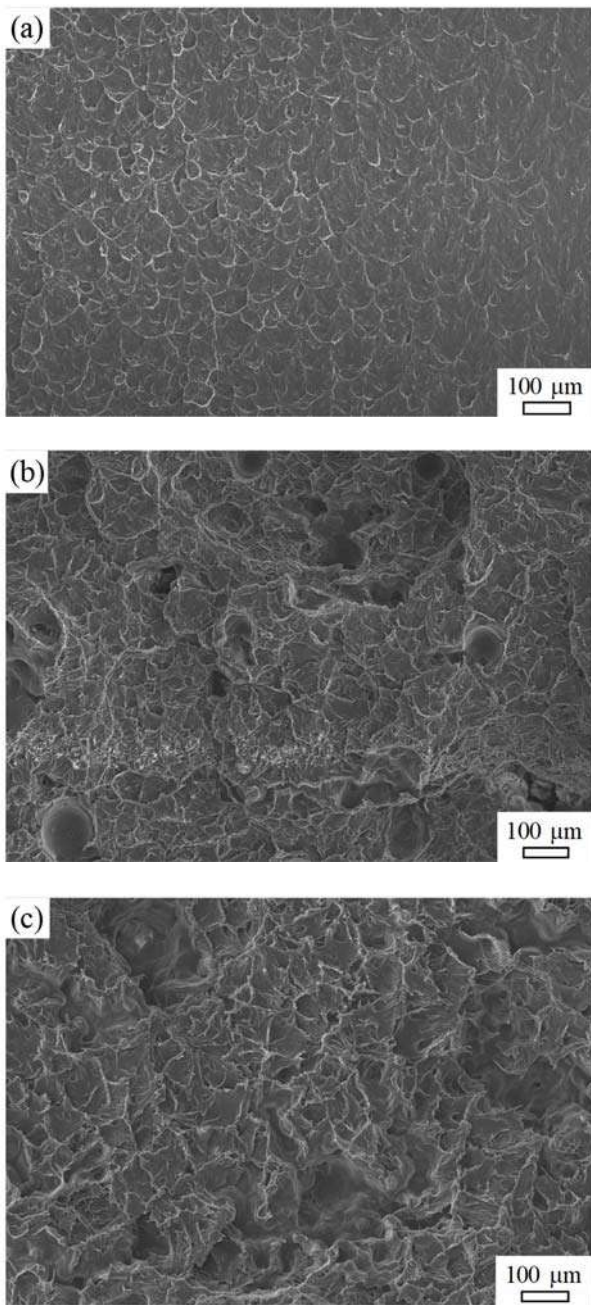


Figura 4. Superficies de fractura a bajo número de aumentos de las probetas PA12 procesadas por (a) MI, (b) SLS PARA y (c) SLS PERP.

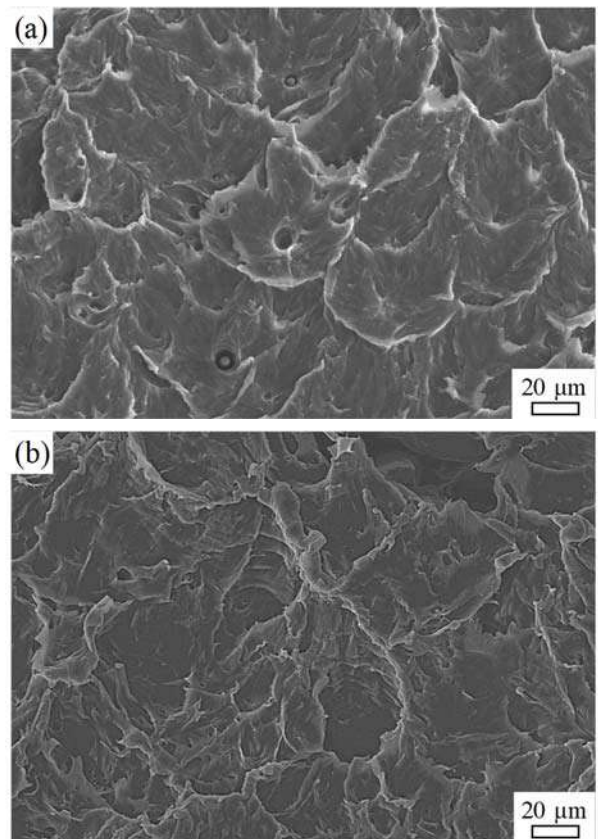


Figura 5. Superficies de fractura de la PA12 procesada por (a) MI, (b) SLS PARA, en el que se observa el mecanismo de fallo.

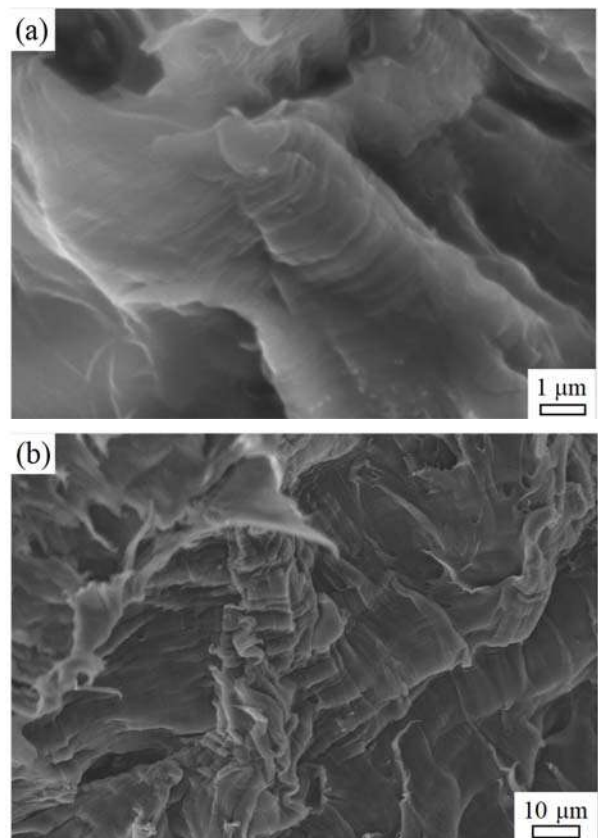


Figura 6. Marcas de fatiga en el material amorfo deformado de la PA12 procesada por (a) MI y (b) SLS PERP.

4. CONCLUSIONES

Este trabajo estudia las propiedades térmicas, mecánicas y de propagación de grietas por fatiga de la PA12 procesada por de moldeo por inyección y por la técnica de fabricación aditiva de Sinterizado Selectivo por Láser (SLS). Debido a que la técnica de fabricación aditiva puede inducir una microestructura anisótropa, como consecuencia del crecimiento capa a capa, se analizaron las propiedades cuando la carga se aplicaba en la dirección paralela (PARA) y perpendicular (PERP) a la orientación de las capas.

En relación a las propiedades térmicas, no se observaron diferencias entre las probetas preparadas por las diferentes técnicas de procesado. El comportamiento mecánico y a fractura fue también muy similar. La única diferencia apreciable apareció en la deformación a rotura, con un valor muy superior en el material inyectado que en el procesado por SLS. Entre las probetas procesadas por FA, los valores mayores se alcanzaron cuando las probetas eran ensayadas con la carga aplicada en la dirección paralela a la orientación de las capas.

El comportamiento de las curvas de propagación de grietas por fatiga fue también muy similar. Todas las curvas se encontraban en una misma banda con la dispersión habitual de la fatiga y las que presentaron mejor comportamiento fueron las probetas SLS ensayadas con la carga aplicada paralelamente a la orientación de las capas. El comportamiento de las probetas inyectadas fue muy similar al de las probetas SLS ensayadas con la carga aplicada en la dirección perpendicular a las capas, siendo éstas las que presentaron el peor comportamiento. También se midió el valor umbral del parámetro control, obteniendo un valor menor en las probetas inyectadas que en las SLS, sin diferencias significativas en los valores correspondientes a las dos orientaciones ensayadas. Por último, el mecanismo de deformación y rotura fue, en todos los casos, la formación y crecimiento de *crazes*, aunque se observó una diferencia clara en las superficies de fractura de las probetas SLS: eran mucho más rugosas y con gran porosidad en comparación con las inyectadas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Economía y Competitividad la financiación a través del proyecto DPI2016-80389-C2-1-R.

REFERENCIAS

[1] S. Dupin, O. Lame, C. Barrès, J. Y. Charneau, Microstructural origin of physical and mechanical properties of polyamide 12 processed by laser sintering. *European Polymer Journal* (2012) 48: 1611-1621.

[2] H. Amel, J. Rongong, H. Moztaezadeh, N. Hopkinson, Effect of section thickness on fatigue

performance of laser sintered nylon 12. *Polymer Testing* (2016) 53: 204-210.

- [3] H. Amel, H. Moztaezadeh, H. J. Rongong, N. Hopkinson, Investigating the behaviour of laser-sintered nylon 12 parts subject to dynamic loading. *Journal of Materials Research* (2014): 1852-1858.
- [4] B. Van Hooreweder, F. De Coninck, D. Moens, R. Boonen, P. Sas, Microstructural characterization of SLS-PA12 specimens under dynamic tension/compression excitation. *Polymer Testing* (2010) 29: 319-326.
- [5] J. Munguia, K. Dalgarno, Fatigue behaviour of laser sintered nylon 12 in rotating and reversed bending tests. *Materials Science and Technology* (2015) 31: 904-911.
- [6] J. Munguia, K. Dalgarno, Fatigue behaviour of laser-sintered PA12 specimens under four-point rotating bending. *Rapid Prototyping Journal* (2014) 20: 291-300.
- [7] B. Van Hooreweder, D. Moens, R. Boonen, J. P. Kruth, P. Sas, On the difference in material structure and fatigue properties of nylon specimens produced by injection molding and selective laser sintering. *Polymer Testing* (2013) 32: 972-981.
- [8] A. Salazar, A. Rico, J. Rodríguez, J. Segurado, R. Seltzer, F. Martin de la Escalera, Fatigue crack growth of SLS polyamide 12: effect of reinforcement and temperature. *Composites Part B-Engineering* (2014) 59: 285-292.
- [9] A. Salazar, A. Rico, J. Rodríguez, J. Segurado, R. Seltzer, F. Martin de la Escalera, Monotonic loading and fatigue response of a bio-based polyamide PA11 and a petrol-based polyamide PA12 manufactured by selective laser sintering. *European Polymer Journal* (2014) 59: 36-45.
- [10] M. Blattmeier, G. Witt, J. Wortberg, J. Eggert, J. Toepker, Influence of surface characteristics on fatigue behavior of laser sintered plastics. *Rapid Prototyping Journal* (2012) 18: 161-171.
- [11] A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez, Effect of the orientation on the fatigue crack growth of polyamide 12 manufactured by selective laser sintering. *Rapid Prototyping Journal* (2019) 25: 820-829.
- [12] A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez, Evaluation of different crack driving forces for describing the fatigue crack growth behaviour of PET-G. *International Journal of Fatigue* (2018) 107: 27-32.
- [13] A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez, Effect of temperature on the fracture behaviour of polyamide 12 and glass-filled polyamide 12 processed by selective laser sintering. *Engineering Fracture Mechanics* (2018) 203: 66-80.

ANÁLISIS DEL FALLO DE LA POLIAMIDA 12 PROCESADA POR FABRICACIÓN ADITIVA: MODELIZACIÓN SEGÚN LA MECÁNICA DE LA FRACTURA

A. Cano*, A. Salazar, J. Rodríguez

Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos.
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España
* Persona de contacto: alberto.cano@urjc.es

RESUMEN

Este artículo describe los mecanismos de fallo de las probetas ensayadas a fatiga para la determinación de las curvas S-N de la poliamida 12 procesada por la técnica de Fabricación Aditiva conocida como Sinterizado Selectivo por Láser. A partir del análisis de la morfología de las superficies de fractura, se delimitó la extensión del daño, es decir, los límites asociados a la zona de propagación de grietas antes de que ocurriera la inestabilidad. La forma geométrica final de las probetas de fatiga con una zona de crecimiento de grieta pudo asemejarse a probetas Single Edge Notched Tension y, por tanto, se derivó la tenacidad de fractura. Estos resultados se compararon con los medidos siguiendo los procedimientos estandarizados para la determinación de los parámetros de fractura de los polímeros mediante la aplicación de las aproximaciones de la Mecánica de la Fractura.

PALABRAS CLAVE: poliamida 12, Sinterizado Selectivo por Láser, fatiga, análisis del fallo

ABSTRACT

This work describes the failure mechanisms of the fatigue tested specimens employed for the modification of the S-N curves of the polyamide 12 processed by the Additive Manufacturing technique such as Selective Laser Sintering. From the analysis of the morphology of the fracture surfaces, the extent of the damage was delimited, that is, the limits associated with the area of crack propagation before instability occurred. The final geometric shape of the fatigue specimens with a crack growth zone could resemble the Single-Edge Notch Tension specimens and, therefore, fracture toughness was computed. These results were compared with those obtained following the standardized procedures for the determination of the fracture parameters of polymers by applying the Fracture Mechanics approximations.

KEYWORDS: polyamide 12, Selective Laser Sintering, fatigue, failure analysis

1. INTRODUCCIÓN

El proceso de rotura por fatiga mecánica en metales se desarrolla en tres etapas. La primera es la nucleación de la grieta, generada en puntos de la superficie donde existen concentradores de tensión y en granos cuya orientación genera tensiones cortantes máximas en los planos de deslizamiento. La segunda etapa es la propagación, que puede dividirse en dos fases: en la primera se generan microgrietas, llamadas así por ser de tamaño comparable al de los elementos característicos de la microestructura y está controlada por las tensiones cortantes dentro del grano; en la segunda fase se produce la unión de varias microgrietas generando una grieta a escala macroscópica que se propaga controlada por el esfuerzo normal a su plano de propagación. La última etapa es la de rotura, que ocurre cuando la grieta alcanza un valor crítico, estando regida por las tensiones

tangenciales máximas, lo que conlleva una rotura dúctil, o bien una fractura inestable. La duración de cada etapa depende del nivel de tensión. Así, para niveles de tensión altos, buena parte de la vida en fatiga está asociada con las fases de propagación de microgrietas y grietas macro, pero para niveles de tensión bajos, la mayor parte de la vida a fatiga se emplea en las etapas de nucleación y crecimiento de microgrietas [1-2].

A diferencia de los metales, aún no existe una comprensión de las etapas que aparecen en el proceso de fatiga de materiales poliméricos, el cual es muy sensible a parámetros estructurales como la morfología y grado de cristalinidad, a variables de carga como el nivel de tensión, la frecuencia o la forma de la onda de carga, o a condiciones externas como la temperatura y la humedad. El estudio de la fatiga de materiales poliméricos es más bien escaso, aunque se han identificado dos tipos de

fatiga: fatiga térmica, donde la rotura ocurre por ablandamiento térmico e incluso fusión debido al calentamiento masivo por histéresis; fatiga mecánica, donde se produce el inicio de la grieta por fatiga, seguido de una propagación estable hasta la rotura, como en metales [3-4]. El aumento de temperatura en la fatiga térmica es un fenómeno dependiente de la frecuencia, que es inherente a los materiales poliméricos debido a su naturaleza viscoelástica. La histéresis surge del desfase entre las tensiones y deformaciones en el material, tanto más acusado cuanto mayor es la frecuencia. En cambio, la fatiga mecánica se desarrolla a bajas frecuencias, con niveles de tensión comprendidos entre $\frac{1}{4}$ y $\frac{1}{2}$ de la tensión de cedencia del material. No obstante, se han documentado fallos por fatiga mecánica en materiales poliméricos, independientes de la frecuencia, a altos niveles de tensión. Según Shultz [5], existe una clara distinción entre los dos, porque la fatiga térmica es un proceso de rotura en el que puede no haber una grieta, mientras que la fatiga mecánica es un proceso de separación física en el que se produce una superficie de fractura plana [6-7].

El grado de conocimiento alcanzado en algunas de las técnicas de Fabricación Aditiva (FA) en materiales poliméricos está propiciando el desarrollo de piezas finales con propiedades comparables a las obtenidas mediante técnicas convencionales, lo que ha despertado el interés de sectores tecnológicos entre los que destacan el de la automoción, el aeronáutico o el biomédico. La razón estriba en que las técnicas FA permiten fabricar piezas personalizadas sin limitación geométrica y sin necesidad de utillaje y/o herramienta en tiempos muy cortos. Muchas de las piezas funcionales utilizadas en los sectores previamente descritos van a estar sometidos a cargas dinámicas, por lo que se hace imprescindible avanzar en el estudio de la fatiga de materiales poliméricos [8]. Por ello este trabajo tiene como objetivo analizar el fallo por fatiga de la poliamida 12 (PA12) procesada por la técnica FA de Sinterizado Selectivo por Láser (*Selective Laser Sintering*, SLS). Para ello, se realizaron ensayos de fatiga en probetas planas a frecuencias bajas. Sobre la superficie de fractura, se estudiaron los mecanismos de deformación y rotura y se delimitaron las zonas asociadas a las distintas etapas del proceso de rotura en fatiga. A continuación, se aplicó la aproximación de la Mecánica de la Fractura para obtener los parámetros de fractura que fueron comparados con los obtenidos mediante ensayos estandarizados. Este estudio se realizó para dos orientaciones de carga, ya que las técnicas FA son técnicas de fabricación capa a capa que pueden inducir una microestructura anisótropa en el material.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado en este trabajo fue la Poliamida 12 (PA12). Las probetas fueron procesadas por SLS, empleando polvo perteneciente a la familia EOS comercializado bajo la denominación PA2200. La

distribución de tamaño estaba en el intervalo entre $40 \mu\text{m}$ y $90 \mu\text{m}$. Las muestras fueron fabricadas por Prodintec, España, utilizando el equipo EOS Formiga P-100 LS con un láser de CO_2 . Los parámetros de procesamiento fueron: altura de capa de $0,2 \text{ mm}$, temperatura de la cámara $135,5 \text{ }^\circ\text{C}$, temperatura de la cama de polvo $171,5 \text{ }^\circ\text{C}$ y una potencia del láser de 25 W .

El análisis térmico y microestructural indicó que la PA12 procesada por SLS es un material semicristalino, con un grado de cristalinidad del 35% y un tamaño de esferulita de $50 \pm 10 \mu\text{m}$, independientemente de la orientación [9].

Se fabricaron muestras con dos orientaciones diferentes atendiendo a la posición en la cama de fabricación. La Figura 1 muestra las direcciones x e y que forman el plano de fusión y la dirección z , que es la dirección de fabricación de crecimiento. En las probetas con denominación PARA, la fuerza aplicada coincide con la dirección x , y en las denominadas PERP, la fuerza aplicada coincide con la dirección z .

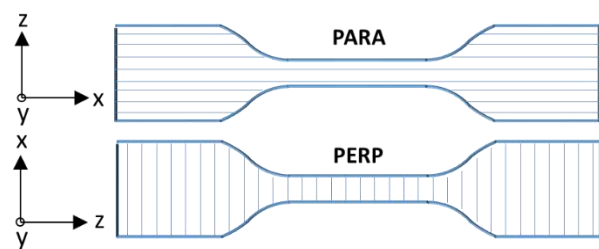


Figura 1. (a) Probetas halterio donde las líneas indican la orientación de cada capa (dirección z perpendicular a las capas de material)

Las propiedades mecánicas y a fractura medidas a 23°C y en control de posición a velocidad constante del puente de 5 mm/min para las dos orientaciones seleccionadas se muestran en la Tablas 1 y 2, respectivamente [9].

Tabla 1. Propiedades mecánicas de la PA12 fabricada por SLS con orientaciones PARA y PERP: módulo elástico (E), coeficiente de Poisson (ν), tensión de cedencia (σ_T) y alargamiento a rotura (ϵ_R) [9].

	E (GPa)	ν	σ_T (MPa)	ϵ_R (%)
PARA	$1,64 \pm 0,03$	$0,43 \pm 0,02$	47 ± 1	27 ± 2
PERP	$1,58 \pm 0,04$	$0,41 \pm 0,01$	44 ± 2	10 ± 4

Tabla 2. Propiedades de fractura la PA12 fabricada por SLS con orientaciones PARA y PERP: factor de intensidad de tensiones crítico (K_{IC}) y valor crítico de la integral J (J_{IC}) [9].

	K_{IC} ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	J_{IC} (kJ/m^2)
PARA	$3,3 \pm 0,2$	$7,0 \pm 0,6$
PERP	$2,9 \pm 0,2$	$6,7 \pm 1,2$

Para la obtención de las curvas S-N, se utilizó la configuración halterio con las siguientes dimensiones: 3 mm de espesor, 6 mm de ancho y 33 mm de longitud del fuste (Figura 1). Se ensayaron 32 probetas en la orientación PARA y 37 en la PERP, a 23°C en una máquina hidráulica universal de ensayos mecánicos MTS 810 *Materials Testing* con una célula de carga de ± 5 kN. La deformación se midió con un extensómetro de contacto con un recorrido de +4 mm/-2 mm (MTS 634.31F-24). Los ensayos se realizaron en amplitud de carga constante, imponiendo una onda de carga sinusoidal con una relación de cargas $R=0,1$ y a una frecuencia de 1 Hz, siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D7791. Se ensayaron 12 niveles de carga, con tensiones máximas de ciclo, σ_{max} , comprendidas entre $0,5875\sigma_t$ y $0,85\sigma_t$, con un mínimo de dos repeticiones por nivel. La duración máxima de estos ensayos fue de 10^6 ciclos.

Las superficies de fractura de los ensayos de fatiga se analizaron con un microscopio electrónico de barrido HITACHI S3400N para determinar los micromecanismos de fallo, detectar las zonas asociadas al proceso de rotura y cuantificarlas.

3. RESULTADOS

La Figura 2 muestra las curvas S-N de las probetas en la orientación PARA y PERP. Es evidente que las probetas ensayadas en la orientación PARA presentaron un mejor comportamiento a fatiga que las de la orientación PERP.

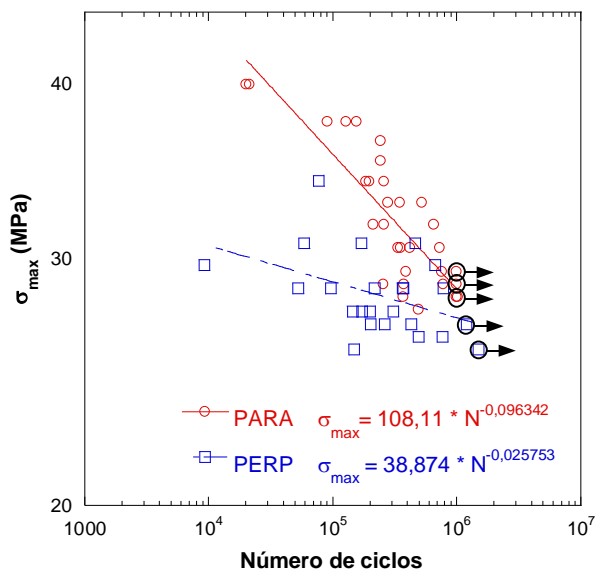


Figura 2. Curvas S-N de la PA12 PARA y PERP donde el símbolo $\circ \rightarrow$ indica los ensayos no rotos tras 10^6 ciclos.

El análisis de las superficies de fractura reveló la presencia de tres zonas (Figura 3): una zona de crecimiento subcrítico, una zona de transición y una zona de crecimiento inestable. La zona de crecimiento subcrítico presentó un mecanismo de deformación y

rotura consistente en la formación de *crazes*, cuyo crecimiento y coalescencia dieron lugar a una grieta. La propagación de esta grieta generó un patrón en forma de mosaico con un tamaño característico de alrededor de $50 \mu m$ (Figura 4), coincidente con el tamaño de las esferulitas. Esto indicó que la propagación de la grieta se encontró obstruida por las esferulitas, siendo atravesadas, en muchos casos, a lo largo de su plano ecuatorial.

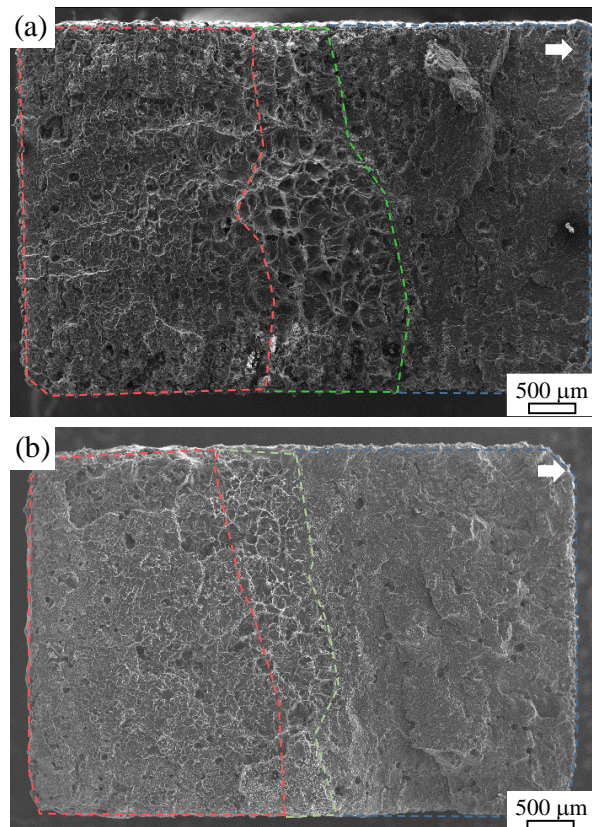


Figura 3. Superficies de fractura de la PA12 en la orientación (a) PARA y (b) PERP con zonas delimitadas por colores: en rojo, zona de crecimiento subcrítico; en verde, zona de transición; en azul zona de crecimiento inestable. La flecha señala la dirección de crecimiento de la fisura.

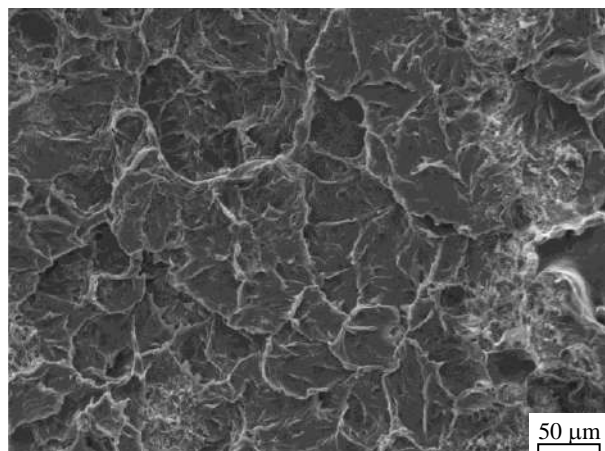


Figura 4. Zona de crecimiento subcrítico de grieta.

La zona de transición se caracterizó por una elevada deformación plástica, con los *crazes* ocultos por el

desgarro dúctil de los filamentos amorfos que los circundaban, los cuales estaban orientados a lo largo de la dirección de propagación de la fisura (Figura 5). Las marcas de fatiga pudieron observarse principalmente en estos filamentos amorfos (Figura 6a). La zona de transición era continua a la zona de fallo final o de crecimiento inestable, que estaba caracterizada por un patrón irregular (Figura 6b).

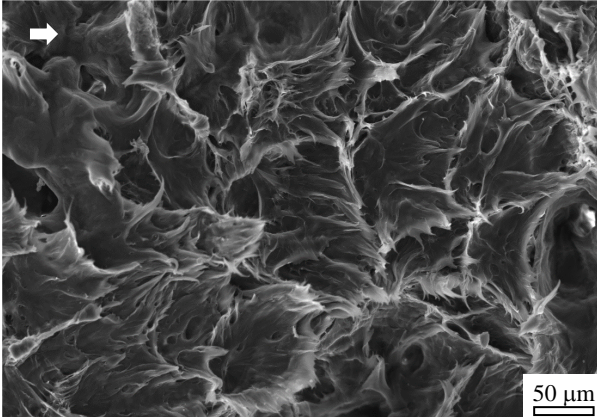


Figura 5. Zona de transición. La flecha señala la dirección de crecimiento de la fisura.

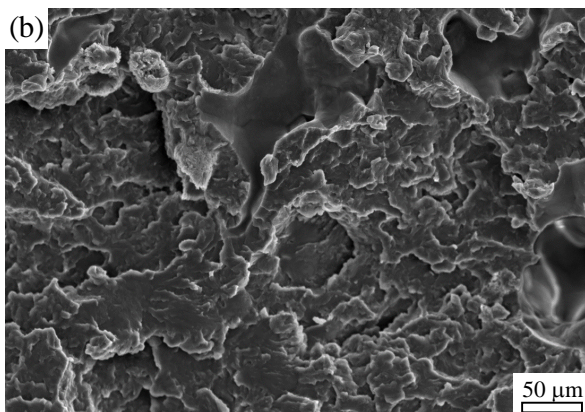
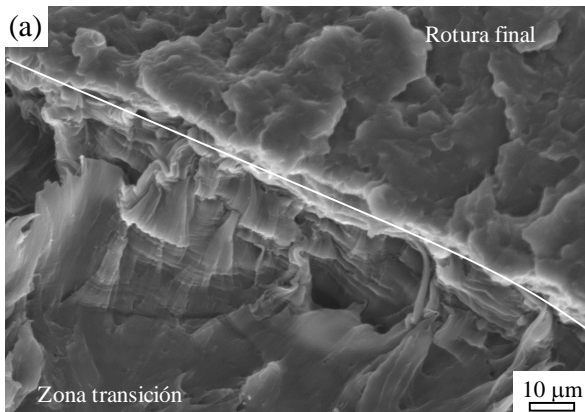


Figura 6. (a) Frontera entre zona de transición y zona de crecimiento de rotura inestable, y (b) detalle de la zona de crecimiento inestable.

Las tablas 3 y 4 recogen las dimensiones de las zonas de crecimiento subcrítico, a , y de transición, a_t , así como los valores estimados del factor de intensidad de tensiones

crítico, $K_{IC,est}$, y de la integral J, $J_{IC,est}$, calculados a partir de los ensayos de fatiga realizados a distintos niveles de tensión, $\frac{\sigma_{max}}{\sigma_t}$, para la PA12 PARA y PERP, respectivamente. Para calcular estas dos magnitudes, se aplicó la aproximación de la Mecánica de la Fractura en los ensayos de fatiga ya que las probetas con las áreas de crecimiento subcrítico de grieta pudieron asemejarse a probetas *Single Edge Notch Tension* (SENT), caracterizadas por el siguiente factor de intensidad de tensiones [10]:

$$K_{IC,est} = \frac{P}{BW} \sqrt{\pi a} f(\alpha) \quad (1)$$

donde a es la extensión de la zona de crecimiento subcrítico, B el espesor, W el ancho, P la fuerza máxima del ciclo de carga y $\alpha = a/W$, donde el factor de forma $f(\alpha)$ se obtuvo a partir de:

$$f(\alpha) = 0,2832 + 3,8497\alpha - 1,4885\alpha^2 + 9,9094\alpha^3 - 7,4188\alpha^4 \quad (2)$$

Como la zona de transición con gran deformación plástica fue muy amplia, también se determinó la integral J asociada al inicio de la propagación inestable, utilizando la expresión [10]:

$$J_{IC,est} = \frac{\eta U}{B(W-a)} \quad (3)$$

siendo U el área bajo curva fuerza – extensión de la rama de descarga del último ciclo antes de producirse la rotura, y η es un parámetro que depende de la configuración y para la probeta SENT era de [10]:

$$\eta = 1,067 - 1,767\alpha + 7,808\alpha^2 - 18,269\alpha^3 + 15,295\alpha^4 - 3,083\alpha^5 \quad (4)$$

Del análisis de las Tablas 3 y 4 se concluyó que a medida que el nivel de tensión del ensayo de fatiga era mayor, menor era el tamaño de la zona de crecimiento subcrítico y, curiosamente, también disminuyeron el tamaño de la zona de transición. Los ensayos de fatiga realizados hasta el nivel de tensión de 0,8 pudieron considerarse ensayos a alto número de ciclos y, apenas hubo diferencias en los valores de $K_{IC,est}$ y de $J_{IC,est}$. En cambio, a partir de niveles de tensión de 0,8, pudo apreciarse una disminución de $K_{IC,est}$ y un aumento de $J_{IC,est}$ con el nivel de tensión en el caso de la orientación PARA (Tabla 3), lo que indicaba un régimen de bajo número de ciclos. Además, el número de ciclos a rotura a esos niveles estaban en el entorno de

10⁴ ciclos (Figura 2) y las curvas fuerza-extensión se caracterizaron por presentar histéresis (Figura 7), no evidenciados, en ningún caso, para niveles de tensión menores a 0,8.

Tabla 3. Nivel de tensión del ensayo de fatiga, $\frac{\sigma_{max}}{\sigma_t}$, tamaño de la zona de crecimiento subcrítico, a , tamaño de la zona de transición, a_t , valores calculados del factor de intensidad de tensiones $K_{IC,est}$, y de la integral J , $J_{IC,est}$, de la PA12 con orientación PARA. En negrita se muestran el promedio de todos los ensayos excepto los valores de las probetas ensayadas a niveles de tensión de 0,8 y 0,85.

$\frac{\sigma_{max}}{\sigma_t}$	a (mm)	a_t (mm)	$K_{IC,est}$ (MPa·m ^{1/2})	$J_{IC,est}$ (kJ/m ²)
0,58	2,41	1,70	4,80	6,65
0,60	1,87	1,72	3,26	8,08
0,61	2,0 ± 0,2	1,8 ± 0,2	3,6 ± 0,4	6,7 ± 0,4
0,63	1,66	1,87	2,9	6,11
0,65	1,8 ± 0,1	1,3 ± 0,2	3,3 ± 0,1	6,9 ± 0,9
0,68	1,7 ± 0,1	1,75	3,2 ± 0,1	6,8 ± 0,1
0,7	1,7 ± 0,1	1,5 ± 0,2	3,2 ± 0,2	7,3 ± 0,6
0,73	1,49	1,70	2,85	7,17
0,75	1,81	1,26	3,88	8,09
0,78	1,55	1,46	3,22	9,19
0,8	1,4 ± 0,1	1,3 ± 0,2	2,9 ± 0,3	10,2 ± 0,2
0,85	0,9 ± 0,1	1,6 ± 0,2	1,62 ± 0,03	12 ± 1
			3,1 ± 0,03	7,1 ± 0,8

Tabla 4. Nivel de tensión del ensayo de fatiga, $\frac{\sigma_{max}}{\sigma_t}$, tamaño de la zona de crecimiento subcrítico, a , tamaño de la zona de transición, a_t , valores calculados del factor de intensidad de tensiones $K_{IC,est}$, y de la integral J , $J_{IC,est}$, de la PA12 con orientación PERP.

$\frac{\sigma_{max}}{\sigma_t}$	a (mm)	a_t (mm)	$K_{IC,est}$ (MPa·m ^{1/2})	$J_{IC,est}$ (kJ/m ²)
0,60	2,0	1,3	3,45	6,47
0,65	1,9 ± 0,2	1,5 ± 0,2	3,5 ± 0,6	5,5 ± 0,4
0,7	1,82	1,53	3,43	6,79
0,78	1,56	1,00	3,09	7,53
			3,4 ± 0,4	6,0 ± 0,8

Los valores medios de $K_{IC,est}$, y $J_{IC,est}$ se obtuvieron a partir de los ensayos que garantizaban estar en régimen de alto número de ciclos. Por ello, en la PA12 PARA se excluyeron los datos correspondientes a los niveles de tensión de 0,8 y 0,85. Al comparar estos datos con los medidos bajo norma (Tabla 1), se observó que la coincidencia era muy elevada en ambas orientaciones.

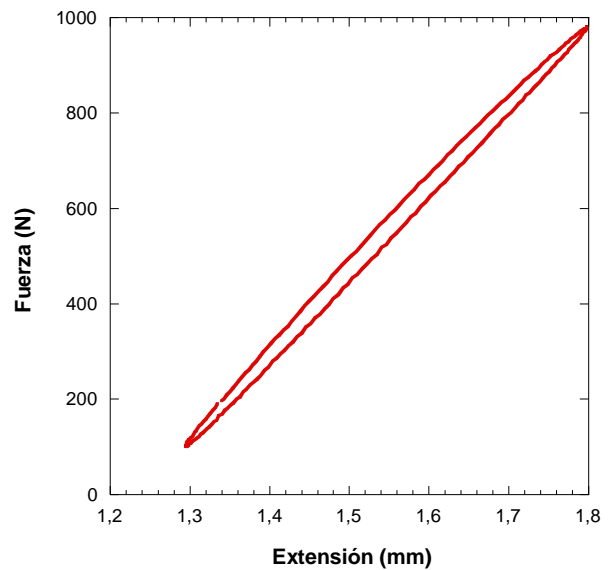


Figura 7. Curva fuerza-extensión del ciclo de carga previo a la rotura de la probeta ensayada a un nivel de tensión de 0,85 de la PA12 con orientación PARA.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha modelizado el daño, según la Mecánica de la Fractura, en las probetas ensayadas a fatiga para obtener las curvas S-N de la poliamida 12 procesada por SLS en las direcciones correspondientes a aplicar la carga paralela y perpendicularmente a la orientación de las capas.

El análisis de las superficies de fractura reveló que, independientemente de la orientación, siempre se observaban tres zonas: una zona de crecimiento subcrítico de grieta, una zona de transición con alta deformación plástica y una zona de rotura. La primera se caracterizó por un patrón en forma de mosaico, indicativo de que el mecanismo de deformación y rotura fue la formación, crecimiento y coalescencia de *crazes*. El tamaño de este mosaico era comparable al tamaño de las esferulitas en el material, lo que implicaba que la propagación de la grieta estuvo obstaculizada por las esferulitas, avanzando a través de las mismas. La segunda zona de transición se caracterizó por una elevada deformación plástica, formada por el desgarro dúctil de filamentos amorfos. Y finalmente, la zona de rotura presentó un patrón muy irregular, sin ningún rasgo característico.

Se cuantificaron el tamaño de las zonas de crecimiento subcrítico de grieta y de transición. Según lo esperado, cuanto mayor fue el nivel de tensión en el ensayo de fatiga, menor fue el tamaño de la zona de crecimiento subcrítico de grieta y, teniendo en cuenta su similitud a una probeta con la configuración SENT en el momento previo a la rotura, se estimaron los valores críticos del factor de intensidad de tensiones y de la integral J . Los valores obtenidos a partir del análisis del daño fueron

muy similares a los obtenidos a partir de los ensayos estandarizados para ambas orientaciones.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Economía y Competitividad la financiación a través del proyecto DPI2016-80389-C2-1-R.

REFERENCIAS

- [1] R. I. Stephens, A. Fatemi, R. R. Stephens, H. O. Fuchs. *Metal Fatigue in Engineering*. 2nd edición. John Wiley & Sons, Inc., (2001), Nueva York.
- [2] P. P. Milella. *Fatigue and Corrosion in metals*. Springer, (2013), Milán.
- [3] R. J. Crawford, P. P. Benham, Some fatigue characteristics of thermoplastics. *Polymer* (1975) 16: 908-914.
- [4] R. W. Hertzberg, J. A. Manson. *Fatigue of Engineering Plastics*, Academic press, (1980).
- [5] J. M. Schultz, Fatigue behavior of engineering polymers, *Treatise on Materials Science and Technology* (1977) 10: 599-636.
- [6] J.A. Sauer, G.C. Richardson, Fatigue of polymers, *International Journal of Fracture* (1980) 16: 499-532.
- [7] K. S. Ravi Chandran, Mechanical fatigue of polymers: a new approach to characterize the S-N behaviour on the basis of macroscopic crack growth mechanism. *Polymer* (2016) 91: 222-238.
- [8] S. Dupin, O. Lame, C. Barrès, J. Y. Charneau, Microstructural origin of physical and mechanical properties of polyamide 12 processed by laser sintering. *European Polymer Journal* (2012) 48: 1611-1621.
- [9] A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez, Effect of temperature on the fracture behaviour of polyamide 12 and glass-filled polyamide 12 processed by selective laser sintering. *Engineering Fracture Mechanics* (2018) 203: 66-80.
- [10] S. Cravero, C. Ruggieri, Estimation procedure of J-Resistance curves for SE(T) fracture specimens using unloading compliance. *Engineering Fracture Mechanics* (2007) 74: 2735-2757.

ARTE Y MECÁNICA DE FRACTURA

Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

Este artículo ofrece un enfoque innovador y no convencional de la relación entre arte y mecánica de fractura sobre la base de las investigaciones previas del autor en el campo de la mecánica de fractura e integridad estructural de acero perlítico trefilado y en el marco conceptual de sus pensamientos y reflexiones acerca de la filosofía de la artes y humanidades y su relación con la ciencia. En particular, se establecen conexiones y enlaces entre la mecánica de fractura & integridad estructural y la filosofía, literatura (poesía), cine (películas), música, pintura y escultura.

PALABRAS CLAVE: Arte, Mecánica de Fractura, Integridad Estructural.

ABSTRACT

This paper offers an innovative and unconventional approach to the relationship between art and fracture mechanics on the basis of previous research by the author in the field of fracture and structural integrity of cold drawn pearlitic steel and in the conceptual framework of his thoughts and reflections about the philosophy of arts and humanities and its relation with science. In particular, connections and links are established between fracture mechanics & structural integrity and philosophy, literature (poetry), cinema (movies), music, painting and sculpture.

KEYWORDS: Art, Fracture Mechanics, Structural Integrity.

1. INTRODUCCIÓN: ENTRE LA FILOSOFÍA Y LA MECÁNICA DE FRACTURA

El comportamiento de un material está influido por la historia previa mecánica y por el entorno físico-químico colindante. Así pues, las ideas del filósofo Baruch de Spinoza acerca del carácter hetero-determinado de la existencia resultan totalmente pertinentes.

Parafraseando a José Ortega y Gasset, el autor de este artículo escribió: “*el material es él y su circunstancia*”, [1-3]. En la ref. [4] se re-formuló dicha idea en Inglés (“*the material is itself and its circumstance*”), indicando que la evolución del comportamiento de un material durante su vida en servicio depende de *la circunstancia*, debido a la doble influencia de la historia mecánica y el entorno físico-químico. Así pues, un material específico no tiene un comportamiento *per se*, sino que está siempre condicionado por la circunstancia.

En materiales de uso ingenieril, el primer papel de la circunstancia (*en sentido orteguiano*) lo juega el proceso de fabricación. En el caso de la producción de alambre de pretensado comercial mediante el trefilado de acero perlítico, cf. [5], se activa un mecanismo de endurecimiento

por deformación para aumentar así tanto el límite elástico como la resistencia a tracción [5-7].

En el artículo [4], el ambiente de hidrógeno juega el papel de circunstancia que afecta al comportamiento del material, y se enfatiza el rol de la propia historia (*el ayer condiciona el hoy, y éste a su vez el mañana*), con lo cual resuena claramente el verso de Antonio Machado “*hoy es siempre todavía*” y también las palabras del poeta Thomas Stearns Eliot “*and all is always now*” [4].

2. POESÍA Y MECÁNICA DE FRACTURA

Los elementos clave de los *caminos de fisuración por fatiga y fractura* en un material estructural dado hacen rememorar los bellísimos versos de Antonio Machado: “se hace camino al andar” del bello poema “Cantares”, indicando que no hay un camino previo, sino que más bien *el camino se constituye al crecer la fisura*.

En lo que se refiere a la relación entre poesía y mecánica de fractura, y en el marco conceptual del concepto de camino, cabe establecer la conexión entre la *Integral J propuesta por Jim Rice* [8] y el citado verso machadiano

“se hace camino al andar”, puesto que la *Integral J* no presupone un camino específico, sino que el resultado matemático es independiente del propio camino.

Con respecto a la fatiga y fractura de acero perlítico trefilado [9,10], y para incluir la idea de la influencia de la microestructura perlítica laminar orientada (generada durante la fabricación mediante el trefilado) sobre el comportamiento en fatiga y fractura, ¿acaso no resuena el verso de Fray Luis de León en la “Oda a Salinas”?: “y entrambas a porfía mezclan una dulcísima armonía”, resultando que la lucha (es decir, la mezcla) entre voces (*el contrapunto*) genera la más bella y dulce armonía, del mismo modo que la mezcla de láminas de ferrita y cementita produce un material extremadamente noble (el acero perlítico) que puede, así, ser considerado como un *material basado en Fray Luis de León* [9], cf. Fig. 1.

De igual manera que los caminos de fisuración por fatiga y fractura generan una estela en el material (con forma tortuosa afectada por la microestructura), una ola en el mar genera su correspondiente estela. En este marco conceptual y poético, la presente sección del artículo (acerca de la relación innovadora y creativa entre poesía y mecánica de fractura) se plantea metafóricamente como una sugerencia poética para relacionar arte y ciencia, de este modo *siguiendo la estela de Antonio Machado y Fray Luis de León* [10].



Fig. 1. Estatua de Fray Luis de León (Rectorado de la Universidad de Salamanca).

3. CINE Y MECÁNICA DE FRACTURA

Investigaciones previas de Toribio [9] sobre fractura de muestras entalladas (con muy diferentes geometrías de entalla) de acero perlítico progresivamente trefilado muestran la necesidad de la orientación microestructural (producida por la fabricación mediante el trefilado) y también de la triaxialidad o constreñimiento (producido por la entalla) para obtener deflexión del camino de fractura. La Fig. 2 muestra el perfil de fractura para una muestra entallada de acero perlítico débilmente trefilado,

recordando las películas de John Ford y produciendo una suerte de perfil de fractura de tipo Monument Valley (*Monument Valley Profile, MVP*, en Inglés), tal como se muestra en la Fig. 3.

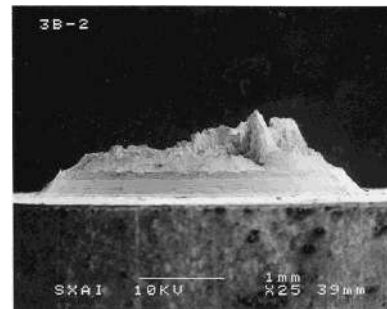


Fig. 2. Perfil de fractura (muestra entallada de acero perlítico débilmente trefilado).



Fig. 3. Monument Valley.

4. MÚSICA Y MECÁNICA DE FRACTURA

Las investigaciones previas de Toribio y Ovejero [11-14] sobre evolución microestructural durante el proceso de fabricación de aceros perlíticos trefilados demuestran la progresiva esbeltización y orientación (según el eje del alambre o dirección de trefilado) de las *colonias perlíticas* (primer nivel microestructural), así como la creciente orientación y densificación de las *láminas de ferrita/cementita* (segundo nivel microestructural), con decrecimiento del espaciado interlaminar. De este modo, la microestructura se orienta progresivamente a medida que el grado de trefilado crece.

Sobre la base de la microestructura jerarquizada del acero perlítico trefilado (*colonias y láminas*), puede establecerse un vínculo con la estructura multiescala (o multicapa) de la pintura de Maurits Cornelis Escher o la música de Johann Sebastian Bach. La Fig. 4 muestra el único retrato auténtico de Bach debido a Haussmann y la Fig. 5 compases de la Fuga No 1 en Do Mayor BWV 846 del Clave Bien Temperado.

La macroestructura de la fuga en sí misma contiene una microestructura consistente en secciones temáticas (sujeto y contrasujeto) y también pasajes de conexión

(episodios o divertimentos). Otro ejemplo excelso es el magnífico Oratorio de Navidad compuesto por seis Cantatas (macroestructura), cada una de las cuales con su propio conjunto de arias, corales y recitativos (microestructura). Se trata siempre de una estructura jerarquizada como la del acero perlítico trefilado.



Fig. 4. Johann Sebastian Bach con el canon triplex (retrato debido a Elias Gottlob Haussmann).



Fig. 5. Fuga No 1 en Do Mayor BWV 846 de El Clave Bien Temperado (Libro I).

5. PINTURA Y MECÁNICA DE FRACTURA

Según Toribio [15], la fractura anisótropa de acero perlítico trefilado (con fisuras poligonales deflectadas y propagación en modo mixto) recuerda la pintura cubista de Pablo Picasso (Fig. 6), no sólo por la línea rota tras la deflexión/desviación de la fisura, sino también sobre la base de una *cambio real de punto de vista en la pintura*.



Fig. 6. Pintura de Picasso: *Mujer con sombrero* (Marie-Thérèse Walter).

Tal comportamiento anisótropo en forma de *cambios bruscos en el camino de fisuración* y muy diferentes líneas (*o rayos*) marcando la dirección de propagación recuerda la *pintura rayonista* de Mijail Larionov (ver Fig. 7) en la cual muchas líneas rectas (direcciones o rayos) definen el objeto pictórico.



Fig. 7. Pintura de Mijail Larionov: *Rayonist Sausages and Mackerel*.

Las diferentes direcciones de propagación definidas por los caminos de fisuración en aceros perlíticos trefilados también evocan la pintura de Natalia Goncharova (ver Fig. 8), el otro miembro clave del movimiento pictórico denominado *rayonismo*, lanzado en el siglo XX sobre la base del descubrimiento de los rayos X.



Fig. 8. Pintura de Natalia Goncharova: *Rayonist Sea*.

6. ESCULTURA Y MECÁNICA DE FRACTURA

Trabajos previos de Toribio [16] sobre fragilización por hidrógeno de acero perlítico trefilado muestran la evidencia de plasticidad localizada potenciada por hidrógeno (*hydrogen enhanced localized plasticity, HELP*) en alambión o acero perlítico débilmente trefilado, asociado con un micromecanismo de fractura de tipo *tearing topography surface* (TTS). Los resultados también revelan la evidencia de un mecanismo de decohesión potenciada por hidrógeno o *hydrogen enhanced decohesion* (HEDE) en los aceros perlíticos fuertemente trefilados, ligado a un mecanismo de tipo TTS orientado y alargado, en lengua inglesa *enlarged & oriented tearing topography surface* (EOTTS).

Con respecto a la zona de daño por hidrógeno (ZDH) en forma de TTS en alambión o acero perlítico débilmente trefilado, en cierto sentido recuerda la textura de la escultura en piedra de Michelangelo (TEPM), en inglés,

Michelangelo stone sculpture texture (MSST), tal como se muestra en la Fig. 9

En aceros fuertemente trefilados la ZDH se desarrolla mediante un tipo de zona TTS orientada y alargada, en inglés, *enlarged and oriented TTS* (EOTTS), similar a la textura de la escultura en madera de Donatello (TMD), en inglés *Donatello wooden sculpture texture* (DWST), como se muestra en la Fig. 10.



Fig. 9. Esculturas de Michelangelo: *Pietà di Firenze* y *Pietà Rondanini*.



Fig. 10. Esculturas de Donatello: *Magdalena penitente* y *San Juan Bautista*.

7. CONCLUSIONES

Este artículo ofrece un enfoque creativo e innovador acerca de la relación entre *arte* y *mecánica de fractura*, sobre la base de investigaciones previas del autor en el campo de la fractura e integridad estructural de acero perlítico trefilado, así como en el marco conceptual de sus pensamientos y reflexiones sobre la filosofía de las artes y humanidades y su relación con la ciencia.

El vínculo entre *filosofía* y *mecánica de fractura* puede establecerse sobre la base de un *enfoque orteguiano* y el *concepto de circunstancia*. Parafraseando al filósofo

José Ortega y Gasset, es posible plantear la siguiente idea: “el material es él y su circunstancia” para indicar que un material no tiene un comportamiento *per se*, sino que depende de la circunstancia.

La relación entre *poesía* y *mecánica de fractura* se postula a través del concepto de *camino de fisuración*, citando a Antonio Machado (“se hace camino al andar”) y el verso de Fray Luis de León en la “Oda a Salinas”: “y entrambas a porfía mezclan una dulcísima armonía”. En lo que se refiere a efectos ambientales en fractura, resuenan nuevamente las palabras de Antonio Machado (“hoy es siempre todavía”) y posiblemente también las de Thomas Stearns Eliot (“and all is always now”).

Este artículo establece también un vínculo conceptual entre *cine* (*películas*) y *mecánica de fractura* a través de los perfiles de fractura en muestras entalladas de acero perlítico trefilado que recuerdan el escarpado perfil y bellissimo paisaje de *Monument Valley* en los EEUU, que aparece en obras maestras (*westerns*) de John Ford, acuñando un nuevo término para describir un perfil de fractura anisótropa: el perfil tipo *Monument Valley* o, en inglés, *Monument Valley Profile* (MVP).

La *relación entre música* y *mecánica de fractura* se plantea sobre la base de la microestructura jerarquizada de aceros perlíticos trefilados (dos niveles de colonias y láminas), de forma que se establece un enlace teórico entre la microestructura del material y la estructura multi-escala (*multi-nivel* o *multi-capas*) de la música de Johann Sebastian Bach, con ejemplos soberbios como el *Oratorio de Navidad* o *El Clave Bien Temperado*.

En cuanto a *pintura* y *mecánica de fractura*, la conexión se establece a partir del comportamiento anisótropo en fractura de acero perlítico progresivamente trefilado (con fisuras deflectadas poligonales, propagación en modo mixto y cambios bruscos de dirección en el camino de fisuración), que recuerda claramente la *pintura cubista* del genio español Pablo Picasso, así como la *pintura rayonista* de los pintores vanguardistas rusos Mijail Larionov y Natalia Goncharova.

La *escultura* y la *mecánica de fractura* se relacionan en este artículo a través de los modos micromecánicos de fractura relativos a la fragilización por hidrógeno de acero perlítico progresivamente trefilado: (i) en inglés *hydrogen enhanced localized plasticity* (HELP) en alambón o acero perlítico poco trefilado, asociados con la textura de la escultura en piedra de Michelangelo, en inglés *Michelangelo stone sculpture texture* (MSST); (ii) *hydrogen enhanced decohesion* (HEDE) en el caso de acero perlítico fuertemente trefilado, vinculado con la textura de la escultura en madera de Donatello, en inglés *Donatello wooden sculpture texture* (DWST).

In Memoriam

El artículo se dedica a honrar la memoria de los Profs. Dominique Francois y Keith Miller, maestros y amigos, cuya acción pionera y entusiasta permitió el desarrollo de la Sociedad Europea de Integridad Estructural (*European Structural Integrity Society*, ESIS), con anterioridad denominado Grupo Europeo de Fractura (*European Group on Fracture*, EGF). El artículo también está dedicado a la memoria del Prof. Robert Goldstein, maestro y amigo, y fundador de la escuela rusa de mecánica de fractura.

REFERENCIAS

- [1] BOE núm. 290. Resolución 29318 de 20 de noviembre de 1991, de la Universidad de La Coruña, por la que se convoca concurso público para la provisión de diversas plazas de los Cuerpos Docentes Universitarios, p. 39396 (1991).
- [2] J. Toribio: Proyecto Docente Presentado al Concurso para la Provisión de la Plaza 34/1991 (Cuerpo: Catedráticos de Universidad; área de conocimiento de “Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica”) en la Universidad de La Coruña (1992).
- [3] BOE núm. 180. Resolución 17861 de 7 de julio de 1992, de la Universidad de La Coruña, por la que se nombra Catedrático de Universidad del área de conocimiento de “Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica” a D. Jesús Andrés Toribio Quevedo, p. 26007 (1992).
- [4] J. Toribio: Fracture, Damage Tolerance and Microstructural Integrity: *When Hydrogen is the Circumstance*. *Anales de Mecánica de la Fractura* 17 (2000) 175-203.
- [5] J. Toribio: On the Intrinsic Character of the Stress-Strain Curve of a Prestressing Steel. *Journal of Testing and Evaluation* 20 (1992) 357-362.
- [6] J. Toribio: Cold Drawn Eutectoid Pearlitic Steel Wires as High Performance Materials in Structural Engineering. *Structural Integrity and Health Monitoring* 2 (2006) 239-247.
- [7] J. Toribio: Structural Integrity of Progressively Cold-Drawn Pearlitic Steels: *From Raffaello Sanzio to Vincent van Gogh*. *Procedia Structural Integrity* 3 (2017) 3-10.
- [8] J. R. Rice: A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. *Journal of Applied Mechanics* 35 (1968) 379–386.
- [9] J. Toribio: Notch-Induced Anisotropic Fracture of Cold Drawn Pearlitic Steels and the Associated Crack Path Deflection and Mixed-Mode Stress State: *A Tribute to Masaccio*. *Procedia Structural Integrity* 9 (2018) 311-316.
- [10] J. Toribio: Microstructure-Based Anisotropic Fatigue Behavior of Hot Rolled and Cold Drawn Pearlitic Steel Wires and the Corresponding Crack Paths: *Following the Wake of Antonio Machado and Fray Luis de León*. *Procedia Structural Integrity* 9 (2018) 317-322.
- [11] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure Evolution in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A234-236* (1997) 579-582.
- [12] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of Cumulative Cold Drawing on the Pearlite Interlamellar Spacing in Eutectoid Steel. *Scripta Materialia* 39 (1998) 323-328.
- [13] J. Toribio and E. Ovejero: Microstructure Orientation in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Journal of Materials Science Letters* 17 (1998) 1037-1040.
- [14] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of Cold Drawing on Microstructure and Corrosion Performance of High-Strength Steel. *Mechanics of Time-Dependent Materials* 1 (1998) 307-319.
- [15] J. Toribio: Crack Path Deflection in Cold-Drawn Pearlitic Steel as a Consequence of Microstructural Anisotropy Generated by Manufacturing: *Resembling Picasso, Larionov and Goncharova*. *Procedia Structural Integrity* 16 (2019) 281-286.
- [16] J. Toribio: Hydrogen Effects on Progressively Cold-Drawn Pearlitic Steels: *Between Donatello and Michelangelo*. *Procedia Structural Integrity* 5 (2017) 1446-1453.

09 - SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS

EFFECT OF THE HEAT INPUT ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF THIN LASER BUTT WELDS IN AN HSLA STEEL

P.G. Riofrío^{1,3}, C. Capela^{1,2}, J.A.M. Ferreira¹

¹CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, P-3004 516 Coimbra, Portugal.

²ESTG, Department of Mechanical Engineering, Instituto Politécnico de Leiria, Morro do Lena - Alto Vieiro, 2400-901 Leiria, Portugal.

³DEMS, Department of Energy and Mechanical Sciences, Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE, Av. General Rumiñahui S/N, Sangolquí, Ecuador.

* Persona de contacto: pgriofrio@espe.edu.ec

RESUMEN

Los aceros de alta resistencia y baja aleación tienen una excelente combinación resistencia-tenacidad, alta relación resistencia/peso y buena soldabilidad. Por lo tanto, se usan ampliamente en componentes estructurales como recipientes a presión, tubería de transporte de petróleo y gas, equipo de elevación, vehículos y en las industrias de construcción naval y en alta mar, y particularmente en estructuras de bajo espesor para la industria automotriz. Estos aceros suelen soldarse por el proceso convencional de soldadura de arco metálico protegido con gas, lo que crea amplias zonas afectadas por el calor, grandes esfuerzos residuales y distorsión en las partes soldadas. Debido a sus ventajas, la soldadura láser es hoy en día un proceso alternativo para soldar piezas de acero de alta resistencia y baja aleación. El propósito de este trabajo es entender el efecto de la entrada de calor y de los parámetros de soldadura láser en la geometría del cordón de soldadura, la dureza y resistencia a la tracción de soldaduras a tope. La entrada de calor resultó un relevante parámetro debido a que combina la potencia y la velocidad de soldadura. El valor umbral de la entrada de calor para alcanzar penetración completa se definió para diferentes diámetros de enfoque: 47, 53 y 60 J/mm, para los diámetros de enfoque: 150, 350 y 500 μm respectivamente. La resistencia a la tracción de las soldaduras a tope prácticamente alcanzó la resistencia a la tracción del metal base cuando ellas presentaron un bajo ablandamiento de la zona afectada por el calor, alta dureza en la zona fundida y pequeño ancho de las zonas afectada por el calor y fundida.

PALABRAS CLAVE: Soldadura láser, Aceros de alta resistencia y baja aleación, Propiedades mecánicas, Entrada de calor.

ABSTRACT

High strength low alloy (HSLA) steels have an excellent strength-toughness combination, high strength/weight ratio and weldability. Therefore, they are widely used in structural components, like pressure vessels, oil/gas transportation pipes, lifting equipment, vehicles and in the shipbuilding and offshore industries, and particularly in low thickness structures for the automotive industry. These steels are usually welded by the conventional gas metal arc welding process, which creates wide heat affected zone (HAZ), large residual stresses and distortion in the welded parts. Due to its advantages, laser welding is nowadays an alternative process to weld HSLA steel parts. The purpose of this work is to understand the effect of the heat input (HI) and the laser welding parameters on weld bead geometry, hardness and tensile strength in butt welds. The HI was a relevant parameter because it combines the power and the welding speed. The threshold value of the HI to achieve the full penetration was well defined for different focus diameters: 47, 53 and 60 J/mm for the focus diameters: 150, 350 and 500 μm respectively. The tensile strength of the laser butt welds practically reached the tensile strength of base metal when they exhibited a low softening in the HAZ, high hardness in the fusion zone (FZ) and a small width of HAZ and FZ.

KEYWORDS: Laser welding, HSLA steels, Mechanical properties, Heat input

1. INTRODUCTION

Laser welding presents advantages over the conventional welding processes because its high power density allows a lower heat input (HI), a high cooling rate and a narrow heat affected zone (HAZ), as explained in [1]. Therefore, some studies have focused on laser welding of high strength low alloy steels (HSLA) to ensure that the mechanical properties of welded joints match the base metal (BM) [2,3]. However, the formation of defects in the weld bead and the effect of the HI in the microstructure can cause the deterioration of the mechanical properties of the laser welded joints. Many studies have identified the laser welding parameters to control defects and the weld bead geometry [4,5,6] and other studies have evaluated the influence of the HI on the microstructure and mechanical properties [7,8]. In fact, the HI along with power, welding speed, focus diameter and the focus position, is a dominant parameter in laser welding.

The hardness and mechanical properties of welded joints are a consequence of microstructure evolution in the HAZ and fusion zone (FZ). In general way, the HI and the cooling rate cause significant changes in the microstructure of the BM. Usually, the low heat inputs of the laser welding produce hard microstructures in the FZ for a variety of steels as can be seen in several works [9,10,11]. However, even with very low heat inputs, very high strength steels can soften in the FZ [2]. In the HAZ there is usually softening, although its magnitude depends mainly on the HI. In order to obtain a tensile strength in the welded joint equal to, or greater than the base material, HI must be as low as possible, producing small size and softening of the HAZ and equal or higher hardness in the FZ, as analyzed in [12,13,14].

The purpose of this work is to understand the effect of laser welding parameters and HI on weld bead geometry, microstructure and mechanical properties of butt welded joints. An experimental work, using 3 mm thick HSLA Strenx® 700MCE Steel, a maximum power of 2 kW, three focus diameters and a wide range of HI values was conducted. The HI was a relevant parameter in comparison with separate values for power and welding speed. The threshold value of the HI to achieve the full penetration was well defined for different focus diameters. The effect of the HI on the microstructure, microhardness, size of HAZ-FZ were established. The tensile strength of the butt weld joints reached values

close to the base metal's tensile strength despite the different HI.

2. MATERIAL AND EXPERIMENTAL PROCEDURE

The HSLA steel Strenx® 700MCE used in this study is a hot-rolled structural steel made for cold forming and designed for stronger and lighter structures, covering the requirements of S700MC in EN 10149-2, SSAB [15]. The chemical composition presented in Table 1 was determined by X-ray fluorescence and carbon analysis by automatic direct combustion. The characteristic microstructure of this steel is composed of fine grains of bainite and ferrite and the presence of precipitates (Figure. 1a).

A disk laser equipment (Figure 1b), model Trump TruDisk 2000, was used for the welding. The features equipment are: maximum power, 2 kW; beam wavelength, 1030 nm; beam parameter product, 2 mm-mrad and two fibers with diameters of 50 and 200 μm. The operation was done in continuous mode, with the focus position in zero mm, the beam angle perpendicular to the plates and argon shielding gas at 20 L/min. The welding parameters: power, welding speed and focus diameter, which were used for each butt weld sample are presented in Table 2. The parameters values were chosen to obtain joints with partial and complete penetration. The weld joints were formed with two sheets of 181x110x3 mm (Figure 1b) with the welding axis arranged transversely to the rolling direction. The welding was done on the surface of the sheets in their delivery state and the edges were milled after laser cutting.

For the measurement and analysis of the cross-section, microhardness, microstructure and mechanical properties, pieces and test specimens were extracted from the welded samples. The penetration depth (D) and the width (W) of the HAZ-FZ of the weld bead were measured through the Toolmakers Microscope Mitutoyo equipped with digital micro-meters. In the Table 2, the results are the average of four measurements for samples # 2, 3 and 6 (two replicates) and three measurements for the rest of samples (one replicate). A Leica DM4000 M LED optical microscope was used for the microstructure observation and photomicrographs. The tensile tests were carried out in accordance with the ASTM E-8 standard.

Table 1. Chemical composition of the base metal.

C	Mn	Si	P	S	Cr	V	Nb	Ni	Cu	Al	Mo	Ti	Co	Fe
0.07	1.69	0.01	0.012	0.006	0.03	0.02	0.046	0.04	0.011	0.044	0.016	0.117	0.016	balanced

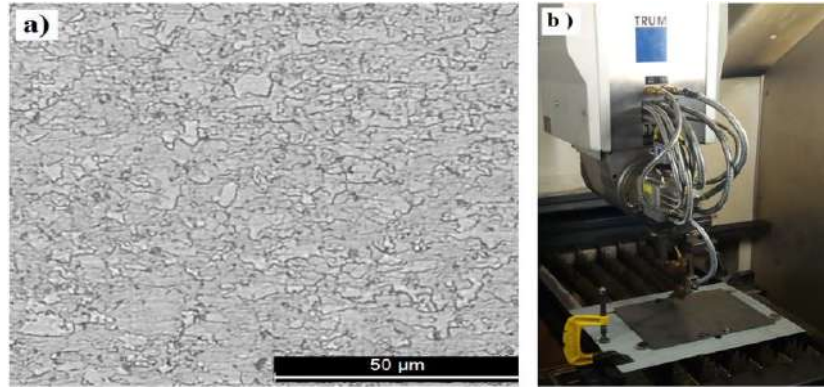


Figure 1. a) Base metal microstructure; b) Laser equipment and welded sample.

The microhardness Vickers' (HV, 0.5 Kg, 10 s) profile was determined with an equipment Struers Duramin in a piece at a depth of 50 μm from the surface and the results are the average of two indentations. The tensile mechanical properties of the welded samples and BM were determined according to the ASTM E8M standard and tested on an Instron 4206 machine. The results are the average of two specimens for welded samples and of three specimens for the BM.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Effect of the HI on weld bead geometry

Table 2 shows the results for penetration D, the width W of HAZ-FZ and their standard deviations (SD) together with the welding parameters and the HI for each sample.

All samples of the Table 2 showed defects, mainly there were: underfill, excess of weld and porosity, as illustrated in Figure 2, with the cross sections of the welded samples that had complete penetration.

The HI is an important parameter in any welding processes, as it is a linear relationship of power to welding speed, and reflects the combined effect of these two factors. Figure 3 summarize the effect of the HI on the penetration D and width W. Figure 3a shows that it is necessary a minimum value of HI to achieve the complete penetration (3 mm) of the butt joint, this minimum value vary according to the focus diameter. The trend lines determine that the minimum HI values are approximately 47, 53 and 60 J/mm for the focus diameters 150, 350 and 500 μm, respectively. In Figure 3b, it is observed that the relationship between the width W and the HI is approximately linear for all samples

Table 2. Results of weld bead geometry.

Sample reference	Power	Welding speed	Focus diameter	Heat input	Penetration	Standard deviation	Width	Standard deviation
#	P (kW)	v (m/min)	fd (μm)	HI (J/mm)	D (mm)	SD (mm)	W (mm)	SD (mm)
1	1.50	1.50	350	60.0	3.00	0.00	2.04	0.03
2	1.50	2.00	350	45.0	2.54	0.06	1.71	0.05
3	1.50	2.00	150	45.0	2.96	0.08	1.67	0.13
4	1.50	2.00	500	45.0	2.29	0.09	1.58	0.01
5	1.25	2.00	350	37.5	2.20	0.02	1.59	0.04
6	1.75	2.00	350	52.5	3.00	0.00	1.77	0.05
7	1.75	2.00	500	52.5	2.55	0.08	1.78	0.01
8	1.00	3.00	150	20.0	2.34	0.26	1.11	0.14
9	2.00	2.00	350	60.0	3.00	0.00	1.81	0.05
10	2.00	2.00	500	60.0	3.00	0.00	1.94	0.05
11	2.00	1.50	350	80.0	3.00	0.00	2.14	0.05

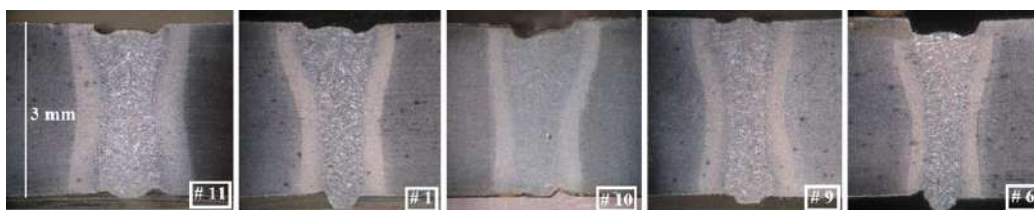


Figure 2. Cross sections of the welded samples with complete penetration.

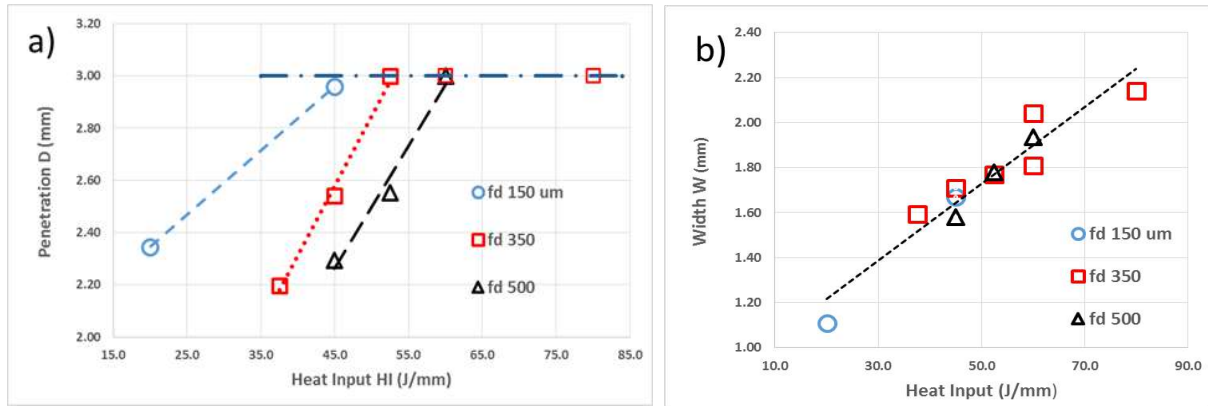


Figure 3. Effect of HI on the weld bead geometry: a) on penetration D and b) on width W of HAZ-FZ.

and that there are small differences in the width W due to the focus diameter when there is equality in the heat input.

3.2 Microstructure evolution

Due to the HI and the cooling rate produced in the welding of the samples, the microstructure of the BM was strongly affected. Figure 4 shows the typical change suffered in the HAZ and FZ: a softened bainitic-ferritic microstructure in the HAZ of fine grain (FG) and the presence of bainite and martensite in different proportions and morphology in the HAZ of coarse grain (CG) and in the FZ.

The evolution of the microstructure in the FZ due to the different HI is presented in Figure 5. The analysis of the figures shows that the microstructure changes from one composed mainly of a mixture of bainite and martensite (sample #8, 20 J/mm) to one in which appreciable amounts of bainite appear (sample #11, 80 J/mm). The changes of the microstructure described are consistent with those reported in [16], where for the S700MC steel, similar microstructures were formed, while in [17], using various techniques, it has been possible to find small amounts of other microstructures in addition to those already mentioned.

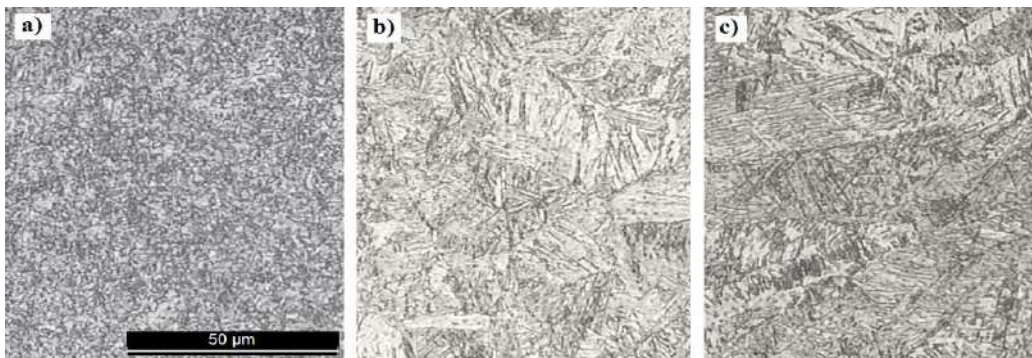


Figure 4. Microstructures of the sample # 3, in: a) HAZ-FG, b) HAZ-CG and c) FZ.

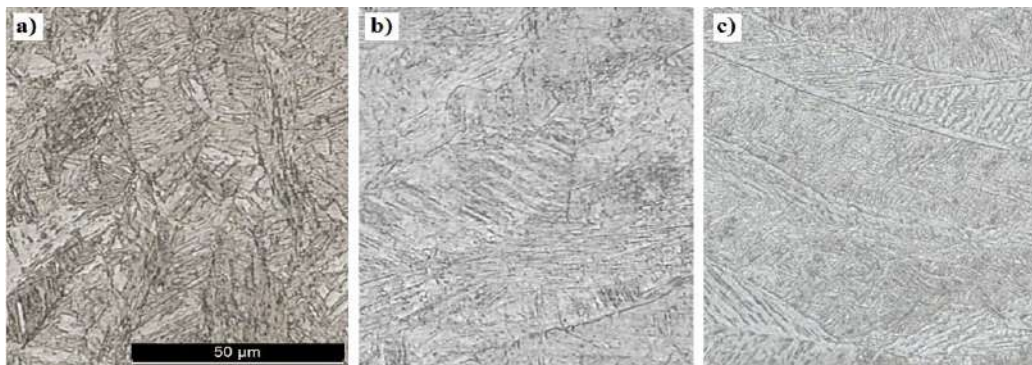


Figure 5. FZ microstructures, samples: a) # 8, HI 20J/mm; b) # 9, HI 60J/mm; c) # 11, HI 80J/mm.

3.3 Hardness and tensile mechanical properties

Figure 6 presents the microhardness Vickers' (HV, 0.5 Kg, 10 s) profiles for several samples. The results show a progressive variation of the hardness and size of the HAZ-FZ as the HI varies from 20 to 80 J/mm. In the FZ the hardness increases for all cases except for the sample with a heat input of 80 J/mm. Higher hardness increases are observed for lower HI. On the contrary, in the HAZ, all samples suffer softening with the exception of the sample with a heat input of 20 J/mm. The ranges of hardness variation in the FZ and HAZ are approximately +100 and -35 HV respectively. It is also observed that the hardness is similar for the same HI value even though the power and welding speed were different. The sample # 1 presented low hardness in the BM, this may be due to softening by cutting the specimens.

Table 3 shows the tensile mechanical properties of samples that had complete penetration. Table 3 includes also, the HI, the base material microhardness close to the weld bead, the HAZ softening and the width W. Regarding the tensile strength, in general way, the welded samples have values very close to those of the BM, in particular those that have high microhardness.

While, in relation to the elongation percentage, most of the samples have lower values than the BM. The majority of the specimens failed in the base metal. These results agree very well with reported in [18]. The defects that occurred in the welded samples seem to have a negligible effect on the mechanical properties compared to the HI.

4. CONCLUSIONS

The effect of power, welding speed, on the microstructure, hardness and tensile strength of laser welded butt welds for a 3 mm thick Strenx® 700 MCE steel has been studied. Welding speed and power were associated in an only heat input parameter. The main conclusions can be drawn:

- A threshold value of the heat input to achieve the complete penetration was well defined for different focus diameter. The values 47, 53 and 60 J/mm for the focus diameters 150, 350 and 500 μm respectively were found;
- In the FZ and HAZ there is a progressive variation of the hardness as the HI varies from 20 to 80 J/mm. In the FZ the hardness is generally higher than for base metal, decreasing with the increasing of HI;

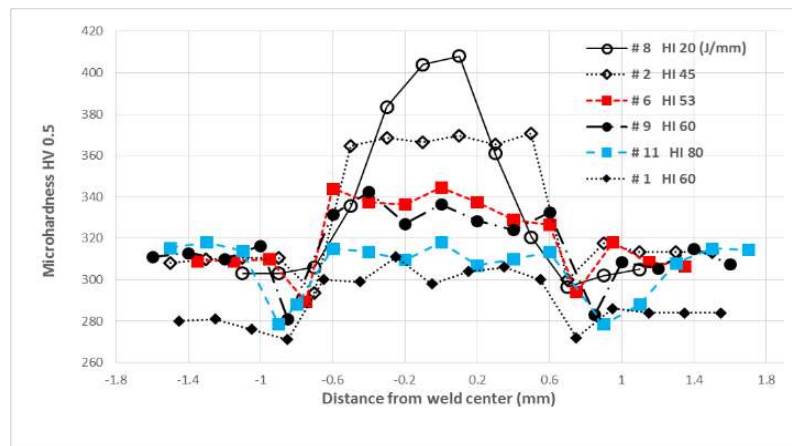


Figure 6. Microhardness profiles of weld beads

Table 4. Mechanical properties.

Sample #	Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Elongation %	Site of failure	Microhardness		W (mm)	Heat Input (J/mm)
					BM	Softening HAZ		
BM	807.63	838.26	15.04	----	----	----	----	----
6	778.42	841.15	12.20	BM,BM	307	-16	1.77	52.50
9	784.07	831.99	14.50	BM,BM	311	-29	1.81	60.00
11	776.58	830.93	10.19	BM,weld	313	-34	2.34	80.00
10	766.49	820.06	9.59	BM,BM	294	-6	1.94	60.00
1	737.99	798.88	17.18	BM,BM	279	-7	2.04	60.00

- The tensile strength for the laser butt welds is close to that of base metal. The factors that allow to reach tensile strength of base metal, are: a low softening in the HAZ, higher hardness in FZ and a small width of HAZ and FZ.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research is sponsored by FEDER funds through the program COMPETE – Programa Operacional Factores de Competitividade – and by national funds through FCT – Fundação para a Ciência e a Tecnologia –, under the project UID/EMS/00285/2020. The authors also acknowledge the support provided by the Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE with the PhD scholarship and by to Mr. Francisco Da Costa Martins and Mr. Fernando Meireles of the Orthopedia Medica company for the manufacture of laser welds.

REFERENCES

- [1] A. Jayanthi, K. Venkataramanan and K. Kumar, Laser Beams A Novel Tool for Welding: A Review. *IOSR Journal of Applied Physics* (2016) 8(6): 8-26.
- [2] Guo, W., Crowther, D., Francis, J., Thompson, A., Liu, Z. and Li, L. Microstructure and mechanical properties of autogenous laser welded S960 high strength steel. *Materials & Design* (2015) 85: 534–548.
- [3] J. Górka and A. Ozgowicz. Structure and Properties of Laser-Beam-Welded Joints of Low-Alloy High-Strength Steel DOCOL 1200M with a Martensitic Structure. *Materials and Technology* (2018) 52(2): 189–193.
- [4] Y. Kawahito, M. Mizutami and S. Katayama. Elucidation of high-power fibre laser welding phenomena of stainless steel and effect of factors on weld geometry. *Journal of Physics D: Applied Physics* (2007) 40: 5854-5859
- [5] N. Matsumoto, Y. Kawahito, K. Nishimoto and S. Katayama, Effects of laser focusing properties on weldability in high-power fiber laser welding of thick high-strength steel plate. *Journal of Laser Applications* (2017) 29(1): 1-8.
- [6] M. Zhang, K. Tang, J. Zhang, C. Mao, Y. Hu and G. Chen. Effects of processing parameters on underfill defects in deep penetration laser welding of thick plates. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* (2018) 96: 491–501.
- [7] R. Sharma and P. Molian. Weldability of advanced high strength steels using an Yb:YAG disk laser. *Journal of Materials Processing Technology* (2015) 211: 1888–1897.
- [8] A. Kurck , J. Piwnik and A. Lisiecki, Laser Welding of New Grade of Advanced High Strength Steel Strenx 1100 MC. *Archives of Metallurgy and Materials* (2017) 62(3): 1661-1657.
- [9] S. Kumar, A. Kundu, K. Venkata, A. Evans, C. Truman, J. Francis, K. Bhanumurthy, P. Bouchard and G. Dey, Residual stresses in laser welded ASTM A387 Grade 91 steel plates. *Materials Science & Engineering A* (2013) 575: 160-168.
- [10] N. Farabi, D. Chen and Y. Zhou. Fatigue properties of laser welded dual-phase steel joints. *Procedia Engineering* (2010) 2:835–843.
- [11] D. Parkes, W. Xu, D. Westerbaan, S. Nayak, Y. Zhou, F. Goodwin, S. Bhole and D. Chen. Microstructure and fatigue properties of fiber laser welded dissimilar joints between high strength low alloy and dual-phase steels. *Materials and Design* (2013) 51: 665–675.
- [12] N. Sreenivasan, M. Xia, S. Lawson and Y. Zhou. Effect of Laser Welding on Formability of DP980 steel. *Journal Engineering Materials and Technology* (2008) 130(4): 1–9.
- [13] S. Němeček, T. Mužík and M. Míšek, Differences between laser and arc welding of HSS steels. *Physics Procedia* (2012) 39: 67-74.
- [14] W. Xu, D. Westerbaan, S. Nayak, D. Chen, F. Goodwin and Y. Zhou. Tensile and fatigue properties of fiber laser welded high strength low alloy. *Materials and Design* (2013) 43: 373–383.
- [15] SSAB. Strenx® 700 MC. 2008. Available: <https://www.ssab.com/products/brands/strenx/products/strenx-700-mc>. [Accessed 1 February 2019].
- [16] J. Górka. Assessment of Steel Subjected to the Thermomechanical Control Process with Respect to Weldability. *Metals* (2018) 8(169): 1–17.
- [17] F. Bayock, P. Kah, B. Mvola and P. Layus, Effect of Heat Input and Undermatched Filler Wire on the Microstructure and Mechanical Properties of Dissimilar S700MC/S960QC High-Strength Steels. *Metals* (2019) 9(883): 1-20.
- [18] P. Prochenka, K. Makowska and J. Janiszewski. Assessment of Mechanical Properties of Laser Beam Welded Joints Made of Steel Strenx S700MC Subjected to High Impact Load. *Biuletyn Instytutu Spawalnictwa* (2018) 2: 251-260.

RUPTURE OF THE GIRTH GEAR / KILN SHELL CONNECTION AT AN EXPANDED CLAY FACTORY

Bernardo F. de Mendonça¹, Paulo M. S. T. de Castro²

¹ Leca Portugal SA, 3240-356 Avelar, Portugal

² Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Departamento de Engenharia Mecânica, Rua Dr Roberto Frias, 4200-465 Porto, Portugal

* Contact person: ptcastro@fe.up.pt

ABSTRACT

This communication concerns the failure of the connection between the toothed crown (girth gear) that transmits movement to kiln shell of the expanded clay factory of Leca Saint Gobain at Avelar, Portugal. The failure consisted on the breakage of 10 out of 12 spring plates (moving links) connecting the toothed crown to the kiln shell. Each spring plate is connected to the girth gear through two welded eyebars. In all of them the fracture started at the sharp corner of a rectangular cut subjected to tensile loads.

A concise reference is made to rotary kilns as used in cement or expanded clay factories, emphasizing their dimensions: in the present case, the girth gear circle pitch diameter is 4680 mm, the module is 26 mm, the shell external diameter is approx. 3,5 m, and the rotating mass may be up to 120000 kg.

The crack surfaces of the eyebars reveal the typical features of fatigue failures. The probable cause of the failure is identified, and the repair foreseen by the company technical staff is discussed and evaluated in the light of IIW recommendations for fatigue loaded weldments of different fatigue classes (FAT) and fillet weld stress analysis.

KEYWORDS: rotary kiln; fatigue failure; spring plate; eyebar; fatigue class (FAT)

INTRODUCTION

The Leca Saint Gobain factory at Avelar possesses two kilns. One was decommissioned in 2011 and therefore the production depends solely upon one kiln, which suffered an unplanned stop on December 18, 2019 due to the failure of most of the spring plates (moving links) connecting the toothed crown (girth gear) to the kiln shell, [1]. Figure 1 shows a general view of the damaged kiln (in background), where it is possible to see the girth gear attended by technical staff.



Figure 1 – Partial view of the kiln that suffered the failures, in the background. In the foreground, another kiln decommissioned since 2011.

Power for rotating the kiln is 160 kW. The kiln rotates at 2,5 rpm always in the same direction, but speed may drop to 2 rpm. The movement is imposed upon the kiln

through a pinion driven by a gear reducer (gearbox). The pinion transmits movement to a toothed crown (girth gear) concentric with the kiln. A schematic representation of the girth gear is given in Figure 2, showing also the 12 spring plates (moving links) that allow for thermal expansion of the kiln shell, keeping concentricity while preserving the toothed crown which does not suffer thermal expansion as big as the kiln shell. The toothed crown is composed of two halves, Figure 3. These are from time to time rotated 180 degrees, aiming at balancing wear on both flanks of the teeth. The pinion can also be rotated 180 degrees, but given the advanced wear situation it will be substituted by a new one soon. Figure 4 illustrates the present state of the pinion.

Operation is continuous 24h per day; there are two planned stops per year for maintenance, and no more than 350 days of continuous operation are expected every year. In this context it is interesting to quote Bastier et al., [2] discussing the design of cement kilns: ‘La durée de vie des éléments importants du four est calculée en années, sur une base de 300 jours de marche par an, 24 h /24, soit 7200 h.’

The kiln shell shows some repairs of cracks detected in service. Apparently, no cracks were so far found in the original weldments. Instead, some cracks appeared in the shell plates themselves, probably as a result of (i) ovalization creating cyclic variation of stress, (ii) thickness loss due to internal wear and corrosion, and eventually due to any internal structural features creating stress concentrations. In one case observed, the repair is

simply a weldment deposited along the crack; in other cases, further to closing the crack with a weldment, a patch was welded on the outside surface, see Figure 5.

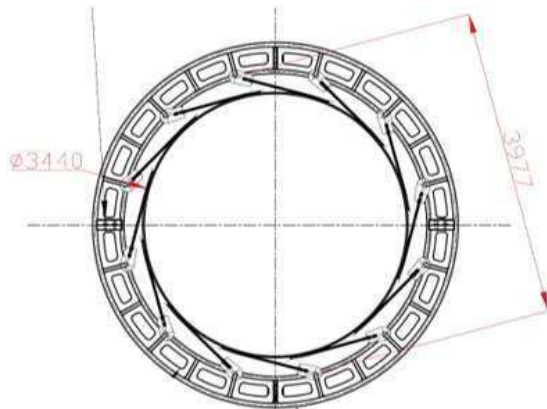


Figure 2 – Schematic representation of the toothed crown and the 12 spring plates.



Figure 3 – Toothed crown (girth gear), composed of two halves; detail showing one of two connections.



Figure 4 - Toothed crown and pinion. The teeth of the pinion show plastic flow of material outside the teeth width; at a lower scale this also existed in the toothed crown but that plastically deformed material was removed during the present stoppage.



Figure 5 – Detail of Figure 1 showing the kiln shell with welded repair patches (e.g., arrow 1), and a repair consisting of a single weld bead (arrow 2).

The toothed crown transmits movement to the kiln shell via 12 welded 20 mm thick spring plates (moving links) made of St52 steel, Figure 6 a) and b). St52 is a steel designation according to the old DIN 17100 standard, [3], presently S355n according to EN 10025-3, [4]. One end of each spring plate is welded to the external surface of the kiln shell, whereas the other end is linked to a 45 mm diameter pin connected to the toothed crown via two welded auxiliary plates (eyebars), also made of 20 mm thick steel St52. Diameter from toothed crown eyebar center to eyebar center is 3977 mm.

Figure 7 is a sketch of the auxiliary plates (eyebars) mentioned, where it is possible to see the rectangular slot for fitting to the 20 mm thick spring plate. The connection to the spring plate is made with fillet welds along line 'L', and the acting force is therefore transmitted through a cross section (section 'AA' in Figure 7) that includes two sharp corners with extremely high stress concentration effect and therefore poor fatigue performance. On the plus side, the solution used includes a tapered increase in cross section, favouring a uniform distribution of shear stress in the weldments, see e.g. Moore and Wald [5], page 21.



Figure 6 – Spring plates. a) Zoom of Figure 1, showing the toothed crown and spring plates (identified with arrows), undergoing repair/assembly work by technical staff.



Figure 6 – Spring plates. b) Spring plate (arrow 1) connected to the kiln, but not yet connected to the toothed crown pins (the location of the pins is shown with arrow 2).

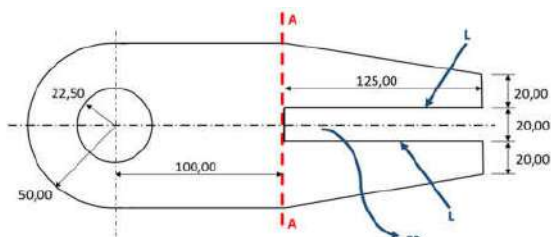


Figure 7 – Sketch of an eyebar for connecting the spring plate to the toothed crown pin. Each spring plate has two such eyebars, fillet welded along 'L' to the spring plate ('SP') that fits into the 20mm thick slot represented. The fracture of these auxiliary plates occurred always along the path schematically indicated by the interrupted line 'AA'.

THE FAILURE

On December 18, 2019 it was found that 10 spring plates suffered complete rupture, always occurring in the welded auxiliary plates (eyebars) just mentioned, implying that 20 eyebars were found broken. The rupture was of similar nature on the broken eyebars: cracks developed along the path represented by the interrupted line 'AA' of Figure 7.

Figure 8 gives one example illustrating the behaviour of all fractured auxiliary plates (eyebars). In this figure, the crack is a 'textbook case' of a fatigue crack initiated at corners of a rectangular slot, and growing as a quarter of ellipse in each side of the rectangular slot.



a) crack surface (represented by interrupted line AA in previous Figure 7).



b) Detail of the crack propagation, starting at corner.
Figure 8 – Crack surface of one of the broken eyebars.

Although the cracks observed displayed approximately the same features, the extension of the fatigue crack region seemed not to be the same in all of them. This is consistent with a scenario where not all of them suffered rupture at the same time, but instead one suffered rupture first and its load share was then transferred to the surviving plates, and so on and so forth.

After the failure, it was verified that although some of the 45 mm diameter pins could be easily extracted from the toothed crown eyebars, others suffered plastic deformation making disassembling more difficult; still others had to be physically destroyed in order to allow disassembling. This means that the damage was far from uniform along the 10 broken spring plates, which is consistent with the observation of the previous paragraph.

ANTECEDENTS AND DETAILS

According to the company internal memo., [1], the kiln was running smoothly and there was no variation in power consumption meaning that there was no major stress variation recorded prior to the breakdown. No direct antecedent could therefore be readily traced. However, the power transmission mechanism suffered a major failure one year ago, when a tooth of the gear reducer (gearbox) broke, and consequently the gearbox was destroyed. Given the huge inertia of the operating kiln (when loaded, its mass is up to 120000 kg), a sudden stop imposed upon it will create very high impact loads upon the pinion, girth gear and spring plates.

Immediately after that failure one year ago, the major focus of attention was the toothed crown and pinion, found to be in operating conditions, whereas the spring plates were only the object of a cursory exam. Nevertheless, during that impact loading, possibly small cracks initiated at the corners of some of the rectangular slots in the eyebars, given the extremely high stress concentration associated to rectangular cuts. And provided the stress intensity factor range is above the threshold value for propagation, once cracks initiate propagation inevitably follows, until final rupture when the remaining cross section is unable to transmit the applied force either because of plastic collapse or because of toughness exhaustion. With P – power, ω - rotational speed, n – rotations per minute, M_t – torque, and from $P=M\omega$ with $\omega=2\pi n/60$ and $P=160\text{kW}$, $n=2$ rpm, it follows that $M_t=764\text{kNm}$. The radius corresponding of the external surface of the kiln in the relevant location is $3440/2$ mm, and there are 12 spring plates, therefore each one will be subjected to a tensile load F of approximately

$$M_t = 12 \times F \times (3,44/2) = 764000 \text{ Nm} \rightarrow \quad (1)$$

$$F=37,0 \text{ kN}$$

The section along which the crack propagated is approximately $(100 - 20) \times 20 \text{ mm}^2 = 1,6 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ per eyebar, and therefore the nominal stress in the critical cross section is

$$\sigma = 37/2 \times 1,6 \times 10^{-3} \text{ kN/m}^2 = 11,6 \text{ MPa} \quad (2)$$

A factor 2 was then applied to account for irregularities and shock, leading to the value $\sigma = 23,1 \text{ MPa}$.

THE REPAIR AND CONCLUDING REMARKS

The new auxiliary plates designed by Leca / Avelar no longer display the rectangular slot, but instead they show a semi-circular slot, see Figure 9. This will dramatically reduce the stress concentration effect implied in the previous failed design, improving the fatigue life of this connection



Figure 9 – New eyebars designed by Leca / Avelar

According to Hobbacher, [6], a weld detail such as the present one may be classified as fatigue class (FAT) 50 (see Hobbacher, [6], page 68, structural detail number 612). For this fatigue class, a life of 10^7 is expected for a nominal stress range of approximately 29 MPa, approximately 1,3 times higher than the present estimated nominal stress of 23,1 MPa, and infinite life for stresses below, see S-N curve in Figure 10. In this context, it is convenient to evaluate the number of rotations involved in the present service: at 2 rpm, working an estimated 350 days /year, this involves approximately 106 rotations per year, or 2×10^7 rotations in 20 years.

While these considerations indicate fatigue strength to cope with a 23,1 MPa stress range, the real service conditions are likely to be rather less severe, since the stress range per rotation in routine service is likely to be rather smaller (in service, load variation per rotation is likely to vary little).

Since load is transmitted to the spring plate through 4 fillet welds per eyebar, and these fillet welds work in shear along the throat area, a matter of interest is to evaluate the length l of the necessary weldments.

We saw above that under normal continuous service $F = 37,0 \text{ kN}$. Using a classical solution for shear loading in the throat of fillet welds, (throat length a), see e.g. chapt. 5 of Ballio and Mazollani, [7]:

$$t_{ij} = F/4al \quad (3)$$

$$\sigma_{eq} = \sqrt{1,8(F/4al)^2} \quad \text{or} \quad \sigma_{eq} = \sqrt{3(F/4al)^2} \quad (4)$$

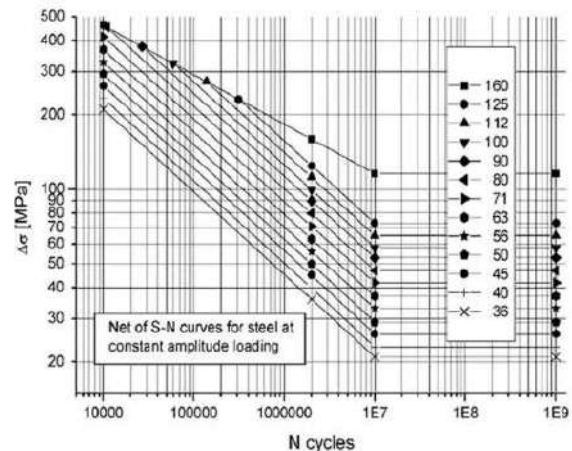


Figure 10 - Fatigue resistance S-N curves for steel, normal stress, standard applications (Figure (3.2)-1 of Hobbacher, 2008).

Bearing in mind that the material used is steel St52 with yield strength at least 345 MPa, using fillet welds with for example throat $a=4$ mm, a safety coefficient 1,5 on yield stress, and the factor 3 in expression (4),

$$F/4al = \alpha \left[(2/3) \sigma_{yield} / \sqrt{3} \right]$$

where α is a throat dependent coefficient taken as, (decreto-lei 211/86, [8], page 60),

$$\alpha = 0,8(1+(1/a)) \quad (5)$$

and using again a magnification of 2 accounting for irregularities and shock, we get for l :

$$\frac{37000}{4 \times 4 \times l} = 1 \times \frac{2}{3} \frac{345}{\sqrt{3}} \rightarrow l = 17,4 \text{ mm} \quad (6)$$

ie, $l = 18 \text{ mm}$

Since long ago it is common practice not to consider a length 'a' in the beginning and end of the weldment (e.g. Vallini, [9], page 200); then, if $a=4\text{mm}$ we have a 'calculated' minimum length $l=18+2 \times 4=26\text{mm}$. It is also recommended that length of fillet welds should be higher than 40mm, and if discontinuous fillet welds are chosen, the minimum length per weldment should be 4 times thickness, (decreto-lei 211/86, [8], page 25).

The considerations above do not account for the very occasional increase in load due to start from rest. But very occasionally there are stoppages, and the return to normal service imposes a transient situation of higher loads. With a weldment of length $l=120\text{mm}$ which is feasible in these components, the maximum load admissible for the very occasional start will be $(120-2 \times 4)/18=6.2$ times higher than the routine service value of 37 kN, which seems to be an adequate margin. In the choice of length l attention should be given to the IIW recommendation 'Weld terminations more than 10 mm from main plate edge', see Hobbacher, [6], page 68.

An increase in fatigue performance is expected if the weldments are subjected to treatments as pneumatic hammer peening, or shot peening, Maddox, [10], Moore and Booth, [11], or MacDonald, [12].

Finally, it is recommended to periodically inspect the critical regions of the welded connection, using liquid penetrant testing, ultrasound inspection or other suitable techniques. This should be incorporated in the maintenance plan of the equipment. Such matters are discussed e.g. by Stamboliska et al., [13], dealing in detail with rotary kiln maintenance problems.

REFERENCES

[1] Freire, C., Mendonça, B., Jensen, S. B., "Unforeseen stop at Avelar. Internal memo," Leca International, 2019, internal memo.

[2] Bastier, R., Bocan, A., Gilbert, B., Regnault, A., "Fours de cimenterie: Fours rotatifs," in *Techniques de l'Ingénieur, traité Génie énergétique*. Fascicule BE 8845, 2001.

[3] DIN 17100 'Acero de construcción en general: Prescripciones de calidad'. Spanish translation in: 'Normas de materiales y perfiles: acero y hierro', 1966.

[4] EN 10025-3, 2009, Portuguese standard, 'Hot rolled products of structural steels. Part 3: technical delivery conditions for normalized/normalized rolled weldable fine grain structural steels', 2009 (Portuguese version of EN 1025-3, 2009), 2009.

[5] Moore D.B., Wald, F., Design of structural connections to Eurocode 3 – Frequently asked questions. Building Research Establishment Ltd, EU Leonardo da Vinci Programme, 2003.

[6] Hobbacher, A., Recommendations for fatigue design of welded joints and components, IIW document IIW-1823-07. 2008.

[7] Ballio, G., Mazzolani, F. M., Theory and design of steel structures. London: Chapman and Hall, 1983.

[8] decreto-lei 211/86, 'Regulamento de estruturas de aço para edifícios, Imprensa Nacional Casa da Moeda, 1986.

[9] Vallini, A., Joints soudés: contrôle, métallurgie, résistance'. Paris: Dunod, 1968.

[10] Maddox, S.J., Fatigue strength of welded structures, 2 ed. Cambridge: Abington Publishing, reprinted 2002.

[11] Moore, P., Booth, G., The welding engineer's guide to fracture and fatigue. Cambridge: Elsevier and Woodhead Publishing, 2015.

[12] Macdonald, K. A., "Fracture and fatigue of welded joints and structures." Cambridge: Woodhead Publishing, 2011.

[13] Stamboliska, Z., Rusinski, E., Moczko, P., Proactive condition monitoring of low-speed machines. Cham: Springer, 2015.

DIAGRAMAS DE ROTURA EN POLIAMIDA 12

Martínez, Mario¹; Salazar, Alicia^{1*}; Gómez, Javier²; Rodríguez, Jesús¹

¹ Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales.
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos.

C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

²Advanced Materials Simulation

* Persona de contacto: alicia.salazar@urjc.es

RESUMEN

El uso de los diagramas de rotura está bastante extendido en metales, existiendo normas y expresiones que facilitan la evaluación de la integridad de componentes metálicos. Por el contrario, pocos artículos se pueden encontrar en la bibliografía sobre diagramas de rotura en polímeros. En este trabajo se presenta una primera aproximación a la determinación del diagrama de rotura de polímeros termoplásticos que se comportan según el modelo propuesto por G'Sell et al. En particular, se ha estudiado el comportamiento de la poliamida 12 fabricada por moldeo por inyección, y se han comparado los diagramas de rotura correspondientes a las opciones 1 y 2 de la norma BS 7190 con el diagrama determinado mediante cálculos por elementos finitos.

PALABRAS CLAVE: FAD, termoplásticos, fractura, PA12

ABSTRACT

The use of failure assessment diagrams is quite widespread in metals, with standards and expressions that facilitate the evaluation of the integrity of metal components. On the contrary, few articles can be found in the literature applying these ideas to polymers. In this work, a first approximation to failure assessment diagrams of polymers thermoplastics that obey the material model proposed by G'Sell et al. is presented. In particular, the behavior of polyamide 12 manufactured by injection molding has been studied, and the options 1 and 2 of the BS 7190 have been compared with the diagram determined by finite element calculations.

KEYWORDS: FAD, thermoplastics, fracture, PA12

1. INTRODUCCIÓN

Los diagramas de rotura, FAD por sus siglas en inglés (*Failure Assessment Diagram*), consisten en una herramienta utilizada para la evaluación del fallo de componentes estructurales. En los FAD se representa el factor de intensidad de tensiones relativo, K_r , frente a un parámetro de carga relativo, L_r . Como valores de normalización se utilizan la tenacidad de fractura del material, K_{mat} , y la carga de colapso plástico, P_c . En este diagrama puede dibujarse la curva de rotura que delimita las regiones de fallo e integridad del componente desde los casos de fractura frágil a los de colapso plástico [1]. El desarrollo de los FAD está ligado a los componentes metálicos, pues son los materiales típicamente usados para ejercer funciones estructurales.

Es por ello que la gran cantidad de normativa vigente hoy en día esté desarrollada y centrada en materiales metálicos. Aunque existe una gran diversidad de protocolos y recomendaciones, dos normas de especial relevancia son la BS 7910 [2] y la API 579 [3].

No obstante, es evidente la proliferación de nuevos materiales de uso estructural, en campos como la aeronáutica. Las normas anteriores no tienen en cuenta las peculiaridades que puedan presentar materiales distintos de los metálicos.

Un ejemplo de materiales con un comportamiento evidentemente diferente al de los metales es el de los polímeros termoplásticos. Estos polímeros están muy extendidos en diferentes industrias, siendo utilizados como matriz en muchos materiales compuestos o directamente como base de la pieza.

El diferente comportamiento mecánico se puede observar al realizar un ensayo de tracción uniaxial. El proceso de rotura se caracteriza por la aparición de una estricción que se propaga a lo largo de todo el fuste de la probeta antes de crear una segunda estricción que conduce a la rotura final [4].

En la curva tensión-deformación de un polímero termoplástico se observa una zona de endurecimiento en la que la pendiente de la curva tensión-deformación crece con la deformación [5]. El modelo de Ramberg-Osgood, comúnmente asociado a los materiales metálicos, no describe adecuadamente este comportamiento. La ecuación constitutiva propuesta por G'Sell et al. [5], [6] es una mejor aproximación a los polímeros termoplásticos que será utilizada en este trabajo.

Aunque se ha publicado con anterioridad algún artículo sobre la aplicación de los diagramas de rotura a polímeros, en pocos encontrados en la bibliografía se ha tenido en cuenta las peculiaridades del comportamiento mecánico de estos materiales y se han aplicado sin modificación las normas desarrolladas para metales [7], [8], salvo en el estudio de J. D. Fuentes et al. [9].

El objetivo de este trabajo es la aplicación de la metodología de los diagramas de rotura a un material con el comportamiento descrito por el modelo de G'Sell et al. [5], [6], obteniendo la curva del diagrama mediante simulación numérica. La comparación del diagrama obtenido con las opciones que ofrece la norma BS 7910 constituye una indicación del camino a seguir para describir el fallo de componentes fabricados en materiales poliméricos.

2. MATERIALES

El material estudiado en este trabajo fue la Poliamida 12 (PA12). Las probetas moldeadas por inyección (MI) fueron producidas por Aries Industrias del Plástico, S.A., utilizando PA12 en forma de granza comercializada bajo el nombre Vestamid.

3. METODOLOGÍA

3.1. Experimental

La técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido se empleó para determinar el grado de cristalinidad (χ_c), la temperatura de transición vítrea (T_g), la temperatura de cristalización (T_c) y la temperatura de fusión (T_f), utilizando velocidades de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/min.

Para la determinación de las propiedades mecánicas se realizaron ensayos de tracción con probetas tipo halterio cuyas dimensiones corresponden a las probetas tipo IV según la norma ASTM D638 [10], con un fuste de 33 mm, un ancho de 6 mm y un espesor de 4 mm. Las probetas se ensayaron en control por desplazamiento a una velocidad de 5 mm/min y a temperatura ambiente (23 °C) en una máquina hidráulica universal de ensayos MTS 810, equipada con una célula de carga de ± 5 kN, con un extensómetro de contacto (MTS 634.12F-54) de 25 mm de base de medida y con un videoextensómetro VIC 2D.

En los ensayos de fractura, realizados en la misma máquina descrita anteriormente, se emplearon probetas compactas (CT) con unas dimensiones de 40 mm de ancho, 10 mm de espesor, y una entalla inicial de 16 mm de longitud. La agudización de la entalla se realizó mediante golpe seco de cuchilla en entalla (*tapping*), hasta obtener una relación longitud de grieta inicial frente a la anchura de entre 0,45 y 0,65.

La apertura de la grieta se midió con un transductor de desplazamiento acoplado en el extremo de la entalla de +3.9 mm/-2 mm de recorrido (MTS 632.02F-20). Se ensayaron 5 probetas por cada tipo de ensayo.

3.2. Numérica

Para los trabajos de simulación numérica se ha utilizado el programa comercial de elementos finitos ANSYS Mechanical 17.2. Se ha abordado la simulación mediante el método de los elementos finitos de tres tipos de probetas fisuradas: probetas de flexión en tres puntos (SENB, *Single Edge Notch Bend*), probetas compactas (CT, *Compact Tension*) y probetas arco (ARC, *Arc-Shaped*). En todos los casos se han realizado simulaciones bidimensionales, con un mallado adaptativo en función de la distancia al fondo de grieta, aumentando gradualmente con la distancia a esa zona. Se han empleado elementos cuadriláteros de 8 nodos para el material masivo, con modelos de material elástico lineal, elastoplástico sin endurecimiento o elastoplástico con endurecimiento multilíneal, según el tipo de análisis realizado. Las propiedades de cada uno de estos modelos se han ajustado al comportamiento de la poliamida 12. Para el proceso de rotura se han empleado elementos cohesivos de 6 nodos con una función de ablandamiento lineal [11], que depende básicamente de dos parámetros, la tensión cohesiva y la energía de fractura. Como condición de carga se ha impuesto un desplazamiento en los bulones utilizados para transmitir la carga en cada configuración. El cálculo se ha realizado en todos los casos en condiciones de deformación plana.

Como se ha adelantado anteriormente, se han realizado tres tipos de simulaciones que se describen a continuación:

i) Simulaciones para el cálculo del factor de intensidad de tensiones con un modelo de material elástico lineal. Estos cálculos proporcionan la coordenada K_r del diagrama de rotura para las distintas combinaciones de geometría de probeta y longitud de grieta analizadas. Aunque existen expresiones para el factor de intensidad de tensiones en la bibliografía, algunas configuraciones podrían comprometer la validez de las mismas.

ii) Simulaciones para el cálculo de la carga de colapso plástico con un modelo de material elastoplástico sin endurecimiento. Estos cálculos proporcionan la coordenada L_r del diagrama de rotura para las distintas combinaciones de geometría de probeta y longitud de

grieta analizadas. En este caso, la malla en la punta de la grieta se ha modificado tal y como se recomienda para la simulación de grandes deformaciones [1].

iii) Simulaciones de la fractura de las probetas utilizando un modelo cohesivo. Con estas simulaciones se ha ajustado la función de ablandamiento hasta conseguir reproducir los ensayos experimentales de fractura.

4. RESULTADOS

4.1. Resultados experimentales

Las tablas 1 y 2 recogen las propiedades térmicas y mecánicas de las probetas de PA12 fabricadas por MI.

Tabla 1. Propiedades térmicas de la PA12 procesada por MI.

	χ_c (%)	T_g (°C)	T_c (°C)	T_f (°C)
MI	34,3	56,5	150,6	179,4

Tabla 2. Propiedades mecánicas de la PA12 procesada por MI.

	Tracción				Fractura
	E (GPa)	ν	σ_y (MPa)	ϵ_R (%)	J_{Ic} (kJ/m ²)
MI	1,29 ±0,04	0,46 ±0,02	48 ±1	58 ±4	5,2 ±1,5

La tabla 2 muestra valores del módulo elástico E , del coeficiente de Poisson ν , de la tensión de cedencia σ_y , de la deformación a rotura ϵ_R , y del valor crítico de la integral J , J_{Ic} , obtenido siguiendo las recomendaciones de la norma [12].

Una curva fuerza-desplazamiento típica de los ensayos de tracción uniaxial se muestra en la figura 1.

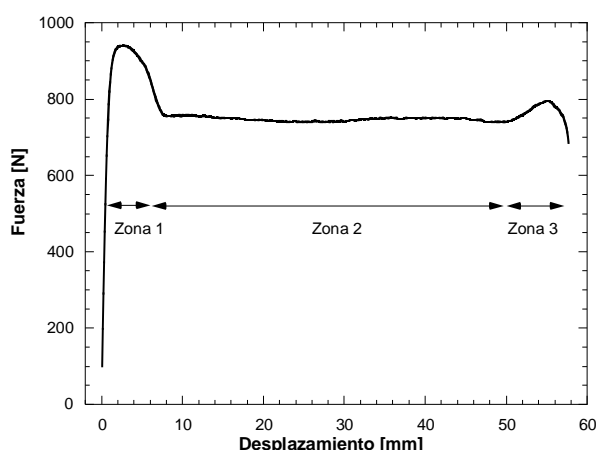


Figura 1. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos de tracción uniaxial.

Como se puede apreciar en la figura 1, se identifican las tres zonas propias del comportamiento de un polímero termoplástico: zona 1, inicio del ensayo hasta la aparición

del primer cuello de estrangulación; zona 2, propagación del cuello de estrangulación por todo el fuste de la probeta; y zona 3, aparición del segundo cuello de estrangulación que conduce a la rotura [4].

En la figura 2 se muestra la curva tensión-deformación verdadera, obtenida a partir de la curva fuerza-desplazamiento y de los valores de deformación longitudinal y transversal. Para esta última se ha utilizado el coeficiente de Poisson. Los resultados experimentales se han ajustado al modelo de G'Sell et al. según la ecuación (1). Para su obtención se ha excluido la zona 2 (ver figura 1) de la curva fuerza-desplazamiento, ya que esa zona se corresponde con una propagación de la estrangulación y no un cambio en el estado tensional a nivel local del material.

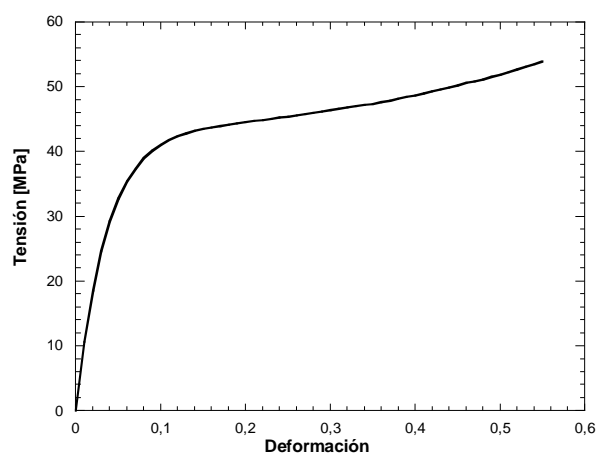


Figura 2. Curva tensión-deformación de la PA12 ensayada.

La expresión empleada como modelo constitutivo, particularizada de la original propuesta por G'Sell et al. [6], se muestra a continuación.

$$\sigma = K(1 - e^{-\epsilon/\epsilon_v})e^{h\epsilon^2} \quad (1)$$

Donde K , ϵ_v y h son constantes propias del material, σ es la tensión y ϵ la deformación. Los valores de las constantes obtenidas para la PA12 se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Constantes del modelo G'Sell et al. para la PA12.

K (MPa)	43,5
ϵ_v	0,036
h	0,71

A diferencia de la propuesta original de G'Sell et al. [6], la constante K , en la ecuación (1), engloba el término relacionado con la velocidad de deformación, ya que en este trabajo los ensayos han sido realizados a la misma velocidad de desplazamiento.

En referencia a los ensayos de fractura, el valor de la energía de fractura en la iniciación de la propagación de la grieta se ha determinado siguiendo la metodología de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (MFEL), a pesar de que el material presenta un grado de no linealidad superior a los límites marcados por la MFEL. El valor de la energía de fractura determinado por este procedimiento fue de $5,2 \pm 1,5 \text{ kJ/m}^2$.

4.2. Resultados numéricos

En la validación de las simulaciones para el cálculo del factor de intensidad de tensiones y de las cargas de colapso plástico, se han utilizado como referencia las expresiones disponibles en la bibliografía [1]-[3].

Por otra parte, en las simulaciones de fractura se han modificado los parámetros del modelo cohesivo, manteniendo constante la energía de fractura, hasta que las curvas fuerza-desplazamiento de las simulaciones y las de los ensayos experimentales eran concordantes.

Las curvas fuerza-desplazamiento de las simulaciones de fractura se muestran en las figuras 3 a 5, para las distintas configuraciones geométricas analizadas.

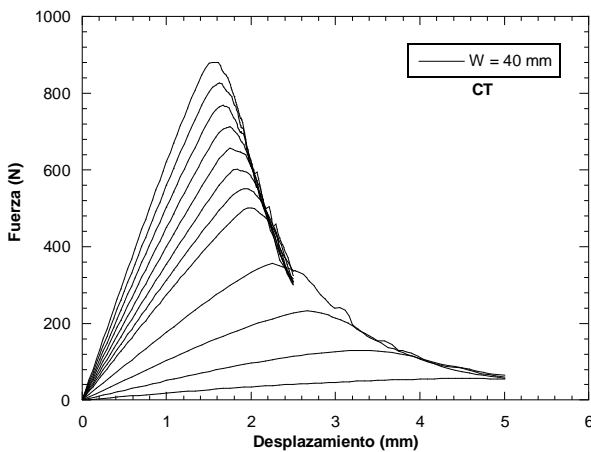


Figura 3. Curvas fuerza-desplazamiento de las simulaciones de fractura de probetas CT para la configuración con $W=40 \text{ mm}$, para las siguientes longitudes de grieta (en mm): 16 (curva superior del gráfico), 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 26, 29, 32 y 35 (curva inferior del gráfico).

La carga de iniciación de la propagación de la grieta se ha escogido como el máximo de la curva fuerza-desplazamiento de las simulaciones de fractura.

Una vez se han obtenido a través de las diferentes simulaciones el factor de intensidad de tensiones en modo I, K_I , el valor de la integral J en el inicio de la propagación de la grieta, K_J , la carga para dicho inicio, P , y la carga de colapso plástico, P_c , se dispone de los parámetros necesarios para definir las variables que

conforman el FAD: K_r y L_r . Las expresiones de estos parámetros se muestran en las ecuaciones (2) y (3).

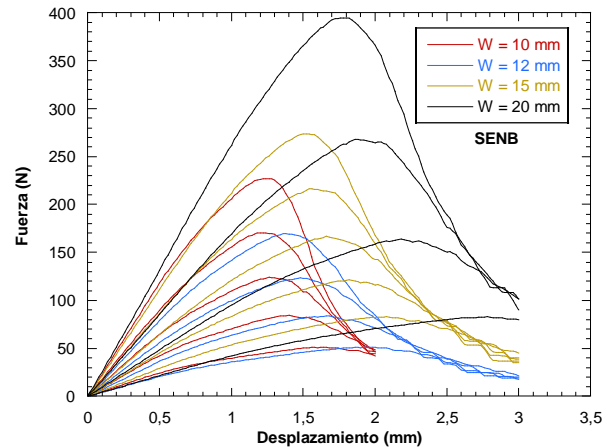


Figura 4. Curvas fuerza-desplazamiento de las simulaciones de fractura de probetas SENB. Para la configuración con $W=10 \text{ mm}$ se han simulado las siguientes longitudes de grieta (en mm): 3, 4, 5, 6 y 7. Para la configuración con $W=12 \text{ mm}$: 6, 7, 8 y 9. Para la configuración con $W=15 \text{ mm}$: 7, 8, 9, 10 y 11. Para la configuración con $W=20 \text{ mm}$: 10, 12, 14 y 16.

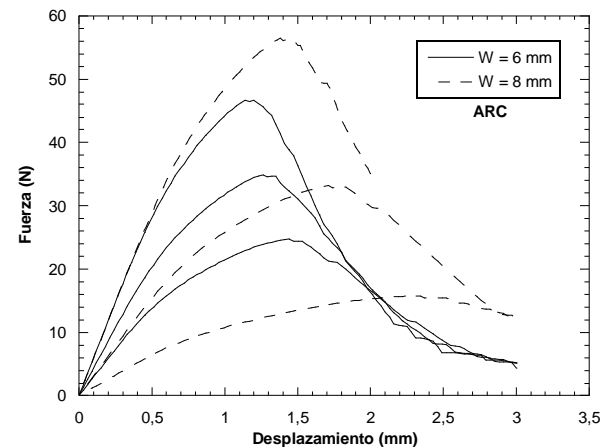


Figura 5. Curvas fuerza-desplazamiento de las simulaciones de fractura de probetas ARC. Para la configuración con $W=6 \text{ mm}$ se han simulado las siguientes longitudes de grieta (en mm): 2,5, 3 y 3,5. Para la configuración con $W=8 \text{ mm}$: 4, 5 y 6.

$$K_r = K_I / K_J \quad (2)$$

$$L_r = P / P_c \quad (3)$$

Estos puntos (K_r , L_r) se corresponden con la línea crítica FAL (Failure Assessment Line) del FAD que delimitaría las regiones de fallo e integridad en componentes de PA12. Los resultados del análisis numérico se corresponden con los puntos incluidos en la figura 6.

5. DISCUSIÓN

Uno de los puntos fuertes de la metodología de los FAD es el gran desarrollo de normativa al respecto, facilitando el uso de los mismos en el cálculo ingenieril. Las normas suelen disponer de expresiones concretas para la curva FAL. En este trabajo se ha utilizado como referencia la norma BS 7910, que ofrece varias opciones de aplicación con grados diferentes de conservadurismo. La opción 1, hace uso de la ecuación (4) para definir K_r como una función del parámetro L_r .

$$f(L_r) = \left. \begin{aligned} & \left(1 + \frac{1}{2}L_r^2\right)^{-1/2} [0,3 + 0,7e^{-\mu L_r^6}] & L_r \leq 1 \\ & f(L_r) = f(1)L_r^{\frac{N-1}{2N}} & 1 < L_r < L_{r,m\acute{a}x} \\ & f(L_r) = 0 & L_r \geq L_{r,m\acute{a}x} \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

donde μ y N son dos constantes que dependen del m3dulo el3stico, E , de la tensi3n de cedencia, σ_y , y de la tensi3n 3ltima, σ_U .

La opci3n 2, de manera similar, ofrece una funci3n de K_r dependiente de L_r , pero m3s compleja y menos conservadora. Esta opci3n se muestra en la ecuaci3n (5).

$$f(L_r) = \left. \begin{aligned} & \left(\frac{E\varepsilon_{ref}}{L_r\sigma_y} + \frac{L_r^3\sigma_y}{2E\varepsilon_{ref}}\right)^{-1/2} & L_r < L_{r,m\acute{a}x} \\ & f(L_r) = 0 & L_r \geq L_{r,m\acute{a}x} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

donde ε_{ref} es la deformaci3n de referencia, correspondiente a la tensi3n de referencia, σ_{ref} , definida como

$$\sigma_{ref} = L_r\sigma_y \quad (6)$$

La relaci3n tensi3n-deformaci3n utilizada es la indicada en el modelo de G'Sell et al. para la PA12 mostrada en la ecuaci3n (1).

Las opciones 1 y 2 se han representado en la figura 6, junto con los datos num3ricos.

Como se observa en la figura 6, la opci3n 2 de la norma no pasa por el punto (1, 0) como debiera. Esto puede ser una consecuencia del comportamiento no lineal observado en algunos pol3meros termopl3sticos, incluso en la zona t3picamente el3stica. Para corregir esta anomal3a, se propone sustituir en la ecuaci3n (5) el m3dulo el3stico, E , por la derivada de la tensi3n respecto a la deformaci3n en la ecuaci3n (1).

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = 2hK\varepsilon e^{h\varepsilon^2} (1 - e^{-\varepsilon/\varepsilon_v}) + \frac{Ke^{h\varepsilon^2 - \varepsilon/\varepsilon_v}}{\varepsilon_v} \quad (7)$$

En la figura 6 se puede apreciar la opci3n 2 modificada (opci3n 2*) que efectivamente pasa por el punto (1, 0).

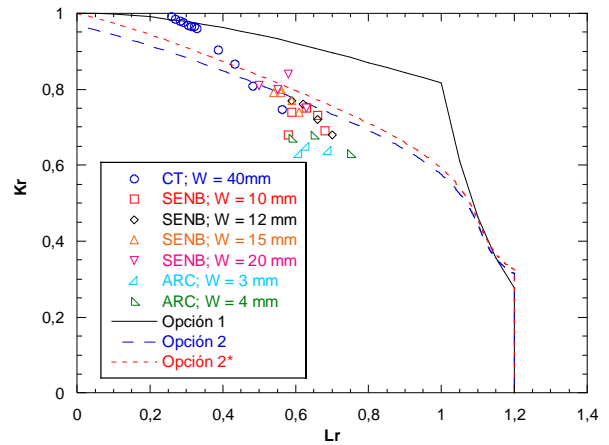


Figura 6. Diagrama de rotura (FAD) con las opciones 1 y 2 de la norma BS 7910, la correcci3n propuesta de la opci3n 2 y los resultados num3ricos.

Finalmente, los puntos de la curva FAL obtenidos num3ricamente para la PA12 no parecen seguir la misma tendencia que las FAL obtenidas con las expresiones de la norma BS 7910. La opci3n 1 se muestra muy conservadora y la opci3n 2 se muestra incluso poco conservadora en cierta regi3n del diagrama. No debe de sorprender este resultado puesto que la norma BS 7910 ha desarrollado expresiones basadas en modelos de comportamiento de Ramberg-Osgood, especialmente adecuados para materiales met3licos.

6. CONCLUSIONES.

En este trabajo se ha estudiado la rotura de probetas de PA12 con diferentes configuraciones geom3tricas, mediante simulaciones num3ricas basadas en el m3todo de los elementos finitos. Los resultados obtenidos se han analizado con la metodolog3a de los FAD y se ha evaluado la aplicabilidad de la norma BS 7910, permitiendo extraer las siguientes conclusiones:

- Las expresiones de la norma BS 7910, basadas en un comportamiento definido por el modelo de Ramberg-Osgood, no describen adecuadamente el fallo de componentes fabricados en pol3meros termopl3sticos del tipo de la PA12, estando incluso en algunos casos del lado de la inseguridad.
- Para adaptar la normativa a este tipo de materiales ser3a necesario desarrollar expresiones basadas en modelos de material espec3ficos para los termopl3sticos. En este sentido, el modelo de G'Sell et al. [6] podr3a ser un punto de partida apropiado.

7. REFERENCIAS

- [1] T. L. Anderson, (2017). *FRACTURE MECHANICS: Fundamentals and Applications*. Boca Raton, FL: CRC Press.
- [2] BSI, (2013). *Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures. BS 7910:2013*. British Standards Institution.
- [3] API y ASME (2016). *Fitness-For-Service. API 579-1/ASME FFS-1*. American Petroleum Institute, American Society of Mechanical Engineers.
- [4] H. E. H. Meijer y L. E. Govaert, (2005). "Mechanical performance of polymer systems: The relation between structure and properties" en *Progress in Polymer Science*. Vol. 30, (8), pp. 915-938. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2005.06.009.
- [5] C. G'sell y J. J. Jonas, (1979). "Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate" en *Journal of Materials Science*. Vol. 14, (3), pp. 583-591. DOI: 10.1007/BF00772717.
- [6] C. G'sell, N. A. Aly-Helal y J. J. Jonas, (1983). "Effect of stress triaxiality on neck propagation during the tensile stretching of solid polymers" en *Journal of Materials Science*. Vol. 18, (6), pp. 1731-1742. DOI: 10.1007/BF00542069.
- [7] F. T. Ibáñez-Gutiérrez y S. Cicero, (2017). "Fracture assessment of notched short glass fibre reinforced polyamide 6: An approach from failure assessment diagrams and the theory of critical distances" en *Composites Part B*. Vol. 111, pp. 124-133. DOI: 10.1016/j.compositesb.2016.11.053.
- [8] J. Han, H. Ryu, Y. Kim, J. Kim, Y. Oh y H. Park, (2014). "Failure assessment diagram analysis of high density polyethylene pipes" en *J Mech Sci Technol*. Vol. 28, (12), pp. 4929-4938. DOI: 10.1007/s12206-014-1113-3.
- [9] J. D. Fuentes, S. Cicero, F. T. Ibáñez-Gutiérrez y I. Procopio, (2018). "On the use of British standard 7910 option 1 failure assessment diagram to non-metallic materials" en *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* Vol. 41, (1), pp. 146-158. DOI: 10.1111/ffe.12668.
- [10] ASTM, (2014). *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. ASTM D638-14*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- [11] M. Elices, G. V. Guinea, J. Gómez y J. Planas, (2002). "The cohesive zone model: advantages, limitations and challenges" en *Engineering Fracture Mechanics*. Vol. 69, (2), pp. 137-163. DOI: 10.1016/S0013-7944(01)00083-2.
- [12] ASTM, (2018). *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. ASTM E1820-18ae1*. West Conshohocken, PA: ASTM International.

FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA: EQUILIBRIO Y DIFUSION EN PRESENCIA DE TRAMPAS.

J. Sanchez^{1*}, G. Álvarez², A. Ridruejo², P. de Andres³, J. Torres¹, N. Rebolledo¹

¹ Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja (IETcc-CSIC).

* Persona de contacto: javier.sanchez@csic.es

² Departamento de Ciencia de Materiales, Universidad Politécnica de Madrid, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos.

³ Instituto de Ciencias de Materiales de Madrid (ICMM-CSIC).

RESUMEN

La fragilización por hidrógeno está presente en muchos de los fallos de estructuras o componentes de acero. En estudios anteriores se ha mostrado el efecto del hidrógeno dentro de la red de hierro a nivel atómico y se concluía que el hidrógeno no establece enlace químico con el hierro, pero introduce tensiones internas que debilitan los enlaces hierro-hierro y disminuyen la tenacidad de fractura. A nivel macroscópico se ha simulado la propagación de una fisura por el efecto del hidrógeno. Se ha acoplado el transporte de hidrógeno, los gradientes de tensiones y la variación de la tenacidad de fractura en un mismo modelo. El comportamiento en fractura se ha simulado mediante dos leyes cohesivas: una ley lineal y una ley polinómica. En el presente trabajo se estudia el efecto de diferentes tipos de trampas existentes en los aceros sobre el transporte de hidrógeno. Se presenta como caso práctico la simulación de la desorción térmica de hidrógeno al aumentar la temperatura.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por Hidrógeno, Acero, Trampas.

ABSTRACT

Hydrogen embrittlement is ubiquitous in many of the failures of steel structures components. The effect of hydrogen inside a periodic lattice of iron has been previously studied at the atomic level concluding that hydrogen does not establish significant chemical bonds with iron; instead it introduces internal stresses that weaken the iron-iron bonds and decrease fracture toughness. We also simulate the crack propagation under the hydrogen influence. Hydrogen transport, stress gradients and the evolution of fracture toughness was analysed together in a multi-physics finite element model. Fracture behaviour had been simulated using two different models for the cohesive law; with either a linear or a polynomial dependence. Results showed that the choice for the cohesive law influences the crack propagation rate and the hydrogen concentration profiles. In this work we study the effect of different hydrogen traps on the transport of hydrogen. As a case study, the model is applied to a thermal desorption test .

KEYWORDS: Hydrogen Embrittlement, Steel, Traps.

INTRODUCCIÓN

La Fragilización por Hidrógeno (FH) es una de las principales causas de fallo en los componentes metálicos expuestos a ambientes agresivos y normalmente se considera asociada a otros tipos de degradación, como es la corrosión o la corrosión bajo tensión [1], [2].

En anteriores comunicaciones en el Congreso GEF se ha mostrado el comportamiento del H dentro de la red bcc del Fe observándose que el H no establece enlace con los átomos de Fe [3], pero produce unas distorsiones en la red del Fe que condicionan el camino de difusión del propio H [4] y al mismo tiempo debilitan el enlace Fe-

Fe [5], o lo que es lo mismo reduce la energía de fractura del acero [6], [7].

Numerosos trabajos han tratado de forma experimental [8]–[10] el coeficiente de difusión del hidrógeno dentro de la red de hierro. Los experimentos muestran una gran dispersión debida a diferentes variables como el método de ensayo, la pureza del material, etc. Por otra parte, los cálculos teóricos permiten calcular energías de activación y estados de transición [11]. Sin embargo, como se mostró en la comunicación del 2018, en estos cálculos teóricos no se ha introducido de forma precisa el término relativo a la entropía en la función de Helmholtz. Los autores presentan una ecuación que permite calcular el coeficiente de difusión en la red de

hierro pura para cualquier temperatura inferior a la de Debye [12].

En este trabajo se implementará la ecuación de difusión obtenida para estimar el comportamiento de desorción térmica de un acero a diversas temperaturas. Para abordar este problema se ha implementado en un programa de elementos finitos la ecuación de difusión acoplada con equilibrio químico para varias especies, donde se tiene en cuenta dos tipos de trampas.

METODOLOGÍA

Teniendo en cuenta los cálculos teóricos presentados en años anteriores, en la siguiente figura se muestra la variación del coeficiente de difusión en una diagrama tipo Arrhenius y la barrera de difusión (ΔE_T) en función de la temperatura. La ecuación del coeficiente de difusión es la siguiente:

$$D(T) = 0.312T \cdot \exp\left(\frac{-453}{T} (1 + (10^{-3}T)^2 + (10^{-3}T)^4)\right) 10^{-9} \left(\frac{m^2}{s}\right) \quad (1)$$

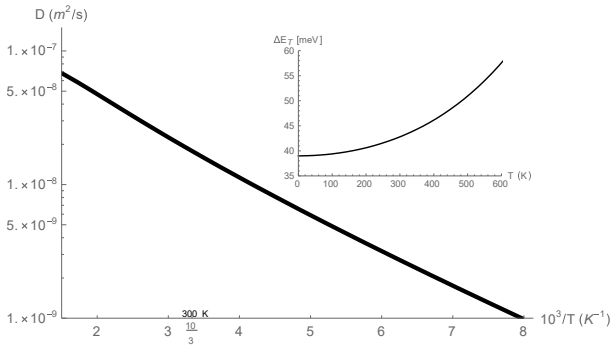
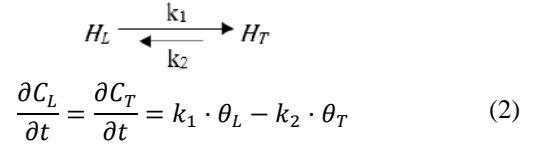


Figura 1. Coeficiente de difusión y barrera de difusión obtenidas por primeros principios [12].

La presencia de heterogeneidades microestructurales como pueden ser las dislocaciones, límites de grano y otras imperfecciones inherentes al material, dan lugar a zonas donde el hidrógeno puede quedar adsorbido, denominadas comúnmente como trampas de hidrógeno [13]. Con una energía de ligadura dada por la profundidad del pozo de potencial, las trampas de hidrógeno se clasifican en reversibles e irreversibles [9]. Las trampas irreversibles son aquellas en las cuales la energía de activación es demasiado elevada para que el hidrógeno pueda salir de ellas a temperatura ambiente (energía de activación mayor que 60 kJ/mol), mientras que en las reversibles el hidrógeno puede salir de ellas con cierta facilidad a temperatura ambiente (energía de activación menor que 60 kJ/mol) [14]. Como ejemplo de trampas irreversibles, se tienen interfases de carburos, precipitados incoherentes y bordes de grano de gran ángulo. Por el otro lado, los ejemplos más comunes de trampas reversibles son dislocaciones, precipitados coherentes y bordes de grano de ángulo bajo [15].

En el modelo de elementos finitos que se ha desarrollado se ha considerado el hidrógeno en las trampas como una especie química diferente. El hidrógeno en las trampas (H_T , cuya concentración se denota por C_T) se encuentra en equilibrio con el hidrógeno que se encuentra en la red de Fe (H_L con concentración C_L). Por lo tanto, para cada tipo de trampa se establece un equilibrio como el que se muestra en la siguiente ecuación:



Donde k_1 y k_2 son las constantes cinéticas, θ_L y θ_T el recubrimiento o grado de ocupación del hidrógeno en la red y en las trampas, que a su vez definen la actividad (a) [16]–[18]:

$$\theta_L = \frac{C_L}{\beta \cdot N_L} \quad (3)$$

$$\theta_T = \frac{C_T}{\alpha \cdot N_T} \quad (4)$$

$$a_L = \frac{\theta_L}{1 - \theta_L} \quad (5)$$

$$a_T = \frac{\theta_T}{1 - \theta_T} \quad (6)$$

Dónde N_L es el número de átomos de Fe por unidad de volumen, β es el número de intersticios de red por átomo de Fe, N_T es la densidad de trampas, α es el número de trampas por dislocación.

Teniendo en cuenta la ecuación propuesta por Oriani [17], es posible calcular las concentraciones en equilibrio:

$$\frac{\theta_T}{1 - \theta_T} = \frac{\theta_L}{1 - \theta_L} \cdot \exp\left(\frac{W_B}{RT}\right) \quad (9)$$

Donde W_B es la energía de ligadura o pozo de potencial de la trampa.

La hipótesis del trabajo es que únicamente el hidrógeno que se encuentra en la red de hierro se puede mover, siguiendo la ley de Fick, donde el coeficiente de difusión se ha definido en la ecuación 1. Por lo tanto, el hidrógeno se mueve por la red de Fe, encontrándose en todo lugar y momento en equilibrio con el hidrógeno que se encuentra en cada tipo de trampa. Al mismo tiempo, estos equilibrios dependen de la temperatura, que en este estudio se ha mantenido constante.

$$\frac{\partial C_L}{\partial t} = D \nabla^2 C_L \quad (10)$$

A modo de demostrador, se han aplicado las ecuaciones anteriores a un problema de transferencia de materia considerando una concentración inicial de H en el material, 6 ppm en este caso, y una concentración de 0 ppm en la superficie. Se ha considerado una geometría cilíndrica de 2 mm de radio. En el estudio se han reproducido el comportamiento de dos tipos de trampas: bordes de grano denominándose al hidrógeno atrapado como $H_{trap,gb}$; y los carburos donde el hidrógeno atrapado se ha denominado $H_{trap,c}$. La densidad y energía de pozo de estas trampas se han obtenido de la caracterización de un acero AERMET 100 [19].

Tabla 1. Propiedades del acero AERMET 100 [19].

Propiedades	AERMET 100
Volumen molar de red (V_M) [$\frac{m^3}{mol}$]	7.116×10^{-6}
Volumen molar parcial del hidrógeno (V_H) [$\frac{m^3}{mol}$]	2×10^{-6}
Energía de enlace de trampas de bordes de grano ($W_B^{(GB)}$) [$\frac{kJ}{mol}$]	58.6
Densidad de trampas de bordes de grano ($\alpha^{(GB)}N_T^{(GB)}$) [ppm]	1
Energía de enlace de trampas del carburo ($W_B^{(C)}$) [$\frac{kJ}{mol}$]	11.5
Densidad de trampas del carburo ($\alpha^{(C)}N_T^{(C)}$) [ppm]	1×10^4

RESULTADOS

Se muestran a continuación los resultados obtenidos en la simulaciones de elementos finitos. Se ha simulado el comportamiento a 5 temperaturas fijas: -100, -40, 0, 40 y 100 °C, para un tiempo total en cada una de ellas de 1000 s partiendo de una concentración total de 6 ppm. Se define como trampa n° 1 a los bordes de grano ($H_{trap,gb}$) y como trampas n° 2 a los carburos ($H_{trap,c}$), mientras que $H_{lattice}$ se refiere al H en la red de Fe.

A modo de ejemplo, en la siguiente figura se muestran los resultados obtenidos para $T = 40$ °C. Se muestra el perfil de la concentración total, el perfil para el hidrógeno en la red $H_{lattice}$ y el H en las dos trampas definidas como $H_{trap,gb}$ y $H_{trap,c}$. Debido a la concentración de contorno impuesta en la superficie donde $H_{lattice} = 0$ ppm, se produce la desorción del $H_{lattice}$ que es el único que tiene movilidad. Al disminuir la concentración de $H_{lattice}$ desplaza el equilibrio del H que se encuentra atrapado comenzándose a liberar hacia la red de Fe. Dependiendo de la energía de atrapamiento, W_B , y de la temperatura las trampas se pueden “vaciar” o permanecen llenas para tiempos cortos.

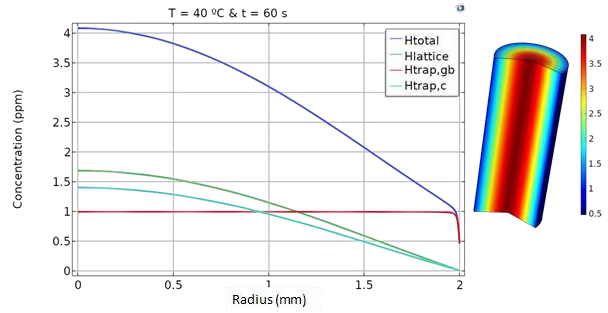


Figura 2. Concentración de H en la red y en las trampas. $T = 40$ °C; $t = 60$ s.

En las siguientes figuras se muestra la evolución de la concentración de H a una temperatura fija establecida. Se pueden observar dos efectos: i) el efecto del coeficiente de difusión, y ii) la variación del equilibrio entre el H en la red y el H en las trampas al variar la temperatura.

Como se ha mostrado anteriormente, al aumentar la temperatura aumenta la movilidad del H en la red por lo que se produce la desorción de forma más rápida.

En cuanto a las constantes de equilibrio, se observa que para temperaturas inferiores a 40 °C la concentración de H en la red, $H_{lattice}$, es inferior al que se encuentra en las trampas correspondientes a los carburos, $H_{trap,c}$. Sin embargo, este comportamiento se invierte para temperaturas superiores a los 40 °C. Por otra parte, el hidrógeno que se encuentra en bordes de grano, $H_{trap,gb}$, permanece atrapado durante todo el tiempo de cálculo y sólo para temperaturas de 100 °C comienza a apreciarse su salida.

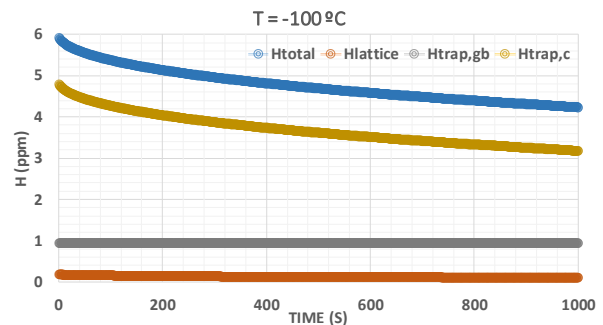


Figura 3. Evolución de la concentración de H a una temperatura de -100 °C.

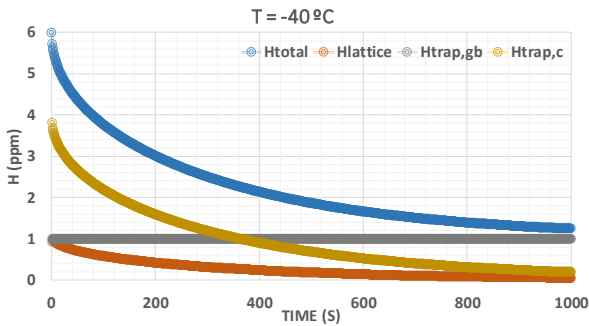


Figura 4. Evolución de la concentración de H a una temperatura de -40 °C.

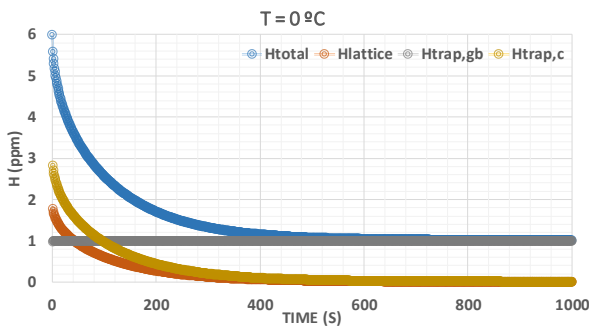


Figura 5. Evolución de la concentración de H a una temperatura de 0 °C.

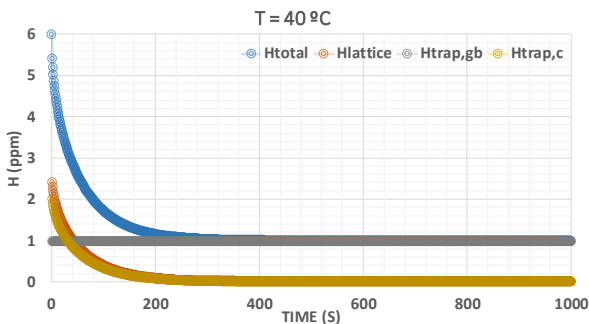


Figura 6. Evolución de la concentración de H a una temperatura de 40 °C.

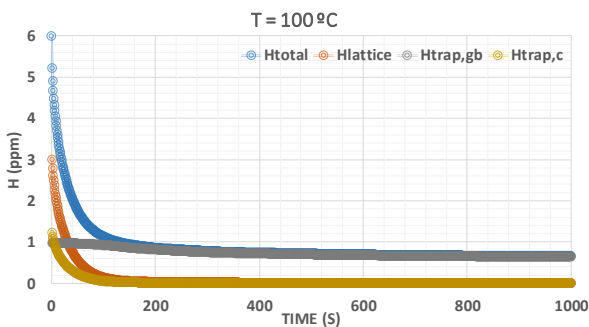


Figura 7. Evolución de la concentración de H a una temperatura de 100 °C.

La variación de la concentración total de H con el tiempo depende de la función de error complementaria siguiendo la ecuación de $\text{erfc}[-\lambda t^{1/2}]$, donde λ es una constante. Por lo tanto, el flujo de salida (desorción) de H del acero se puede representar por la siguiente ecuación:

$$J_H = -\frac{\partial H_{total}}{\partial t} = J_0/\sqrt{t} \quad (11)$$

Donde J_0 es constante.

En la siguiente figura se muestra la variación de flujo de salida del H en función del tiempo para cada una de las temperaturas simuladas.

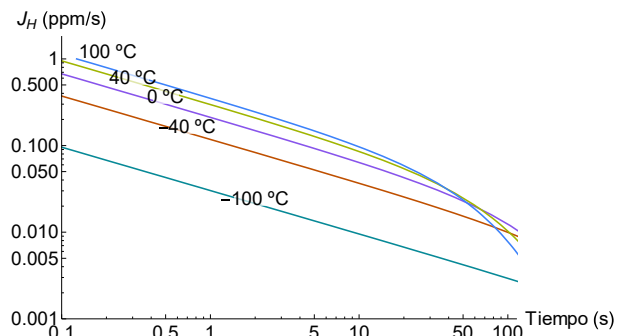


Figura 8. Evolución de la concentración de H a una temperatura de 40 °C.

En la figura 9 se muestra la variación de J_0 con la temperatura y el ajuste a una ecuación exponencial:

$$J_0 = \frac{1.31305 \cdot 10^6 \exp\left(\frac{1215.14}{T+273.15}\right)}{(T+273.15)^2} \quad (12)$$

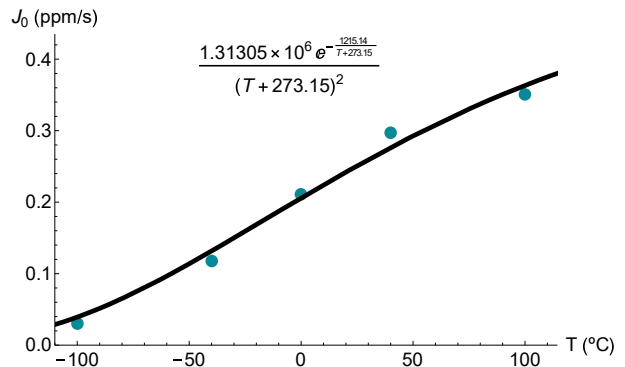


Figura 9. Variación de J_0 con la temperatura. La línea negra muestra el mejor ajuste.

CONCLUSIONES

Se ha simulado mediante FEM el comportamiento del H en un acero de alta resistencia teniendo en cuenta dos tipos de trampas o defectos con diferentes energías de atrapamiento y diferente densidad. El modelo emplea como coeficiente de difusión el estimado por primeros principios para el caso de la red de hierro pura, sin defectos.

Estas simulaciones permiten evaluar el efecto de la temperatura sobre el equilibrio del H en la red y en las trampas, además de reproducir el propio transporte de H dentro de la red de Fe.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del MICINN (PID2019-106759GB-I00 and MAT2017-85089-C2-1-R), al CSIC (PIE 201860E005), CTI-CSIC por el clúster de cálculo y a la UPM (VJIDOCUPM2019ARR).

REFERENCIAS

- [1] M. Elices *et al.*, "Failure analysis of prestressed anchor bars," *Eng. Fail. Anal.*, vol. 24, pp. 57–66, 2012, doi: 10.1016/j.engfailanal.2012.03.007.
- [2] R. N. Parkins, M. Elices, V. Sanchez-Galvez, and L. Caballero, "Environment sensitive cracking of pre-stressing steels," *Corros. Sci.*, vol. 22, no. 5, pp. 379–405, 1982, [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/B6TWS-48JJKXT-7C/2/28f5ce51259cd7594a8d73aca62a83d9>.
- [3] J. Sanchez, J. Fullea, C. Andrade, and P. L. De Andres, "Hydrogen in α -iron: Stress and diffusion," *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, vol. 78, no. 1, 2008, doi: 10.1103/PhysRevB.78.014113.
- [4] J. Sanchez, J. Fullea, M. C. Andrade, and P. L. De Andres, "Ab initio molecular dynamics simulation of hydrogen diffusion in α -iron," *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, vol. 81, no. 13, 2010, doi: 10.1103/PhysRevB.81.132102.
- [5] A. Castedo, J. Sanchez, J. Fullea, M. C. Andrade, and P. L. De Andres, "Ab initio study of the cubic-to-hexagonal phase transition promoted by interstitial hydrogen in iron," *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, vol. 84, no. 9, 2011, doi: 10.1103/PhysRevB.84.094101.
- [6] J. Sánchez, Á. Ridruejo, E. Muñoz, C. Andrade, J. Fullea, and P. de Andres, "Cálculo de la velocidad de propagación de la fisura debido a fragilización por hidrógeno," *Hormig. y Acero*, vol. 67, no. 280, pp. 325–332, 2016, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.hya.2016.01.002>.
- [7] D. E. Jiang and E. A. Carter, "First principles assessment of ideal fracture energies of materials with mobile impurities: implications for hydrogen embrittlement of metals," *Acta Mater.*, vol. 52, no. 16, pp. 4801–4807, 2004, [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/B6TW8-4CWSV6V-3/2/8b48af8be9e738c38073ae26fc6bb5a7>.
- [8] D. M. Li, R. P. Gangloff, and J. R. Scully, "Hydrogen trap states in ultrahigh-strength AERMET 100 steel," *Metall. Mater. Trans. a-Physical Metall. Mater. Sci.*, vol. 35A, no. 3, pp. 849–864, 2004.
- [9] R. L. S. Thomas, D. M. Li, R. R. Gangloff, and J. R. Scully, "Trap-governed hydrogen diffusivity and uptake capacity in ultrahigh-strength AERMET 100 steel," *Metall. Mater. Trans. a-Physical Metall. Mater. Sci.*, vol. 33, no. 7, pp. 1991–2004, 2002.
- [10] K. Kiuchi and R. B. McLellan, "The solubility and diffusivity of hydrogen in well-annealed and deformed iron," *Acta Metall.*, vol. 31, no. 7, pp. 961–984, 1983.
- [11] D. E. Jiang and E. A. Carter, "Diffusion of interstitial hydrogen into and through bcc Fe from first principles," *Phys. Rev. B*, vol. 70, no. Copyright (C) 2009 The American Physical Society, p. 64102, 2004, [Online]. Available: <http://link.aps.org/abstract/PRB/v70/e064102>.
- [12] P. L. de Andres, J. Sanchez, and A. Ridruejo, "Hydrogen in α -iron: role of phonons in the diffusion of interstitials at high temperature," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, p. 12127, Dec. 2019, doi: 10.1038/s41598-019-48490-w.
- [13] A. Turnbull, "Perspectives on hydrogen uptake, diffusion and trapping," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 40, no. 47, pp. 16961–16970, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.06.147>.
- [14] R. Silverstein, D. Eliezer, and E. Tal-Gutelmacher, "Hydrogen trapping in alloys studied by thermal desorption spectrometry," *J. Alloys Compd.*, vol. 747, pp. 511–522, 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.03.066.
- [15] Q. Liu, J. Venezuela, M. Zhang, Q. Zhou, and A. Atrens, "Hydrogen trapping in some advanced high strength steels," *Corros. Sci.*, vol. 111, pp. 770–785, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2016.05.046>.
- [16] G. M. Pressouyre and I. M. Bernstein, "A kinetic trapping model for hydrogen-induced

cracking," *Acta Metall.*, vol. 27, no. 1, pp. 89–100, 1979, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(79\)90059-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90059-2).

- [17] R. A. Oriani, "The diffusion and trapping of hydrogen in steel," *Acta Metall.*, vol. 18, no. 1, pp. 147–157, 1970, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(70\)90078-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(70)90078-7).
- [18] A. Nagao, M. Dadfarnia, B. P. Somerday, P. Sofronis, and R. O. Ritchie, "Hydrogen-enhanced-plasticity mediated decohesion for hydrogen-induced intergranular and 'quasi-cleavage' fracture of lath martensitic steels," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 112, pp. 403–430, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2017.12.016>.
- [19] M. Dadfarnia, P. Sofronis, and T. Neeraj, "Hydrogen interaction with multiple traps: Can it be used to mitigate embrittlement?," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 36, no. 16, pp. 10141–10148, 2011, doi: [10.1016/j.ijhydene.2011.05.027](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.05.027).

FRACTURE TOUGHNESS OF LASER WELDED INJECTION MOULDS COMPONENTS

M. Alves¹, C. Capela^{1,2}, J.A.M. Ferreira², J.D. Costa² and J. de Jesus^{2*}

¹ School of Technology and Management, Polytechnic Institute of Leiria, P2411-901 Leiria, Portugal
²CEMPRE, Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, P-3004 516 Coimbra, Portugal
* Persona de contacto: carlos.capela@ipleiria.pt

RESUMEN

En la industria del molde, a veces, se producen defectos de fabricación o la aparición de marcas no deseadas causadas por un mal manejo u otros eventos. Sin embargo, algunas de estas situaciones pueden repararse utilizando el proceso de soldadura Nd-YAG LASER.

Este trabajo presenta los resultados de un estudio de resistencia a la fractura en dos aceros (40CrMnNiMo8-6-4, X38CrMoV5-3) y en una aleación de aluminio (5083), materiales utilizados en la fabricación de zonas de molde por inyección, moldes de inyección y prototipos. Se utilizaron muestras con defectos superficiales (muescas) reparadas mediante soldadura por deposición por láser Nd-YAG con dos parámetros diferentes en términos de voltaje, frecuencia de pulso, energía de impulso y potencia.

Las pruebas de resistencia a la fractura se llevaron a cabo en tracción y flexión de tres puntos. El análisis de los resultados de la tenacidad a la fractura (K_Q e integral J) mostró que la mejor tenacidad se obtuvo con el parámetro de soldadura PM2 (aceros: 250V, 11Hz, 6, 2J y 2Kw; aleación de aluminio: 275V, 6.1Hz, 15.9J y 2.6Kw).

PALABRAS CLAVE: Soldadura por láser, aceros HSLA, propiedades mecánicas

ABSTRACT

In the moulding industry, manufacturing defects or the appearance of unwanted marks caused by mishandling or other events sometimes occur. Notwithstanding, some of these situations can be repaired using the Nd-YAG LASER welding process.

This work presents the results of a fracture toughness study on two steels (40CrMnNiMo8-6-4, X38CrMoV5-3) and on an aluminium alloy (5083), materials used in the manufacture of injection moulding zones, injection moulds and prototypes. Specimens with surface defects (notches) repaired by filling by LASER Nd-YAG deposition welding with two different parameters in terms of voltage, pulse frequency, impulse energy and power were used.

The fracture toughness tests were carried out in tensile and three points bending. The analysis of the fracture toughness' results (K_Q and integral J), showed that the best toughness was obtained with the welding parameter PM2 (steels: 250V, 11Hz, 6, 2J and 2Kw; aluminium alloy: 275V, 6.1Hz, 15.9J and 2.6Kw).

KEYWORDS: Laser welding, HSLA steels, Mechanical properties

INTRODUCTION

The manufacture of components for the injection moulds currently used in components with complex shapes requiring equipment allow for a great dimensional precision [1-4]. Thus, repair techniques that allow for the correction of localized imperfections caused by design or manufacturing flaws in the moulds – as well as tool marks –, are very important. Laser deposit welding using modern ND-YAG lasers is a new, very flexible repair process that has advantages over the traditional methods, as there are fewer changes in the in the repair area's metal composition. In addition, it allows for a more precise deposition of a small volume of filler material to a selected area on the surface of the part, with low distortion. The

two steels 1.2367 EFS/ESR (Mat1) and 1.2738 (Mat2) and the aluminum alloy AW5083 H111 (Mat3) are three materials for tools that are widely used in the manufacture of injection moulds in the Portuguese industry: the former, for presenting an excellent combination of high toughness and resistance to thermal fatigue cracking, while the steel 1.2367 is more used for hot work tooling applications.

MATERIALS AND TESTING

This work presents the experimental results of the evaluation of fracture toughness in laser weld deposits made in two steels (Mat1 and Mat2) for hot work tools and an aluminum (Mat3). The chemical composition of these materials, according with its suppliers, is shown in Tables 1 and 2, respectively.

The welding was performed with a laser system Nd-YAG: CRONITEX Vario Laser 9000 Compact Laser. The chemical compositions of the filler materials are presented in Tables 3 and 4.

Table 1. Chemical composition of the steels (ThyssenKrupp Materials).

Element (wt %)	Ref	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V
Mat1 - 1.2367 EFS/ESR (X38CrMoV5-3)	Mat1	0,38	0,35	0,34	4,99	2,90	-	0,45
Mat2 - 1.2738 (P20+Ni)	Mat2	0,408	0,325	1,411	1,938	0,208	0,971	-

Table 2. Chemical composition of the Alloy AA5083 H111 (ThyssenKrupp Materials).

Element (wt %)	Ref.	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Al
Mat3 - AW5083 H111	Mat3	0,25	0,37	0,06	0,42	4,19	0,02	0,03	0,06	94,6

Table 3. Characteristics of the filler material used in AISI X38CrMoV5-3 steel.

Mechanical properties of the addition material						
Name	Nr.	Toughness (HV)	Diameter	Stretching	Tensile strength	
QuFe13	1.5424	413-460	Ø 0,5	30	1115 MPa	
Composition of material (wt %)						
C	Si	Mn	Cr	Mo	Ti	Fe
0,25	0,5	0,7	5,0	4,0	0,6	Rest

Table 4. Characteristics of the filler material used in AISI P20 + Ni steel.

Mechanical properties of the addition material						
Name	Nr.	Toughness (HV)	Diameter	Stretching	Tensile strength	
QuFe10	1.5424	286-363	Ø 0,5	23 - 27	1130 MPa	
Composition of material (wt %)						
Si	Cu	Mo	Mn	Ni	Cr	Fe
0,53	0,04	0,45	0,86	0,04	1,2	Rest

For aluminium, a wire named Cronitex Alu-speed – which is an Al-Mg-Si addition material – was used. This material, which is also recommended for a quicker repair of aluminium injection moulds, has a tensile strength of 180-220 MPa.

Fig. 1. shows the geometry and dimensions of the specimens used in the fracture toughness tests and the Fig. 2. of the tensile tests, it being possible to observe the geometry and dimensions of the notches considered for filling by welding.

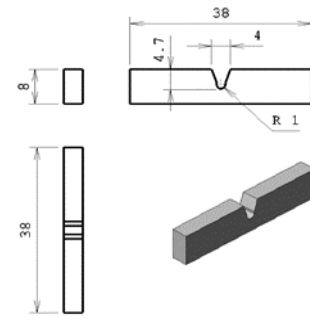


Fig. 1. Geometry of fracture toughness specimens.

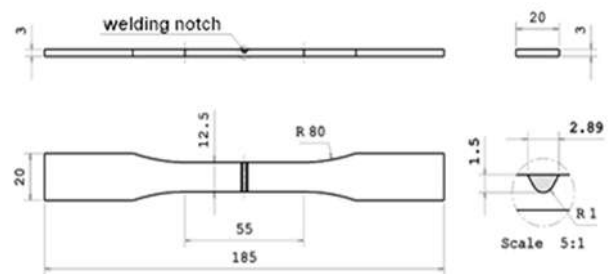


Fig. 2. Geometry of tensile specimens with welding notch.

The Vickers hardness profiles of the welded joint and the affected zone (HAZ) were obtained using a Struers Duramin-1 microhardness tester, with an indentation load of 500 gf for 15 s, according to the ASTM E 348 standard [5]. The results of fracture toughness were discussed while also taking into consideration hardness profiles, microstructures of the failure zone, size of the melted material and pre-cracks. The fracture toughness itself was assessed according to BS 7448: 91 (1991) [6].

Table 5. shows the welding parameters (PM1 and PM2) considered for the three materials

Table 5. Welding parameters.

Material	Parameter	Voltage (V)	Pulse frequency (Hz)	Pulse energy (J)	Power (Kw)
X38CrMoV5-3	PM1	275	5,6	17,7	2,5
	PM2	250	11	6,2	2
AISI P20 + Ni	PM1	275	5,6	17,7	2,5
	PM2	250	11	6,2	2
A5083-H111	PM1	240	13	7,4	1,8
	PM2	275	6,1	15,9	2,6

RESULTS AND DISCUSSION

Table 6 presents the mechanical properties obtained in the tensile tests for non-welded specimens (example: Mat1_0) as well as for welded specimens (parameters: PM1 and PM2). In addition, it is shown that the values in question correspond to the average values of three valid tests while also being the standard deviations.

Table 6. Mechanical properties of Mat1, Mat2 and Mat3 materials.

Material	σ_c [MPa]	σ_r [MPa]	ϵ_r [%]	E [GPa]
Mat1_0	1313,3±2,8	1530,7±2,7	9,35±0,46	231,7±4,9
Mat1_PM1	1148,9±2,7	1156±12,0	0,46±1,26	222,5±2,5
Mat1_PM2	1292,6±5,0	1367,1±63,7	0,99±0,32	237,5±2,6
Mat2_0	853,2±4,7	946,6±61,2	12,5±0,65	225,8±1,9
Mat2_PM1	875,4±25,8	916,9±48,6	2,3±1,73	217,2±10,3
Mat2_PM2	841,9±0,9	858,6±10,8	1,85±1,02	216,1±12,2
Mat3_0	145,3±0,6	307,5±1,5	20,00±1,11	74,8±0,3
Mat3_PM1	154,2±4,0	224±22,5	5,40±1,61	76,0±1,8
Mat3_PM2	156,5±4,7	219±23,1	4,63±1,69	73,1±0,3

Fig. 3. shows the typical load versus displacement curves for Mat1 for different welding parameters obtained in fracture tests. The Fig. 4. shows the typical load versus displacement curves for Mat2 and the Fig5. shows the typical load versus displacement curves for Mat3. Tables 7, 8 and 9 summarize all data concerning fracture toughness tests. All rejection criteria included in the BS 7448: 91 standards were considered for the validation of fracture tests.

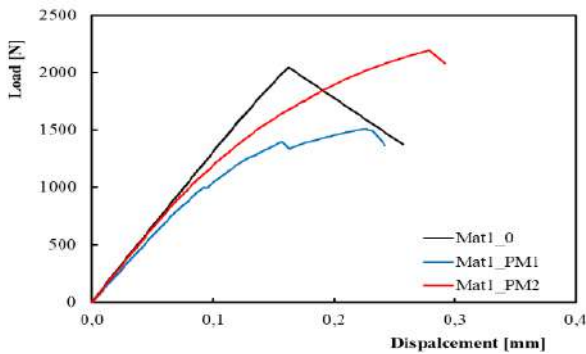


Fig. 3. Typical load-displacements plots for Mat1 (parameters: PM1 and PM2).

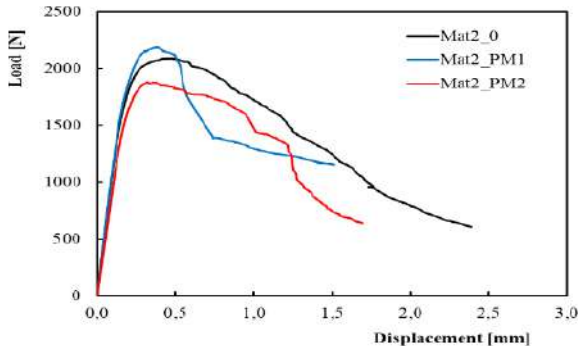


Fig. 4. Typical load-displacements plots for Mat2 (parameters: PM1 and PM2).

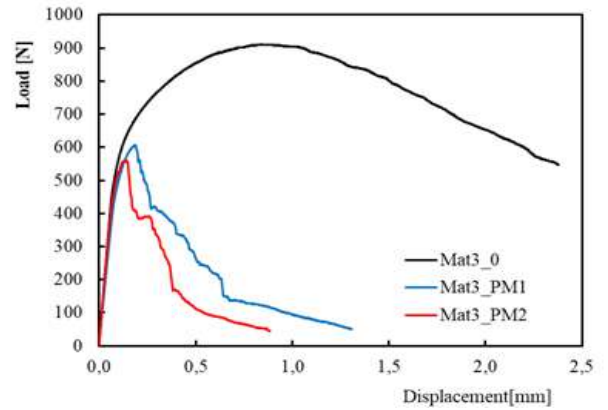


Fig. 5. Typical load-displacements plots for Mat3 (parameters: PM1 and PM2).

Table 7. Fracture toughness test results (K_Q and J) for Mat1 series.

Series	a [mm]	P_Q [N]	K_Q [MPa mm ^{0.5}]	$2.5*(K_Q/\sigma_{ys})^2$	F_{max}/F_d	Valid K_{Ic} ?	J_m (N/mm)
Mat1_0							
1	3,80	2042,9	830,03	0,83	1,00	Yes	2,24
3		1710,1	695,00	0,58	1,00	Yes	1,57
4		1863,1	756,75	0,69	1,00	Yes	1,86
5		1405,0	576,01	0,39	1,29	No	1,76
Average				714,4			
DP			93,1				0,24
Mat1_PM1							
1	3,80	791,9	332,01	0,16	1,61	No	0,91
2		974,5	404,53	0,19	1,45	No	1,12
3		993,3	367,03	0,20	1,52	No	1,28
4		749,0	310,7	0,11	1,15	No	0,42
5		775,8	317,7	0,12	1,34	No	0,61
Average			346,4				0,868
DP			35,0				0,32
Mat1_PM2							
1	3,80	1149,0	484,7	0,26	1,01	Yes	0,69
2		1041,6	503,4	0,28	0,89	Yes	2,52
3		915,0	389,8	0,17	1,41	No	0,87
4		958,4	407,8	0,19	1,39	No	0,93
Average			446,4				1,25
DP			48,5				0,74

Table 8. Fracture toughness test results (K_Q and J) for Mat1 series.

Series	a [mm]	P_Q [N]	K_Q [MPa·mm ^{0.5}]	$2.5 \cdot (K_Q/\sigma_{ys})^2 F_{max}/F_d$	Valid K_{IC} ?	J_m (N/mm)	
Mat2_0							
1		1325,9	546,97	0,82	1,57	No	25,40
2		1084,6	473,58	0,55	1,50	No	15,75
3	3,80	1363,7	539,82	0,87	1,44	No	22,76
4		1293,9	535,57	0,79	1,76	No	52,23
5		1234,9	514,66	0,72	1,60	No	25,85
Average		522,1					28,79
DP		26,5					12,07
Mat2_PM1							
4		1382,5	566,56	0,85	1,58	No	15,05
5		1234,9	510,60	0,68	1,62	No	39,98
6	3,80	1242,9	493,15	0,69	1,57	No	30,29
7		1001,3	415,43	0,45	1,46	No	31,82
8		1157,0	477,17	0,60	1,56	No	12,31
Average		492,6					25,89
DP		49,0					10,54
Mat2_PM:2							
1		1345,0	561,86	0,87	1,40	No	5,48
2		1162,4	486,80	0,65	1,43	No	1,70
3	3,80	1234,9	532,85	0,73	1,40	No	5,51
4		1277,8	545,98	0,79	1,54	No	22,99
5		1296,6	479,12	0,81	1,64	No	19,04
Average		521,3					10,94
P		32,7					8,43

Table 9. Fracture toughness test results (K_Q and J) for Mat3 series.

Series	a[mm]	P_Q [N]	K_Q [MPa·mm ^{0.5}]	$2.5 \cdot (K_Q/\sigma_{ys})^2 F_{max}/F_d$	Valid K_{IC} ?	J_m (N/mm)	
Mat3_0							
1		475,2	206,7	3,70	1,92	No	32,17
2	3,80	464,4	196,0	3,46	1,73	No	34,07
3		408,1	166,9	2,69	1,66	No	32,14
Average		189,8				32,79	
DP		16,8				0,90	
Mat3_PM1							
1		437,6	164,4	2,84	1,44	No	1,83
2	3,80	442,9	166,8	2,93	1,37	No	1,54
3		464,0	174,2	2,88	1,09	Yes	0,45
Average		492,6				1,27	
DP		49,0				0,59	
Mat3_PM:2							
1		429,5	161,4	2,57	1,30	No	1,18
3	3,80	448,3	170,3	2,80	1,62	No	6,18
4		421,5	159,1	2,48	1,28	No	0,85
5		504,7	186,1	3,55	1,62	No	6,48
Average		169,2				3,67	
DP		10,6				2,66	

Fig. 6. presents macro-photos related to the specimen's failure for the different fractured materials, showing that failure always occurs along the deposited materials. It is also possible to observe the various microstructures of the three materials' characteristic structures (zone fused - ZF), which are related to the deposition of the addition material. In ZF zones there are areas that present a visible lack of fusion (white arrows), with porosity zones (blue arrows) lines and features relating to the deposition of the filler material. Furthermore, zones

with good fusion between the base material (BM) and the addition material (arrows in green) and zones with a lack of fusion between the MB/ZF (arrows in yellow) may also be seen. From the analysis of the microstructures, it is possible to observe the type of defects for each material and for the two welding parameters considered, as well as that the cracks (arrows in red) propagate through the molten material, crossing different layers of addition material, following a path that passes through the existing defects.

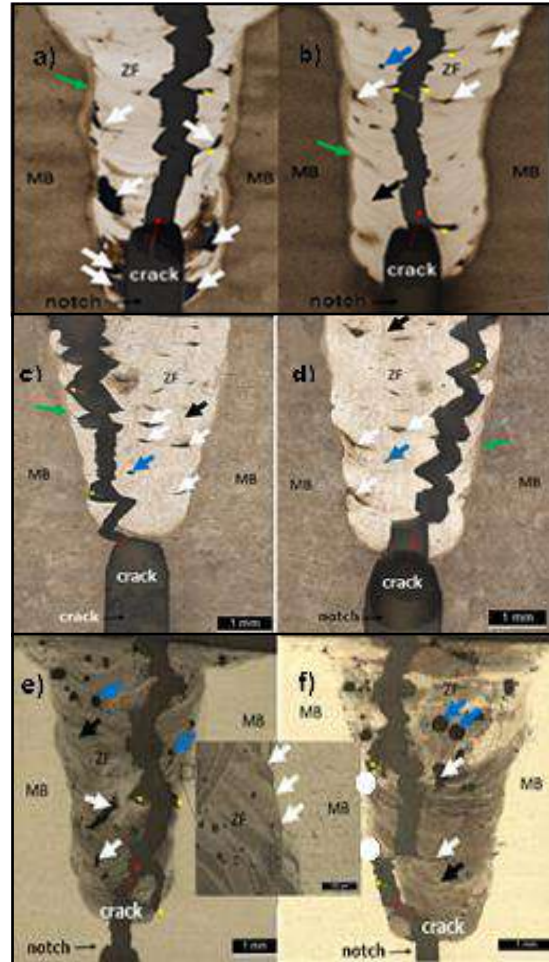


Fig. 6. Microstructures of the different series of materials: a) PM1 and b) PM2; for the Mat2 series: c) PM1 and d) PM2; for the Mat3: e) PM1; f) PM2.

From the analysis of the presented fracture toughness results (K_Q and J) (Tables 7, 8, 9 and 10) for the different welded materials, it was possible to conclude that the better welding parameter is PM2.

CONCLUSIONS

The current work studied the fracture toughness of repaired LASER Nd:YAG welded joints for two steels (Mat1 and Mat2) and aluminum (Mat3) base

materials whilst considering two welding parameters (PM1 and PM2) for each material. The following main conclusions may be drawn:

- From the metallographic analysis it was possible to observe the existence of a molten zone with a characteristic structure caused by the deposition of the addition material, as well as areas with no melting and crack propagation paths through the different layers of the deposited material;
- In the case of Mat1 and Mat2, considering the PM2 parameter, it was possible to observe the existence of a greater number of defects, with some areas showing serious melting problems between the base and the addition materials; as for Mat3, beyond the defects' problem already mentioned for the other two materials, it was possible to observe the existence of porous areas, becoming impossible the best procedure parameters;
- From the analysis of the presented fracture toughness results (K_Q and J) for the different welded materials, it was possible to conclude that the better welding parameter is PM2.

critical J values of metallic materials. British Standards Institution.

REFERENCES

- [1] Costa, J.M., Ferreira, J.M., Capela, C., 2009, Fracture toughness of the heat affected zone on Nd-YAG laser welded joints. *Engineering Failure Analysis* 16, 1245–1251.
- [2] Borrego L.P., Pires J.T.B., Costa J.M., Ferreira J.M., 2008. Moulds repaired by laser welding. *Eng Failure Anal.*, doi:10.1016/j.engfailanal.2008.02.010.
- [3] Borrego LP, Pires JTB, Costa JM, Ferreira, 2007. Fatigue behavior of laser repairing welded joints. *Eng Failure Anal*, 14(8),1586–1593.
- [4] Costa J.M., Pires J.T.B., Antunes V.F., Nobre J.P., Borrego L.P., 2008. Residual stresses analysis of Nd-YAG laser welded joints. In: *XXV Encuentro del Grupo Español de Fractura*, Sigüenza, 403–408.
- [5] American society for testing and materials, 2000. Standard test method for microhardness of materials. *Annual book of ASTM standards*, vol. 03.01. ASTM E 384.
- [6] BS 7448:91, 1991. Fracture mechanics toughness methods tests: part 1: methods for determination of K_{IC} , critical CTOD and

10 - APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA

FALLO DE CORDONES DE PRETENSADO TRAS 30 AÑOS DE SERVICIO EN TIRANTES DE RETENIDA DE UN PUENTE ATIRANTADO

M. Iordachescu^{*1}, A. Valiente¹, M. de Abreu¹, A. Aznar²

¹ Departamento de Ciencia de Materiales, Escuela de Ingenieros de Caminos, Universidad Politécnica de Madrid

² Departamento de Estructuras y Física de Edificación, Escuela T.S. de Arquitectura, Universidad Politécnica de Madrid
Calle Profesor Aranguren, s/n, Ciudad Universitaria, 28040-Madrid, España.

* Persona de contacto: mihaela.iordachescu@upm.es

RESUMEN

El tema objeto de este trabajo es la sensibilidad a la fisuración por corrosión bajo tensión de alambres galvanizados de acero eutectoide de alta resistencia extraídos de cordones de pretensado rotos tras 30 años de servicio en tirantes de retenida de un puente atirantado. Los daños observados, consistentes en corrosión por picaduras, pérdidas de sección transversal e incluso rotura, variaban en intensidad de un tirante a otro y han permitido evaluar no sólo el efecto del nivel de daño en el comportamiento mecánico de los alambres sino también la susceptibilidad del acero galvanizado a los ambientes agresivos. Los resultados se han obtenido mediante ensayos de fractura de alambres con daño inducido en servicio o en laboratorio, realizados en ambiente agresivo (tiocianato de amonio - solución FIP), bajo carga constante y bajo carga creciente a baja velocidad de deformación. El análisis SEM de las superficies de fractura y de la superficie lateral de los alambres ensayados permitió constatar la similitud del daño inducido en servicio y en laboratorio, identificar la fragilización por hidrógeno como mecanismo de rotura, y explicar el fallo de los alambres de acero como un proceso de fisuración progresiva con fragilización por hidrógeno, asistida y propiciada por el medio mediante la disolución parcial y fisuración del recubrimiento de zinc.

PALABRAS CLAVE: cordones de pretensado, acero eutectoide, corrosión bajo tensión, macro micro mecanismos de fallo

ABSTRACT

The paper approaches the sensitivity to stress corrosion cracking of zinc coated, high-strength, eutectoid steel wires extracted from collapsed prestressing strands after 30 years of service as tie-down cables of a cable-stayed bridge. The observed damage of the wires, consisting of pitting corrosion, cross-section losses and even failure, varied in intensity from one cable to another and allowed the assessment of the effect of damage level on the mechanical behaviour of wires, as well as that of the susceptibility of the galvanized wires to aggressive environments. The results were obtained by performing fracture tests of service and laboratory damaged wires under constant load and under increasing load at low strain rate, while exposed to an aggressive media (ammonium thiocyanate - FIP solution). The SEM analysis of the fracture and lateral surfaces of the tested wires proved the similitude between the service and laboratory induced damage. It also provided evidences of hydrogen embrittlement in the failure mechanism of the wires. Accordingly, their ruptures were attributed to progressive cracking by hydrogen embrittlement, environmentally assisted and propitiated by the partial dissolution and cracking of the zinc coating in the tensioned wires.

KEYWORDS: prestressing strand, eutectoid steel, stress corrosion, micro macro mechanisms of failure

1. INTRODUCCIÓN

El presente trabajo tiene como objetivo principal estudiar el proceso de daño y el mecanismo de rotura de los cordones de acero de alta resistencia que componen los tirantes de retenida de un puente atirantado y en los cuales se han detectado roturas de alambres tras 30 años de servicio. Los resultados obtenidos servirán de referencia al conjunto de medidas a adoptar para la prevención y detección temprana de fallos estructurales similares.

Los cordones de alta resistencia empleados en ingeniería estructural están fabricados con alambres trefilados de acero eutectoide arrollados helicoidalmente sobre un

alambre central y soportan altas cargas de tracción cuando conforman tirantes o tendones para estructuras respectivamente atirantadas o pre o pos-tensadas [1-3]. El galvanizado de los alambres y el envainado en fundas de polietileno de los cordones son medidas adicionales habitualmente empleadas para incrementar su resistencia a la corrosión en ambientes agresivos [4, 5].

Según investigaciones anteriores relacionadas con el fallo en servicio de tirantes en distintos puentes españoles [6-8], la rotura de cordones ocurre en zonas localmente desprotegidas por necesidades constructivas o debido a errores humanos, y tiene como origen la exposición a ambientes agresivos que propician la corrosión, o la fatiga asistida por corrosión.

El programa experimental diseñado en este trabajo para el análisis de fallo de cordones de tirantes de retenida se basa en la realización de ensayos de tracción y de corrosión bajo tensión, tanto bajo carga constante como bajo carga creciente a baja velocidad de deformación, con muestras de alambres procedentes de los cordones rotos. Los ensayos mecánicos se complementan con análisis fractográficos SEM y EDX de las superficies laterales y de rotura de alambres con daños y roturas ocurridos en servicio o inducidos en laboratorio, a fin de establecer una correlación directa entre los mecanismos de daño inducido por el medio y la resistencia mecánica y la resistencia a la corrosión bajo tensión de los alambres dañados.

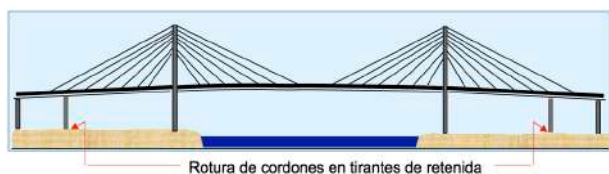


Fig. 1. Configuración básica del puente y zonas de rotura tras 30 años de servicio.

1.1. Descripción del puente

El puente atirantado donde se produjeron las roturas es de hormigón y se sustenta con ayuda de los tirantes en dos pilas porticadas interiores, dos pilas porticadas intermedias y otras dos exteriores, tal como se presenta esquemáticamente en la **Fig. 1**. Las pilas intermedias contribuyen a la sustentación longitudinal del tablero como apoyos bilaterales deslizantes. La condición de apoyo bilateral se materializa mediante tirantes de retenida que anclan y pretensan el tablero a la base de los fustes de las pilas recorriendo interiormente toda su altura, del orden de 40 m. Cada tirante está compuesto por 12 cordones de diámetro nominal 15,7 mm recubiertos con grasa y enfundados en polietileno. Los cordones están formados por 7 alambres de acero de pretensar galvanizado, de 5,3 mm de diámetro, siendo el espesor de pared de la funda 2 mm y su diámetro exterior 20 mm. La agrupación del haz de 12 cordones como tirante se consigue únicamente mediante las cabezas de anclaje del tirante, de modo que los cordones se hallan expuestos al medio ambiente existente en las cámaras interiores de los fustes de las pilas, pero protegidos por la funda y el recubrimiento de grasa. Sin embargo, por necesidades constructivas del proceso de anclaje, la funda había sido retirada del extremo inferior de los cordones y éstos emergían de la cabeza de anclaje sin protección a lo largo de algunos decímetros.

1.2. Descripción del fallo

El fallo observado consistió en las roturas de dos cordones de tirantes de retenida diferentes, cada uno de una pila intermedia, con apenas dos días de diferencia. Las dos roturas se produjeron en el tramo inferior de los tirantes desprovisto de funda. En uno de ellos, la vaina

distaba unos 30 cm de la rotura más alejada y en el otro algo menos de 10 cm. La **Fig. 2** muestra la mitad de ambas roturas correspondiente al lado del cordón que permaneció unido al anclaje superior del tirante.



Fig. 2. Ubicación de las roturas de cordones con respecto a la funda de protección en los dos tirantes de retenida rotos

2. EXPERIMENTACIÓN PARA EL ANÁLISIS DE FALLO

Las muestras suministradas para el análisis incluían las roturas presentadas en la **Fig. 2** unidas a sendos y tramos de cordones de aproximadamente 3 m de longitud, que conservaban la vaina de protección.

2.1. Microestructura, estado superficial y características mecánicas del acero de los cordones tras 30 años de servicio

Para el análisis microestructural del acero de los cordones rotos se prepararon muestras metalográficas a partir de muestras de alambre extraídas del extremo de cada cordón opuesto a la rotura y protegido por la funda de polietileno.

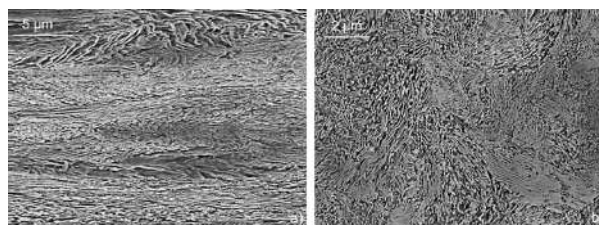


Fig. 3. Microestructuras de los alambres estudiados: a) en dirección longitudinal; b) en dirección transversal.

La **Fig. 3a** muestra que en la dirección longitudinal de los alambres la microestructura consiste en colonias de perlita fina, orientadas axialmente. En dirección transversal (**Fig. 3b**) las colonias perlíticas dejan de tener una orientación preferente y presentan distintos tamaños y espaciamientos entre las láminas de cementita [9-10]. Estas diferencias de la microestructura en planos longitudinales y transversales son indicadores de anisotropía en cuanto a comportamiento mecánico, y en particular en cuanto a resistencia a la fractura, que es el factor determinante del mecanismo de fallo de los alambres eutectoides de alta resistencia [9-10].

El análisis de la superficie de los alambres en zonas con funda de polietileno pone de manifiesto que éstos conservan el recubrimiento de cinc y con él la protección frente a la corrosión por picaduras. El recubrimiento se genera por galvanizado, formándose el sustrato inter-

metálico al reaccionar la superficie del acero con la capa externa de cinc que se deposita sobre ella. Los resultados del análisis EDX indican que la capa de cinc mostrada de color rojo en la **Fig. 4** mide 60 μm de espesor y tiene un alto nivel de porosidad, aún cuando sigue protegiendo el acero de los alambres, mostrado de color verde en la misma figura. La alta porosidad se debe a la disolución parcial del cinc por reacción a lo largo de 30 años con el ambiente poco aireado del interior de la funda protectora del cordón.

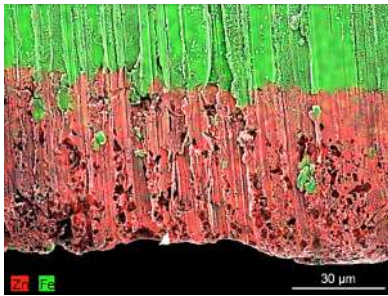


Fig. 4. Imagen EDX mostrando el recubrimiento de cinc en la sección transversal de un alambre en la zona protegida por la funda de polietileno de un cordón roto

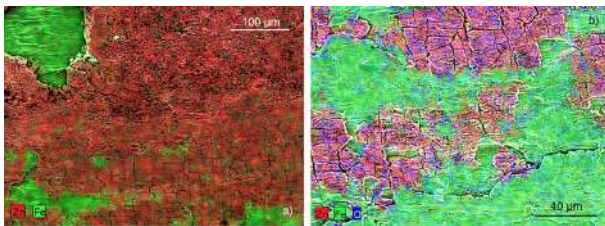


Fig. 5 a, b) Imágenes EDX de la superficie lateral de alambres desprotegidos mostrando la huella de contacto con un alambre contiguo y el estado de fisuración y disolución de la capa de cinc.

La situación cambia drásticamente en las zonas desprotegidas próximas a las roturas de los cordones. El análisis EDX de muestras de alambres de estas zonas (**Fig. 5**) revela niveles de daño en el recubrimiento de cinc que llegan hasta su completa disolución. La **Fig. 5a** muestra la capa de cinc surcada por unas franjas paralelas al eje del alambre de apariencia lisa flanqueadas por otras más estrechas de apariencia rugosa. La apariencia rugosa se debe tanto al proceso de galvanizado como a la oxidación y formación de porosidades por la disolución del cinc, mientras que las franjas lisas son huellas dejadas por el contacto entre alambres contiguos como consecuencia del aplastamiento inducido por el conformado del cable. Las microfisuras transversales también visibles en la superficie del alambre son el resultado de la acción combinada de las cargas de tracción y la humedad ambiental de servicio de los tirantes, que propician la corrosión asistida por hidrógeno [10]. La **Fig. 5b** muestra la casi desaparición del recubrimiento de cinc en los alambres periféricos más en contacto con el ambiente, y los productos de corrosión formados en la superficie expuesta del acero. En las **Fig.**

2 y Fig. 6a puede verse el estado de corrosión del acero de los alambres en las proximidades de las roturas. Ambas imágenes contrastan con la **Fig. 6c**, que corresponde a las muestras de alambres seleccionadas para los ensayos de corrosión bajo tensión y pertenecientes a la parte de uno de los cordones protegida por la funda y alejada de la rotura.

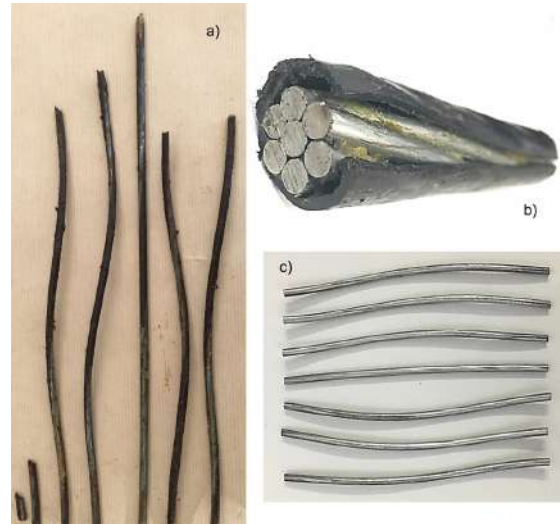


Fig. 6. Alambres del extremo de rotura de un cordón (a) y de un tramo protegido, antes (b) y después (c) de retirar la funda para ser empleados en los ensayos de corrosión bajo tensión.

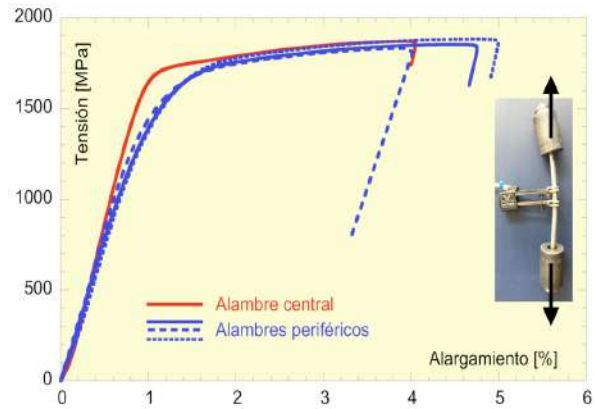


Fig. 7. Ensayos de tracción de alambres sin daño tras 30 años de servicio

Las propiedades mecánicas de los alambres tras 30 años de servicio se midieron ensayando a tracción muestras de alambre sin daño de 235 mm de longitud procedentes de los cordones rotos en servicio, análogas a las de **Fig 6c**. La interpretación de estos ensayos requiere tener en cuenta el efecto del trenzado para el conformado del cordón en el caso de los alambres periféricos, así como la influencia que puede tener en los resultados la rotura no simultánea de todos los alambres del cordón con las consiguientes diferencias de niveles de plastificación y de endurecimiento por deformación previos a los ensayos.

La Fig. 6c y el detalle de la Fig. 7 ponen de manifiesto la curvatura adquirida por los alambres en el trenzado del cordón, que también se percibe en los 12,5 mm de base de medida de deformaciones. Consecuentemente, y a pesar de las precauciones adoptadas para ejercer la carga de tracción sobre las probetas mediante sujeciones articuladas no transmisoras de momento, el ensayo realizado no fue de tracción simple, sino de flexotracción. Los resultados obtenidos pueden verse en la Fig. 7, presentados como curvas tensión-alargamiento porcentual de la base de medida. En los cuatro ensayos mostrados, tres de ellos con alambres periféricos y otro con el alambre central, se utilizó un extensómetro resistivo ubicado en la generatriz del alambre donde la concavidad de éste era máxima.

La tensión máxima que registran las cuatro curvas es muy uniforme (1860 ± 20 MPa) y ofrece garantías como valor de la resistencia a tracción del acero, ya que se alcanza por inestabilidad plástica cuando la curvatura de la probeta ha desaparecido y el estado tensional de las secciones transversales es uniforme. El módulo de elasticidad del acero eutectoide trefilado con que se fabrican los cordones de pretensado (205 GPa según el valor tipificado en prEN10138-2) [4] es perfectamente compatible con las pendientes de las rectas de descarga de la Fig. 7, registradas porque la estricción causada por la inestabilidad plástica se produce fuera de la base del extensómetro. En cambio, las pendientes de las ramas de carga elástica son sensiblemente inferiores (del orden de 150 GPa), con la excepción del alambre central (200

GPa). La curvatura de los alambres explica la mayor deformabilidad de los alambres periféricos. El alargamiento porcentual bajo carga máxima supera en todos los casos el 3,5 % requerido por la normativa como condición de ductilidad [11], pero su dispersión sugiere que dos de las probetas perdieron parte de su ductilidad antes del ensayo, debido al proceso de plastificación y endurecimiento experimentado por el alambre al agotarse plásticamente en el colapso final del cordón. Los otros dos alambres habrían experimentado una secuencia de fallo distinta, por haber provocado su rotura un proceso de daño localizado, bajo cargas de servicio y por tanto inferiores a la de plastificación. El hecho de que el alambre central esté menos expuesto a agentes externos y forme parte del primer grupo señala en particular a los procesos de daño asistidos por el medio ambiente.

Tabla 1. Propiedades mecánicas de los alambres ensayados

Propiedades mecánicas	Y1670C
Módulo de elasticidad, E [GPa]	205
Límite elástico, $R_{p0,2}$, [MPa]	1720
Resistencia a tracción, R_m , [MPa]	1860
Alargamiento bajo carga máxima, A_5 [%]	> 3,5

La Tabla 1 presenta las propiedades mecánicas medidas en los ensayos. Los resultados superan los valores mínimos requeridos por la normativa vigente [11], a pesar del tiempo de servicio.

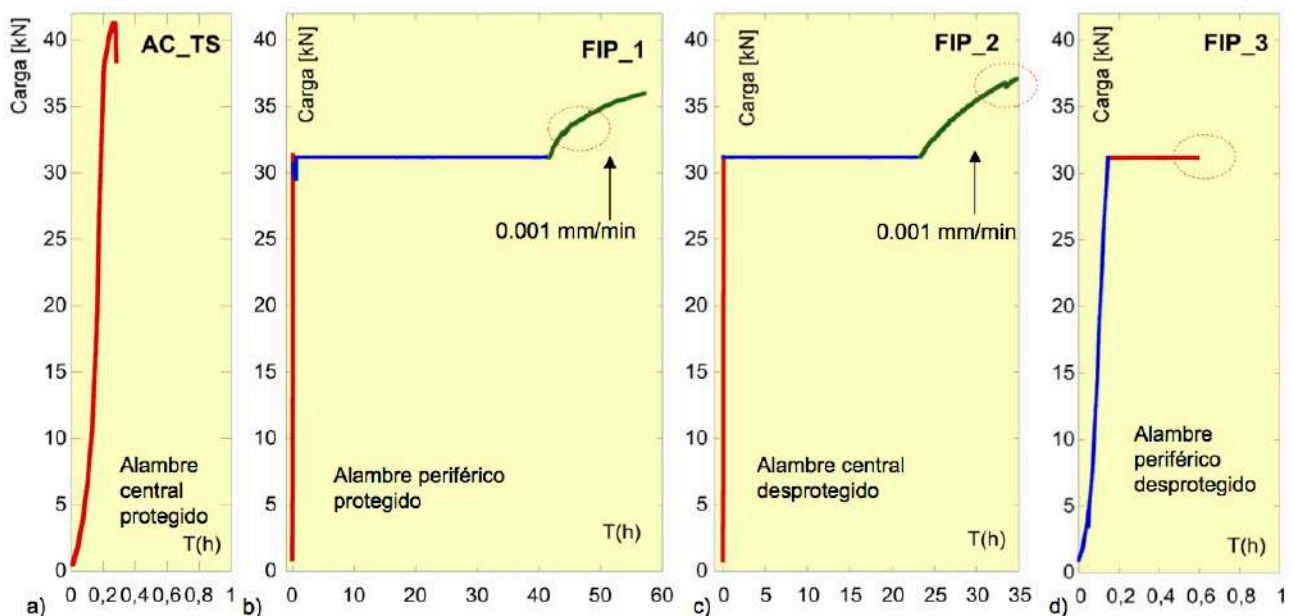


Fig. 8. Curvas carga - tiempo obtenidas en los ensayos de tracción simple (a) y de corrosión bajo tensión FIP (b-d) de alambres con distinto nivel de daño

2.1. Efecto del estado de daño superficial sobre la resistencia a la corrosión bajo tensión

El ensayo generalmente empleado para el estudio de la resistencia a la corrosión bajo tensión en aceros de

pretensado consiste en mantener un tramo de alambre expuesto al medio FIP (solución acuosa de tiocianato amónico al 20%) mientras soporta una carga de tracción igual al 80% de su capacidad resistente. El resultado del ensayo es el tiempo de vida del alambre en esas

condiciones, y la Instrucción EHE-08 [11] considera apto un acero si en una serie de 6 ensayos la vida mínima y la vida media superan 1,5 y 4 horas respectivamente.

En este trabajo se han sometido a ensayo FIP tres muestras de alambre extraídas del cordón roto en una de la pilas del puente. Dos de ellas procedían de alambres periféricos de los tramos del cordón respectivamente protegidos por la funda de polietileno y desprovisto de ella, y la tercera del alambre central del tramo sin funda. Por consiguiente, las dos últimas muestras habían estado permanentemente al medio ambiente de la pila por cuyo interior discurría el tirante de retenida del cordón, si bien la muestra del alambre central había contado con la protección ofrecida por los alambres periféricos. El alambre periférico de procedencia de la primera muestra era uno de los tres del cordón con morfología de rotura propia de un proceso de corrosión bajo tensión.

La **Fig. 8b,c,d** muestra las curvas carga-tiempo obtenidas en los tres ensayos de corrosión bajo tensión. La curva de la **Fig. 8a** se ha añadido como referencia y corresponde a un ensayo de tracción simple realizado con un alambre periférico del tramo enfundado del cordón, y por tanto no expuesto al medio ambiente de la pila. Los ensayos correspondientes a las **Fig. 8b** y **Fig. 8c** se interrumpieron cuando habían excedido sobradamente los mínimos de [11], a las 48 y 24 horas respectivamente, pero fueron continuados hasta rotura mediante un ensayo de tracción lenta en el mismo medio FIP. La velocidad de sollicitación en el ensayo de tracción lenta fue tres órdenes de magnitud inferior a la de un ensayo estándar de tracción (1 $\mu\text{m}/\text{min}$ frente a 1 mm/min) para asegurar que la falta de tiempo no impidiera la absorción y difusión de hidrógeno imprescindible para que la acción combinada de la solución FIP y la carga aplicada tenga efecto fragilizador.

Los tiempos de vida obtenidos en los ensayos FIP para el alambre periférico del tramo protegido y para el alambre central del tramo expuesto superan ampliamente las especificaciones de [11], como ya se ha indicado. El alambre periférico protegido por la funda y la grasa del cordón conservaba intacto el recubrimiento de cinc y su estado superficial no se había alterado significativamente en los 30 años de servicio anteriores al ensayo. El hecho de que el alambre central conservase gran parte del recubrimiento de cinc, aún expuesto al medio ambiente de la pila y que su resistencia a la corrosión bajo tensión sea comparable a la del alambre sin daño, señala al estado superficial como factor determinante de la rotura del cordón y a los alambres exteriores como desencadenantes de la misma. Por el contrario, el alambre periférico del tramo de cordón desprotegido apenas sobrevive 0,5 horas en la solución FIP, traccionado al 80% de su capacidad resistente en ausencia de daño. Esta pobre resistencia a la corrosión bajo tensión, muy por debajo de las especificaciones de [11] y el estado de daño, con la superficie fuertemente erosionada, vuelven a señalar al estado superficial como factor determinante de la rotura, al favorecer la fase de iniciación de los procesos de

fisuración progresiva por corrosión bajo tensión.

La posterior rotura en tracción lenta, tanto del alambre central expuesto al medio como del alambre periférico sin daño (**Fig. 8b** y **Fig. 8c**), se produce para cargas superiores a los 31 kN del ensayo FIP, pero inferiores a los 42 kN de capacidad resistente medidos en el ensayo de tracción estándar (**Fig. 8a**). Además de esto, es muy significativo el hecho que la rotura tenga lugar en pleno crecimiento de la carga, es decir, antes de alcanzar el máximo con pendiente nula que indica el agotamiento plástico de la sección resistente y da lugar al colapso del alambre por deformación plástica inestable. La rotura prematura por tracción lenta de los dos alambres es consecuencia del efecto fragilizador de la solución FIP, insuficiente para provocar la rotura durante el periodo de carga constante, pero capaz de anticiparse al agotamiento plástico de la sección resistente durante la tracción lenta.

3. MACRO Y MICROMECHANISMOS DE FALLO

La **Fig. 9** muestra la similitud de la fractura de uno de los alambres exteriores rotos en servicio con la del alambre exterior sometido al ensayo de corrosión bajo tensión (**Fig. 8c**). Las dos son roturas frágiles sin rasgos de plastificación y asistidas por el medio, es decir, el existente en la pila en el primer caso y la solución FIP en el segundo. La única diferencia es el estado de oxidación superficial de la superficie de fractura de los alambres, debido al tiempo que el primero de ellos permaneció expuesto al medio tras la rotura.

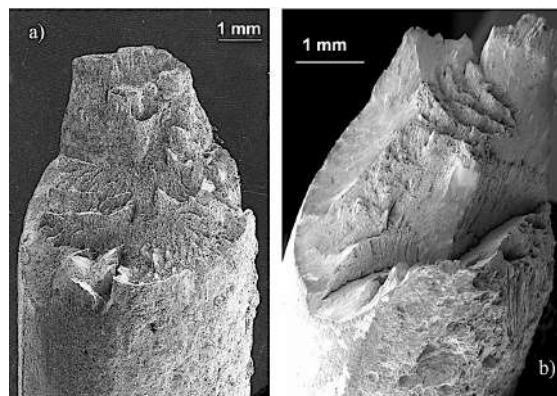


Fig. 9. Fracturas en servicio (a) y en el ensayo de corrosión bajo tensión (b) de alambres periféricos del tramo desprotegido de uno de los dos cordones rotos

La **Fig. 10** pone de manifiesto la similitud de los mecanismos de daño asistido por el medio en servicio y en laboratorio. Las dos fisuras secundarias de pequeño tamaño que muestra la **Fig. 10** se observan en cortes longitudinales de sendos alambres, uno roto en servicio y el otro en el ensayo de corrosión bajo tensión, muy cerca de la superficie de fractura. En ambos casos se trata de procesos de fisuración interrumpidos por la rotura del alambre a causa de un proceso análogo desarrollado a poca distancia, pero a mayor velocidad. El micromecanismo de fisuración también es el mismo y

consiste en la rotura escalonada de las láminas de perlita a medida que la absorción de hidrógeno fragilita y debilita la ferrita. La única diferencia significativa entre las dos fisuras secundarias se debe al tiempo que han permanecido expuestas al medio agresivo desde el final del proceso de crecimiento. En la fisura del alambre roto en servicio este tiempo es muy superior y ha propiciado que el espacio entre las caras esté relleno de productos de corrosión.

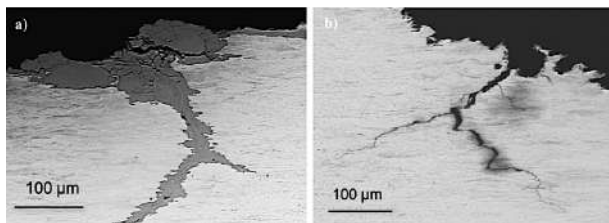


Fig. 10. Fisuración secundaria: a) en servicio; b) en el ensayo de corrosión bajo tensión

4. CONCLUSIONES

El estado de desprotección en el que se hallaban los tramos de cordón donde se produjo el fallo en servicio de los tirantes de retenida, junto con las condiciones ambientales a que estaban expuestos, indican como causa un proceso de daño localizado asistido por el medio. El recubrimiento de cinc de los alambres fue la su única barrera protectora, a la que en el caso del alambre central cabría añadir la posición privilegiada ocupada dentro del cordón, y el contacto directo con el medio agresivo durante periodos prolongados de tiempo dañó severa y heterogéneamente la capa de cinc, generando un estado superficial fuertemente irregular.

Los ensayos mecánicos, los análisis EDX y los análisis fractográficos demuestran que el medio ambiente imperante en la zona de exposición pudo generar las condiciones electroquímicas capaces de anular el efecto del galvanizado y producir la corrosión no uniforme del acero de los alambres, e incluso de propiciar procesos de corrosión bajo tensión.

Las medidas de resistencia a la corrosión bajo tensión realizadas en laboratorio mediante ensayos normalizados alambres de los cordones rotos muestran un estrecha correlación con el nivel de daño inducido en los alambres por el ambiente de servicio de los tirantes, y junto con los análisis fractográficos posteriores, confirman que dicho daño fue determinante para la iniciación de los procesos de fisuración progresiva que generó la rotura en servicio de los cordones.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación parcial de la investigación al Ministerio de Fomento y al Ministerio de Ciencia e Innovación a través del proyecto RTI2018-097221-B-I00.

REFERENCIAS

- [1] DYWIDAG bonded post-tensioning using strands, DYWIDAG-SYSTEMS International, 04 160-1/06.17-web sc, dywidag-systems.com/emea
- [2] DYWIDAG multistrand stay cable systems, DYWIDAG-SYSTEMS International, 04 178-1/07.17 -web sc, dywidag-systems.com/emea
- [3] BBR HiAm CONA Strand stay cable system, BBR VT International, 03.2009, www.bbrnetwork.com
- [4] prEN 10138-2, Prestressing Steels–Part 2:Wires CEN, 2009
- [5] FIB bulletin 30, Acceptance of stay cable systems using prestressing steels, FIB 2005, ISSN 1562-3610
- [6] Álvarez J. A., Lacalle R., Arroyo B., Sainz-Aja J., Sosa I., Alonso A., Analysis of the environmental degradation effects on the cables of La Arena bridge (Spain) Procedia Structural Integrity 5 (2017) 55-62.
- [7] Memoria del Proyecto de reparación de tirantes del puente Fernando Reig, en el p.k. 794+000 de la N-340 en Alcoy, FHECOR Ingenieros Consultores (2016), <http://www.senado.es/web/expedientappendixblobServlet?legis=12&id1=33112&id2=4>
- [8] Parrondo Rodríguez J., El hundimiento del puente de la carretera M-527 sobre el río Guadarrama. Revista de Obras Públicas: Órgano profesional de los ingenieros de caminos, canales y puertos, (3583-2017), 74-95.
- [9] Toribio J, Valiente A. Failure analysis of cold drawn eutectoid steel wires for prestressed concrete. Eng Fail Anal 2006; 13: 301–11.
- [10] Iordachescu M., De Abreu M., Valiente A., Effect of cold-drawn induced anisotropy on the failure of high strength eutectoid and duplex steel wires. Eng Fail Anal 2015; 56: 412-421.
- [11] EHE-O8. Instrucción de Hormigón Estructural. Ministerio de Fomento, Madrid 2008.

FINITE ELEMENT MODELS FOR STRUCTURAL DESIGN OF POWER TRANSFORMERS - 5th IBERIAN CONFERENCE ON STRUCTURAL INTEGRITY

L. M. C. Seixas¹, S. M. O. Tavares^{1,2,*}, P. M. S. T. de Castro¹

¹FEUP - Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Rua Dr. Roberto Frias, Campus FEUP, 4200-465 Porto, Portugal

²Efacec, Parque Empresarial Arroteia Rua Poente, 4466-952 S. Mamede de Infesta, Portugal, Portugal

*Corresponding author: sergio.tavares@fe.up.pt

ABSTRACT

The communication concerns the implementation of open source Salome-Meca FEM software for structural calculation of transformers, including pre-processing, calculation and post-processing. The solver component is Code Aster. The main aim of the work is to develop routines for automatic calculation of FEM models with minimal interaction with the user. From the input data, this algorithm creates the necessary files for the study and performs the pre-processing, where the geometry and the mesh are generated from Python code in the environment of Salome-Meca. After this process, the calculation with functions of Code Aster is performed. Finally, the user is able to visualize the results in ParaView module or output data processing may be executed. This architecture is applied to panel analysis. In panel analysis the automatic calculation of simple and stiffened planar panels was studied. The comparisons of these results with theoretical ones or obtained using other software, show that this routine achieves results quickly and with good accuracy. Also, the analysis to structurally optimize panels was performed using these algorithms.

KEYWORDS: Power Transformers Tanks; Structural Design; FEM Models; Reinforced Panels

INTRODUCTION

Finite element models have a preponderant role today in the structural analysis of mechanical components. Simulation of the behaviour of different geometries, materials and types of application and their integration both at the academic and industrial levels allows for the large-scale development of products that in the past would be outside the application spectrum. Code Aster / AsterStudy is a free open source software and used by multiple industrial sectors. This communication explores its capabilities, implementing practical examples relevant for the transformers design.

The Code Aster software, where "Aster" stands for *Analyzes of Structures et Thermomechanique pour des Études et des Recherches* (Structural and Thermomechanical Analysis for Studies and Research) is a mechanical calculation program, developed by EDF (*Électricité de France*) since 1989, initially dedicated to structural calculation of nuclear reactors. Salome-Meca integrates the Salome pre- and post-processing features, with calculation by finite elements with Code Aster. This program is distributed by several platforms including by SimulEase that developed a free version compatible with the Windows 10 operating system, [1].

FRAMEWORK FOR A FINITE ELEMENT ANALYSIS ROUTINE

An architecture for an efficient analysis routine was developed in order to create finite element programs capable of giving the outputs without manual pre-processing operations. For repetitive analysis when only some parameters are changed in design, this type of approach allows faster and optimized finite element analysis.

Based on the same procedures that a typical analysis, this routine must follow input and preparation of the data, files management, pre-processing, solving and a post-processing. All these modules, except for the input, must be automatic and sequential. Figure 1 presents a flowchart describing all steps that is performed through the routine.

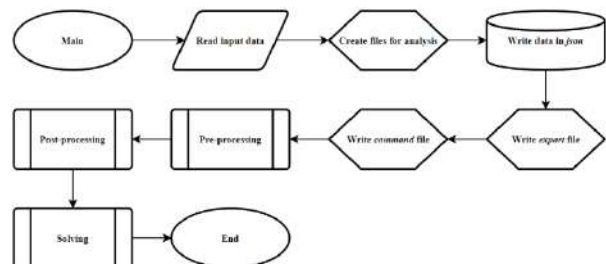


Figure 1. Flowchart for the implementation of the finite element analysis routine.

2.1. Input and files manager

The objects on the created routine are organized in classes, each class has his own attributes and methods. The classes necessary are dependent of the implementation and purpose of the routine, however, typical data are dimensions, mesh properties, material properties, loads and boundary conditions and criteria for design. This routine is capable of being automated mainly due to the management of files that the software Salome-Meca uses for analysis. The pre-processing and post-processing can be fully done with Python routines implemented on the software and the solving is achieved with a *command* file created with specific functions from Code Aster. There is also the necessity to identify the batch files to execute Salome-Meca and Code Aster.

The communication between each step, is possible by different files with information. The *json* file is where all classes with respective attributes are saved and can be accessed by the different routines. Code Aster input and output files are called *med* files. The input *med* file contain information about the geometry and mesh and the output has the calculated results. Finally, there is also the *export* file that allows Code Aster to find the localization of each file.

2.2. Pre-processing

The pre-processing is done by a Python routine implemented in Salome-Meca environment. With a parametrized geometry, it is possible to create the model with the input data, and subsequently the mesh. The mesh model is saved on a *med* file that will later be read by Code Aster.

2.3. Solving

The solving is achieved by running a command routine in Code Aster environment. The *med* file from the preprocessing with mesh information is read by the software and a finite element model, loads, boundary conditions and material properties are applied to the model. After finishing the structural analysis, the routine writes for another *med* file the output results.

2.4. Post-processing

After the finite element analysis, several types of post-processes can be implemented. Typical examples are viewing the results graphically with Paraview module from Salome-Meca or filtering the results with some pre-imposed criteria. Either way, these processes are achieved with Python routines.

PANELS

The structural analysis of transformer tank panels was addressed, creating a routine to perform panel analysis

using a Python algorithm integrating the Salome-Meca finite element software and performing, in a user-friendly way, the complete analysis of these components. It was also possible to implement the analysis of several models of panels simultaneously and a treatment of the results obtained in order to identify which model is preferable according to the applied criteria. In this way, it is possible to optimize both the analysis and the final model, since, easily and in a short time, the results of the finite element calculations are obtained, as well as the design that fits the indicated criteria. Different constructions of tank reinforced panels available in the implemented routine were analysed. The typology of these constructions considers, first, whether the panel is curved or flat and whether the panel includes vertical reinforcements or horizontal reinforcements. For each type of construction, various types of validation of examples will be presented and compared either with literature or with analysis in other finite element software. Parametric analyses were also carried out in order to assess the influence of different factors on results. Finally, some examples of panel optimization were carried out using the routine created in order to validate their ability to analyse different constructions, according to adopted criteria, which minimize the amount of material needed while maintaining a mechanical behaviour within the intended intervals. A routine was developed to obtain a finite element analysis of panels of several models simultaneously, in which the user will only have to supply the input data to obtain the displacement and stress fields. This algorithm allows to perform structural calculations more efficiently and in shorter time, since the implementation in the Salome-Meca software of each model separately and manually implied that the user performed all the analysis processes from the beginning. Therefore, from this routine, all pre-processing, calculation and post-processing steps are carried out automatically through already established algorithms and parametric modelling.

3.1. Formulation

The formulation of shell elements in Code Aster is similar to the classic shell elements; however, they account for the curvature of the geometry. In this case, Code Aster limits its use only to triangular geometry elements with seven nodes (TRIA7) or quadrangular geometry elements with nine nodes (QUAD9), [2]. This discretization is also carried out using Heterosis elements, avoiding the shear locking phenomenon that can happen when the thickness of the shell is much smaller than the radius of curvature. These elements are characterized by the border nodes having the three degrees of freedom of translation and rotation, while the middle node of the element only has degrees of freedom of rotation, [3]. The integration used in this modelling is the Hammer integration with seven points in the case of triangular elements and Gauss integration with nine points in the case of quadrangular elements. It is also noted that this algorithm uses selective reduced

integration to also prevent locking effects. Contrary to the uniform reduced integration, Gaussian integration suitable for the calculation of the stiffness matrix is used, however, it reduces the degree used for the calculation of deformations and stresses, [3].

3.2. Panels subjected to internal pressure

A particular case of panels subjected to internal pressure, without stiffeners, as schematically represented in Figure 2 is used in this case study. This example is well documented in the literature for several boundary conditions, [4,5]. Equation (1) allows to calculate analytically the displacement perpendicular to the plane of the plate, [5]. From this equation, it is possible to estimate the moments and stress, used to compare with the finite element results in this case study.

$$w = \frac{16p}{\pi^6 D} \sum_m \sum_n \frac{1}{mn[(m/a)^2 + (n/b)^2]^2} \sin \frac{m\pi(x+a/2)}{a} \sin \frac{n\pi(y+b/2)}{b} \quad (1)$$

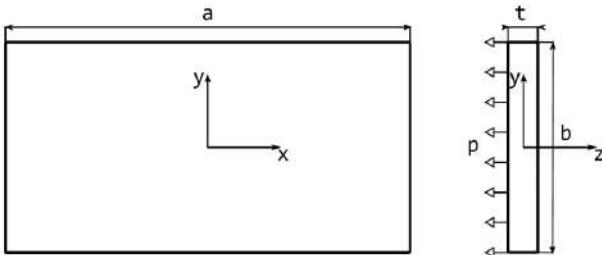


Figure 2. Geometry of the panel subjected to internal pressure.

Using the implemented routine these panels were analyzed and compared with theoretical results for different values of ratio between the length and the width of the panel ($k = a/b$). The displacements and von Mises stresses obtained using finite element analysis and analytical solutions are represented graphically in Figure 3 and Figure 4.

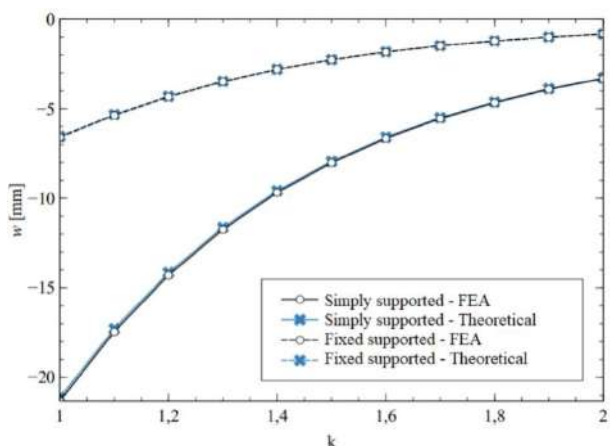


Figure 3. Comparison of displacements for simple panels.

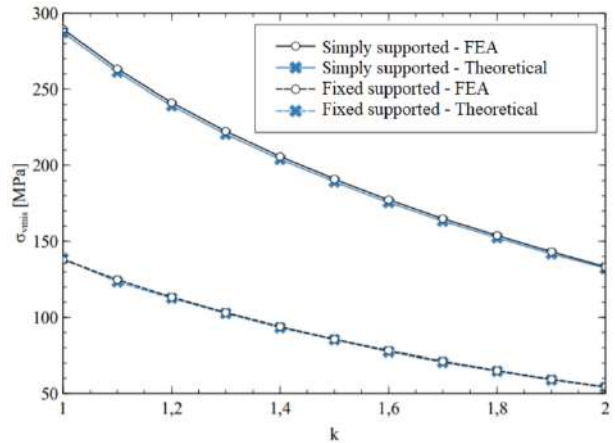


Figure 4. Comparison of equivalent stress for simple panels.

The finite element model achieve very good agreement with the theory, with the relative difference being less than 1% for all ratios both in displacements and von Mises stresses.

3.3. Stiffened panels subjected to internal pressure

Tank transformers rely on stiffened panels in order to reduce the necessary thickness to overcome the loads. Using the routine created for panels structural analysis, it is possible to model several geometries, adding and removing stiffeners, with diverse cross-sections for the stiffeners. Figure 5 gives schematic representation of base geometry, used in the developed routines.

The developed routines are able to create the FEM model for any configuration of a stiffened panel with orthogonal stiffeners. With this approach is possible to estimate the best solution of reinforcement arrangement for a given geometry. The geometries differ in number, thicknesses and height of the stiffeners and using an optimized model one can find a combination of these parameters with good mechanical behaviour and less material.

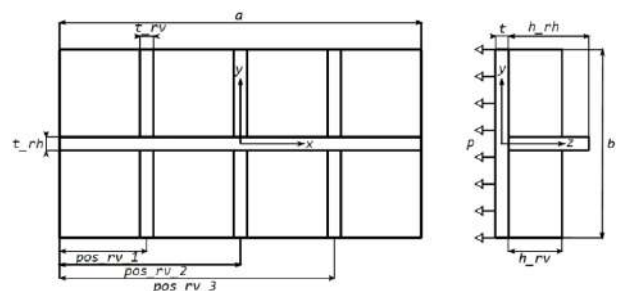


Figure 5. Reinforced panel - generic geometry characterization.

In order to validate the result obtained from Salome-Meca, these were compared to the commercial software ANSYS in the same condition. Figure 6 to 9 presents the results for fixed supporting condition in each software.

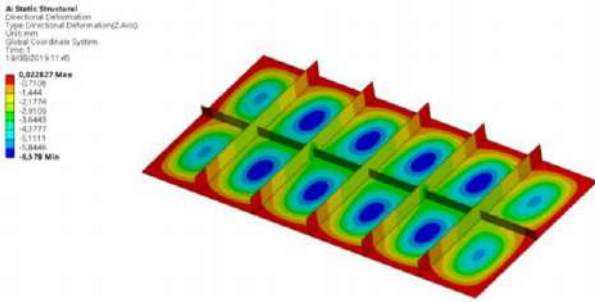


Figure 6. Displacements in ANSYS for stiffened panels.

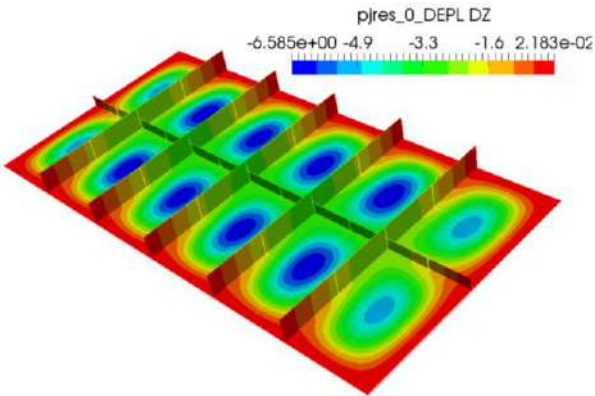


Figure 7. Displacements in Salome-Meca for stiffened panels.

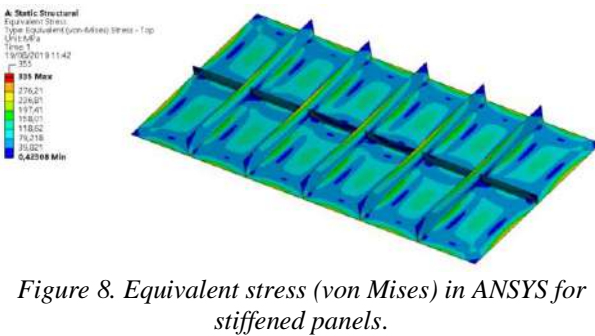


Figure 8. Equivalent stress (von Mises) in ANSYS for stiffened panels.

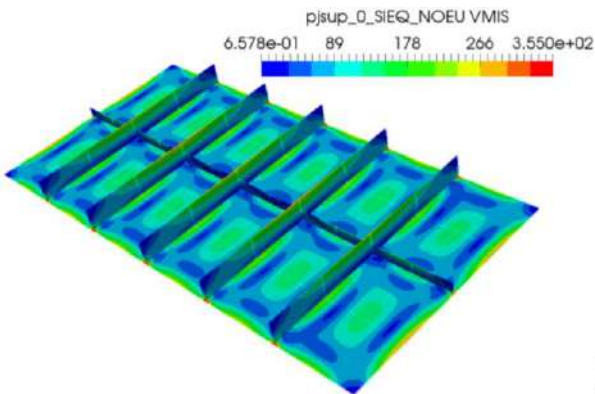


Figure 9. Equivalent stress (von Mises) in Salome-Meca for stiffened panels.

For the displacements normal to the panel, the relative difference between ANSYS and Salome-Meca is about 0.1%. Regarding the von Mises stresses, the distribution of this result seems similar for both softwares. Figure 10 presents the values obtained along a stiffener from the

panel for each software. These results present again small differences, therefore it can be concluded that finite element models implemented in Salome-Meca offers a good solution when compared to other commercial FEM package.

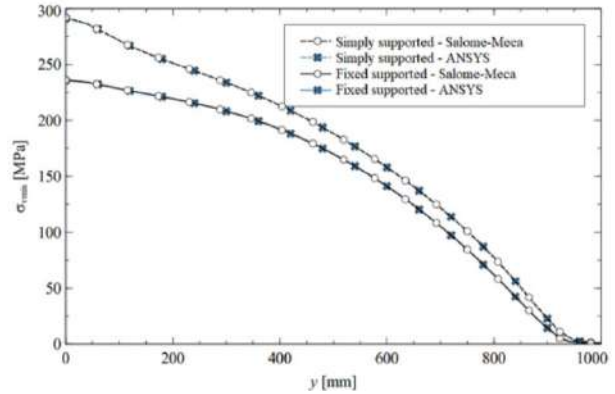


Figure 10. Distribution of von Mises stresses along vertical stiffener.

The post-processing of the panel structural analysis routine is capable of filtering, from the results obtained for different combinations of geometries studied simultaneously, only the ones that meet the design criteria defined. With this feature it is possible to find an optimized model from the models studied with less material in a relatively fast analysis. Figure 11 presents graphically the maximum von Mises equivalent stresses for different combinations of stiffeners where is possible to easily access the ones where the stresses are lower than the limit (yield strength) and have less mass.

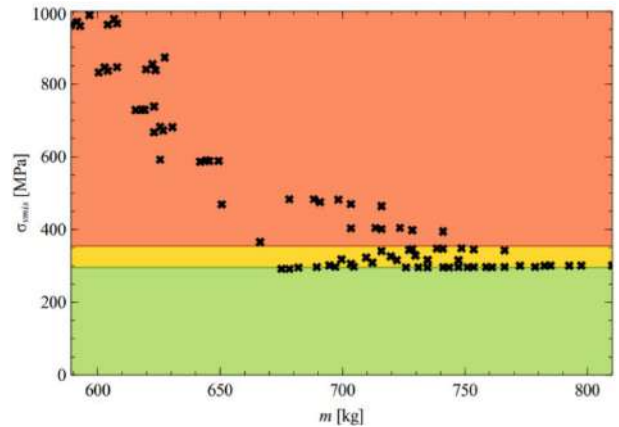


Figure 11. Maximum von Mises stress for different combinations of stiffeners.

CONCLUDING REMARKS

Code Aster and Salome-Meca allow to include routines that perform pre-processing, finite element calculation and post-processing. A generalist architecture of a routine of this type was created, which allows the implementation of different geometries, different meshes, different analysis conditions for calculation, such as formulations, types of analysis, design

constraints and different boundary conditions. An automatic calculation routine was implemented for transformer tanks panels, in which it was observed that it is possible to analyze these models more efficiently and faster. As this routine allows the simultaneous analysis of several geometric models, it is possible to create parametric analyzes and structural optimizations in a short time. Two examples of this routine were validated, the simple flat panels and the reinforced flat panels. In the case of reinforced flat panels, the parameters of the vertical reinforcements and horizontal reinforcement were varied and from this analysis it was possible to proceed with an optimization in which a model with less mass was obtained while maintaining the mechanical behaviour within the allowable limits.

A completely automated approach to structural analysis by finite elements completely using open source resources was demonstrated. With computers allowing ever faster analyses, these routines may be part of the industrial routine and thus allow finite element analysis to be frequent procedures in the design of any component.

REFERENCES

- [1] Salome-Meca 2018 for Windows. <https://code-aster-windows.com>. Assessed on 13-08-2019. (2018)
- [2] A.-D. Kudawoo. Note of use of the voluminal elements plates, hulls, hulls SHB, grids and membranes, no. U2.02.01. EDF – Électricité de France. Available https://code-aster.org/doc/default/en/man_u/u2/u2.02.01.pdf. (2017).
- [3] T. De Soza. Modeling COQUE_3D, no. U3.12.03. EDF - Électricité de France. Available https://www.codeaster.org/V2/doc/v13/en/man_u/u3/u3.12.03.pdf. (2015).
- [4] S. Timoshenko and S. Woinowsky-Krieger. Theory of plates and shells. Engineering Societies Monographs. McGraw-Hill. (1959).
- [5] A.C. Ugural. Plates and shells: Theory and analysis. Fourth Edition, CRC Press. (2017).

HACIA UN NUEVO CONCEPTO DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL

Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

Este artículo ofrece un enfoque innovador y pionero del concepto de integridad estructural, considerando e incluyendo todas las *escalas de análisis* en el marco conceptual de los conceptos novedosos de integridad *mega-*, *macro-*, *micro-* y *nano-*estructural, y así la ciencia de la mecánica de fractura & integridad estructural puede considerarse como una rama de la ciencia & ingeniería de materiales, y puede acuñarse el nuevo concepto de *integridad material* (o integridad del material), puesto que los defectos tipo fisura pueden afectar al comportamiento del material. En este marco conceptual, cualquier material puede considerarse como una estructura (un concepto mucho más general con significado más amplio e incluyendo, e.g., la estructura de una fuga de Bach o una sinfonía de Beethoven), tal estructura siendo analizable a diferentes niveles geométricos o escalas de análisis: *mega-*, *macro-*, *micro-* y *nano-*escalas.

PALABRAS CLAVE: Integridad estructural, integridad *mega*estructural, integridad *macro*estructural, integridad *micro*estructural, integridad *nano*estructural, integridad *material*.

ABSTRACT

This paper offers a novel and forward-looking approach to the concept of structural integrity, comprising and covering all *length scales* in the conceptual framework of the innovative concepts of *mega-*, *macro-*, *micro-* and *nano-*structural integrity, and thus the science of fracture mechanics & structural integrity can be seen as a branch of material science & engineering, and the novel concept of *material integrity* can also be coined, since crack-like defects can affect material behaviour. In this conceptual framework, any material can be considered as a structure (a quite more general concept with a broader meaning and comprising also, e.g., the structure of a Bach's fugue or of a Beethoven's symphony), such a structure being analysable at different geometric levels or length scales: *mega-*, *macro-*, *micro-* and *nano-*levels.

KEYWORDS: Structural integrity, *mega*structural integrity, *macro*structural integrity, *micro*structural integrity, *nano*structural integrity, *material* integrity.

1. INTRODUCCIÓN

El concepto de integridad estructural es de naturaleza amplia y puede analizarse desde múltiples perspectivas. En particular, caben diferentes escalas de análisis (*mega*, *macro*, *micro* y *nano*) que pueden utilizarse en el marco de los *enfoques multi-escala* y la relación entre los conceptos de *material* y *estructura* puede ser objeto de discusión. Este artículo trata de clarificar el tema con el objeto de avanzar *hacia un nuevo concepto de integridad estructural*.

2. FRACTURA & INTEGRIDAD ESTRUCTURAL: UNA PERSPECTIVA HISTÓRICA

En Europa, el concepto clásico de *fractura*, así como el antes denominado Grupo Europeo de Fractura, en inglés *European Group on Fracture* (EGF), cf. [1], evolucionó

hace treinta años [2] hacia el concepto más novedoso de *integridad estructural* [3], de forma que se acuñó también un nuevo nombre para dicho grupo, que pasó a llamarse Sociedad Europea de Integridad Estructural, en inglés *European Structural Integrity Society* (ESIS).

Desde el principio se estableció un consenso sobre la necesidad de cambiar el nombre *grupo* al más adecuado *sociedad* y de evitar términos negativos como *fractura* [2,3]. Sin embargo, se mantuvo un debate prolongado sobre la conveniencia (o no) de incluir el término "material" en el nombre de la nueva sociedad creada. Finalmente se acordó utilizar un término con significado mucho más amplio y general como "estructura" [2,3].

En años recientes, ESIS ha desarrollado una intensa actividad con el Congreso Europeo de Fractura, en inglés

European Conference on Fracture, cada dos años [4], con frecuentes reuniones científicas de los comités técnicos (*Workshops of the Technical Committees, TC*). A modo de ejemplo, el Comité Técnico TC10 sobre *fisuración asistida por el ambiente* (presidido por el Prof. Jesús Toribio) con su Subcomité Técnico sobre *fragilización/degradación por hidrogeno* (presidido por el Prof. Hryhoriy Nykyforchyn), en lengua inglesa *ESIS TC10 Committee of Environmentally Assisted Cracking* (Chairman: Professor Dr. Jesús Toribio) & Sub-Committee on *Hydrogen Embrittlement/Degradation* (Chairman: Professor Dr. Hryhoriy Nykyforchyn). Dicho Comité TC10 organiza reuniones científicas en forma de Talleres sobre Fisuración Asistida por el Ambiente & Fragilización por Hidrógeno, en inglés *Workshops on Environmentally Assisted Cracking & Hydrogen Embrittlement* [5,6].

En lo que se refiere a grupos nacionales, el ejemplo pionero es Italia, lugar donde se organizaron reuniones científicas sobre metalurgia en los años setenta bajo los auspicios de la *Associazione Italiana di Metallurgia* hasta el año 1982 durante el cual el Grupo Italiano de Fractura (IGF, *Gruppo Italiano Frattura*) fue fundado por el Prof. Donato Firrao [7]. En 1990, dicho profesor (entonces presidente del Grupo Italiano de Fractura) organizó en Turín el 8º Congreso Europeo de Fractura, (*8th European Conference on Fracture, ECF8*).

En el mundo, el Grupo Internacional de Fractura, en inglés *International Congress on Fracture (ICF)* fue creado a través de la visión de futuro de Takeo Yokobori en Sendai (Japón) en 1965 [8]. Incorporar al nombre de la sociedad el nuevo concepto de integridad estructural se propuso en mayo de 2011 (Fig. 1) durante la reunión del Comité Ejecutivo de ICF (*International Congress of Fracture Executive Committee; ICF ExCo*) en Anaheim (USA), mediante un nuevo descriptor global del nombre de la sociedad, añadiendo entonces el nuevo concepto de *Academia Mundial de Integridad Estructural*, con lo cual el nuevo nombre de la sociedad que se propuso fue: “The International Congress on Fracture: The World Academy of Structural Integrity” (ICF-WASI), de esta manera abrazando el concepto de integridad estructural en su más amplio significado posible en una comunidad científica siempre cambiante [9].

Dos años más tarde, en junio de 2013, durante el Congreso Mundial de Fractura celebrado en Beijing [10] (*13th International Conference on Fracture, ICF13*) el concepto ICF-WASI no fue finalmente aprobado en la asamblea general (en un resultado muy apretado y tras aprobarse en una primera votación). Sin embargo, las discusiones sobre la conveniencia (o no) de incluir el término “material” (en contraste con la palabra “estructura”) fueron enormemente fructíferas. En ellas el

autor de este artículo defendió un nuevo concepto de integridad estructural.

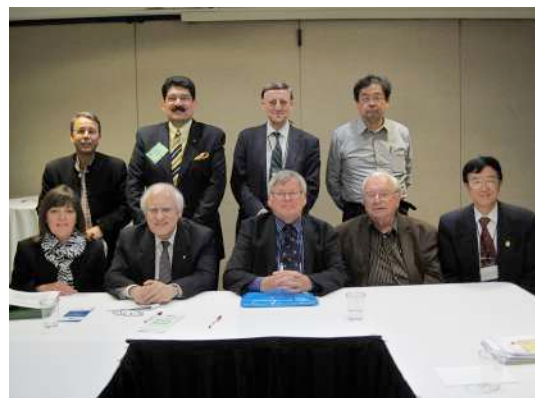


Fig. 1. Fotografías de la reunión del Comité Ejecutivo de ICF (*International Congress of Fracture Executive Committee; ICF ExCo*) en mayo de 2011 en Anaheim (USA). Asistentes: Alberto Carpinteri, David Taplin, Shouwen Yu, Mimoun Elboujdaini, Ravi Chona, Takashi Kuriyama, Susanne Bachofer, Paul Paris, Michael Schaper y Jesús Toribio.

3. FRACTURA & INTEGRIDAD ESTRUCTURAL: UN ENFOQUE MULTI-ESCALA

3.1. Reflexiones iniciales

Cualquier material puede considerarse una estructura (un concepto mucho más general y con significado más amplio que incluye, por ejemplo, una fuga de Bach o una sinfonía de Beethoven), pero no cualquier estructura es un material, pues existen *estructuras inmateriales* (conceptuales u organizativas). Así pues, todo material es una estructura, pero no toda estructura es un material.

En las siguientes secciones, el concepto de integridad estructural es re-visitado a diferentes escalas de análisis, utilizando ejemplos basados en investigaciones previas del autor del presente artículo sobre aceros perlíticos progresivamente trefilados [11-13].

3.2. Integridad megaestructural

El término *integridad megaestructural* se introduce con el fin de evitar el riesgo de colapso, fallo o rotura catastrófica de (mega)-estructuras reales en ingeniería, por ejemplo puentes (Figs. 2-4).



Fig. 2. Puente del Pedrido en La Coruña (Galicia, España).



Fig. 3. Ponte do Infante en Oporto (Portugal).



Fig. 4. Puente Akashi Kaikyō en Kobe (Japón).

3.3. Integridad macroestructural

El concepto de *integridad macroestructural* es aplicable a elementos estructurales reales (a escala de laboratorio) o muestras experimentales. La Fig. 5 ofrece el perfil de fractura en una probeta entallada de acero perlítico trefilado [11] con evidencia de fractura anisótropa y deflexión del camino de fisuración.



Fig. 5. Perfil de fractura en una muestra entallada de acero perlítico trefilado.

3.4. Integridad microestructural

El concepto de *integridad microestructural* se refiere al nivel de micro-análisis del material. La Fig. 6 muestra una nueva unidad microestructural (*no convencional*), la denominada *pseudocolonia perlítica*, un término acuñado por Toribio *et al.* [14] en 1997, y descrito en detalle recientemente [15]. En la pseudocolonia las láminas de ferrita/cementita que constituyen la misma presentan un espaciado interlaminar anómalo (excesivo), lo que la convierte en un lugar potencial de fractura con mínima resistencia a rotura.

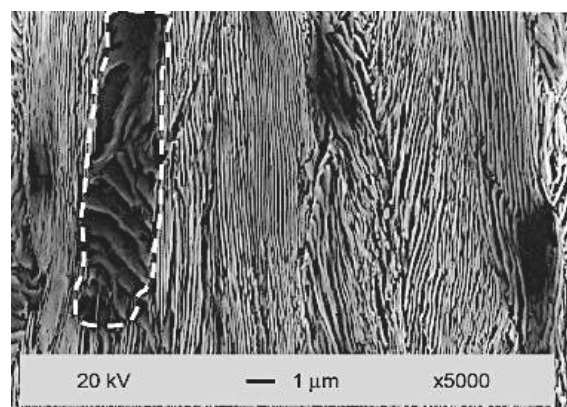


Fig. 6. Pseudocolonia perlítica en acero perlítico fuertemente trefilado.

3.5. Integridad nanoestructural

Como estudiaron Toribio y Ovejero [16], en los aceros más fuertemente trefilados el espaciado interlaminar es aproximadamente $0.030\ \mu\text{m}$, es decir, $30\ \text{nm}$, así pues dichos materiales pueden ser así considerados como *micro-compuestos* o *nano-compuestos* formados por láminas alternadas de ferrita (Fe) y cementita (Fe_3C).

En este marco conceptual, el concepto innovador de integridad nanoestructural es adecuado para el caso de nano-fisuras (*nano-escala de análisis*): las láminas de cementita hiper-espaciadas, curvadas y fracturadas que se muestran en la Fig. 7, y en las cuales la escala de daño se produce a nivel nanométrico. Tales defectos nanoestructurales condicionan el comportamiento del material en escalas superiores (micro-, macro- y mega-).

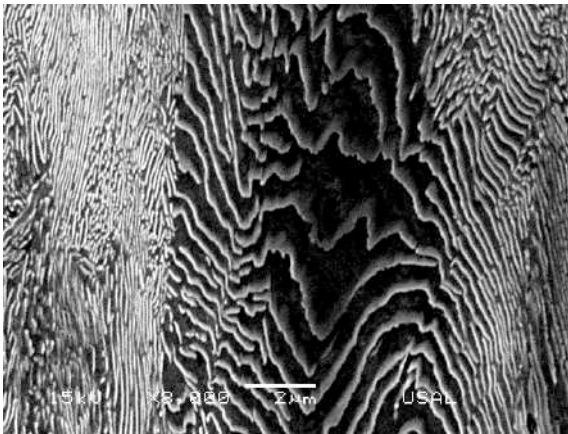


Fig. 7. Vista ampliada ($\times 8000$) de una pseudocolonia perlítica en un acero perlítico fuertemente trefilado.

3.6. Integridad material

Los niveles macro-, micro- y nano- explicados en las secciones anteriores del artículo permiten la definición de *integridad material*, o *integridad del material* (un nuevo término que puede acuñarse) a diferentes escalas de análisis, y así la ciencia de la mecánica de fractura & integridad estructural puede considerarse una rama de la ciencia & ingeniería de materiales.

4. EPÍLOGO SOBRE EL CONCEPTO DE FRACTURA: UN ENFOQUE PICASSIANO

El concepto de fractura puede también aplicarse a las artes (por ejemplo a la pintura). En este marco conceptual, la pintura cubista de Picasso (Fig. 8) representa un *evento de fractura en la historia del arte*, con un cambio de punto de vista y líneas quebradas.



Fig. 8. Pintura de Picasso (*Tres músicos*).

5. EPÍLOGO SOBRE EL CONCEPTO DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL: UN ENFOQUE BACHIANO

Sobre la base del enfoque multi-escala del concepto de integridad estructural planteado en el presente artículo científico, puede establecerse un enlace con la estructura multi-escala (*multi-nivel* o *multi-capa*) de la música de Johann Sebastian Bach, una de las cumbres absolutas de la música occidental. La Fig. 9 muestra el único retrato auténtico de Bach (el debido a Haussmann sujetando el canon triplex en sus manos).



Fig. 9. Retrato de Johann Sebastian Bach con el canon triplex (debido a Elias Gottlob Haussmann).

Un excelente ejemplo musical de Johann Sebastian Bach es el Oratorio de Navidad compuesto por seis Cantatas (macro-estructura), cada uno de ellos con su propia micro-estructura (consistente en secciones contrastantes de recitativos, arias y coros).

Por su parte la Fig. 10 ofrece algunos compases de la Fuga No 1 en Do Mayor BWV 846 de *El Clave Bien Temperado*. La (macro-) estructura of la propia fuga contiene una (micro-)estructura de secciones temáticas (*sujeto y contra-sujeto, o motivo y contra-motivo*) y pasajes de conexión entre los principales elementos temáticos (*episodios o divertimenti*).



Fig. 10. Fuga No 1 en Do Mayor BWV 846 de El Clave Bien Temperado (Libro I).

Agradecimientos institucionales

El autor desea agradecer la financiación proporcionada por las siguientes instituciones españolas nacionales: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como la institución regional Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

Agradecimientos personales

El autor agradece muy sinceramente las fructíferas discusiones sobre el concepto de integridad estructural con David Taplin, Alberto Carpinteri y Shouwen Yu durante la reunión del Comité Ejecutivo de ICF (*International Congress on Fracture Executive Committee*; ICF ExCo) el 19 de mayo de 2011 en Anaheim (USA).

También se desea expresar el sincero agradecimiento a Krishnaswamy Ravi-Chandar y Leslie Banks-Sills por las discusiones mantenidas con el autor durante el 13er Congreso Internacional de Fractura o *13th International Conference on Fracture* (ICF13) desarrollado en Beijing del 16 al 21 de junio de 2013

(<https://www.icf13.org/>).

In Memoriam

El artículo se dedica a honrar la memoria de los Profs. Dominique Francois y Keith Miller, maestros y amigos, cuya acción pionera y entusiasta permitió el desarrollo de la Sociedad Europea de Integridad Estructural (*European Structural Integrity Society*, ESIS), con anterioridad denominado Grupo Europeo de Fractura (*European Group on Fracture*, EGF).

Además, el artículo también está dedicado a la memoria del Profesor Paulo Lazzarin, maestro y amigo, uno de los principales padres fundadores de la escuela italiana de mecánica de fractura, así como a la memoria del Profesor Robert Goldstein, maestro y amigo, fundador de la escuela rusa de mecánica de fractura.

REFERENCIAS

- [1] EGF: European Group on Fracture (EGF) Newsletter Nr. 2, Spring 1987 (1987).
- [2] EGF: European Group on Fracture (EGF) Newsletter Nr. 8 Winter 1988/89 (1989).
- [3] EGF: European Group on Fracture (EGF) Newsletter Nr. 12, Spring 1990 (1990).
- [4] ESIS: European Structural Integrity Society (ESIS) Newsletter # 54, September 2014 (2014).
- [5] ESIS: European Structural Integrity Society (ESIS) Newsletter # 55, January 2015 (2015).
- [6] ESIS: European Structural Integrity Society (ESIS) Newsletter # 56, July 2015 (2015).
- [7] D. Firrao: Disseminating the Outcomes from Research on Fracture Mechanics and Structural Integrity: A Brief History of the First 30 Years of the Italian Group on Fracture. *International Journal of Fatigue* 46 (2013) 2–3.
- [8] D. Taplin, A. Saxena: ICF: The World Academy of Structural Integrity – Retrospective and Prospective. *Strength, Fracture and Complexity* 7 (2011) 109–121.
- [9] A. Carpinteri, D. Taplin, and S. Bacher: Minutes of the International Congress on Fracture Executive Committee (ICF ExCo), Anaheim, USA, May 19, (2011).
- [10] ICF13: Thirteen (13th) International Conference on Fracture. Beijing, China, June 16-21 (2013). (<https://www.icf13.org/>).

- [11] J. Toribio: Notch-Induced Anisotropic Fracture of Cold Drawn Pearlitic Steels and the Associated Crack Path Deflection and Mixed-Mode Stress State: *A Tribute to Masaccio*. Procedia Structural Integrity 9 (2018) 311-316.
- [12] J. Toribio: Microstructure-Based Anisotropic Fatigue Behavior of Hot Rolled and Cold Drawn Pearlitic Steel Wires and the Corresponding Crack Paths: *Following the Wake of Antonio Machado and Fray Luis de León*. Procedia Structural Integrity 9 (2018) 317-322.
- [13] J. Toribio: Microstructure-Based Anisotropic Fracture Behavior of Progressively Cold Drawn Pearlitic Steels and the Subsequent Crack Path Deflection: *A Picassian Approach*. Procedia Structural Integrity 9 (2018) 323-328.
- [14] J. Toribio, E. Ovejero and M. Toledano: Microstructural Bases of Anisotropic Fracture Behaviour of Heavily Drawn Steel. International Journal of Fracture 87 (1997) L83-L88.
- [15] J. Toribio: Identification of a New Microstructural Unit in Cold Drawn Pearlitic Steel: *The Pearlitic Pseudocolony*. Procedia Structural Integrity (2020) In press.
- [16] J. Toribio and E. Ovejero: Effect of Cumulative Cold Drawing on the Pearlite Interlamellar Spacing in Eutectoid Steel. Scripta Materialia 39 (1998) 323-328.

ÍNDICE DE AUTORES

Abt, T.	182	Cuesta, I.I.	92, 98, 221
Aguado-Montero, S.	291	da Silva, L.F.R.C.	110
Alberti, M.G.	152	de Abreu, M.	344
Alegre, J.M.	92, 98, 221	de Andres, P.	332
Álvarez, G.	57, 196, 203, 215, 332	de Castro, P.M.S.T.	81, 110, 321, 350
Álvarez-Vázquez, Á.	165	de Jesús A.M.P.	98
Alves, J.L.	246	de Jesús J.	16, 286, 338
Alves, M.	338	de Mendonça, B.F.	321
Andrade, C.M.	246	Díaz, A.	92, 98, 221
Antunes, F.V.	25, 44, 104	Díaz, F.A.	44, 51
Aranda-Ruíz, J.	233	Domínguez, J.	291
Ayaso, J.	134, 259, 265, 271	Enfedaque, A.	152
Aznar, A.	320	Espino, S.	182
Balbín, J.A.	75	Febra, T.	171
Baudín, C.	141	Felipe-Sesé, L.	51
Belzunce, J.	57, 141, 203, 215	Fernández, A.	221
Betegón, C.	196, 240	Fernández-Canteli, A.	86, 165
Blasón, S.	86	Fernández-Sousa, R.	240
Borges, M.F.	25,	Ferreira, N.	16,
Borrego, L.P.	286	Ferreira, J.A.M.	16, 104, 171, 286, 338
Cailloux, J.	188	Franco-Urquiza, E.A.	176
Camacho-Reyes, A.	44, 51	Gálvez, J.C.	152
Camas, D.	31,	García-Masabet, V.	188
Canales, J.	147	Garijo, L.	147
Cano, A.J.	297, 303	Gomes, V.	98
Capela, C.	16, 171, 286, 315, 338	Gómez, J.	38, 326
Carrasco, F.	188	González, B.	122, 128
Castillo, E.	86	González, C.	159
Cendón Franco, D.	228	Graciani, E.	69
Chaves, V.	75	Guzmán, J.	69
Costa, J.D.	16, 171, 286, 338	Hórtos, M.	182
Cruces, A.S.	31	Hredril, M.	265
		Iordachescu, M.	20, 344
		James, M.N.	44
		Lamela, M.J.	165

Leunda, J.	278	Roa, J.J.	278
León, N.	182	Rodríguez, C.	57, 86, 141, 196, 203, 215
Loaeza, D.	188	Rodríguez, D.	221
López-Alba, E.	51	Rodríguez, J.	297, 303, 326
López-Crespo, P.	31	Rodríguez, R.	134, 271
Lorenzo Bañuelos, M.	221	Ruíz, G.	63, 147
Maestro, A.	196	Ruíz-Hervías, J.	38, 228
Manso, J.M.	98	Salazar, A.	297, 303, 326
Marín, J.R.	147	Sánchez, J.	332
Marques, B.M.	115	Santana-Pérez, O.O.	182, 188
Martín-Rengel, M.A.	38	Santos, L.	286
Martínez, M.	297, 326	Seixas, L.M.C.	350
Martínez-Pañeda, E.	240	Tarancón, S.	209
Maspoch, M.LI.	182, 188	Távora, L.	69
Mateo, A.	278	Tavares, S.M.O.	350
Matos, J.C.	122, 128	Tejado, E.	209
Menezes, L.F.	246	Toribio, J.	122, 128, 134, 252, 259, 265, 271, 309, 355
Mokhtarishirazabad, M.	31	Toro, S.	159
Molina-Viedma, A.J.	51	Torres, J.	332
Moreno, B.	31	Torres, M.	176
Mulas, O.	122	Valiente, A.	20, 344
Muñiz-Calvente, M.	165	Vasco-Olmo, J.M.	44, 51
Navarro, A.	75	Vázquez, J.	291
Navarro, C.	291	Venta-Viñuela, L.	165
Neto, D.M.	25, 115, 246	Zafra, A.	57, 203, 240
Oliveira, M.C.	115, 246	Zapatero, J.	31
Ortega, J.J.	63, 147	Zhang, X.X.	63
Pan, K.	63		
Pastor, J.Y.	209		
Pelayo, F.	165		
Pérez, J.C.	147		
Pérez-Mora, R.	176		
Pérez Gallego, D.	228		
Picazo, A.	152		
Quintana, C.	141, 196		
Ramalho, A.L.	104		
Ramalho, L.D.C.	81		
Rebolledo, N.	332		
Rentería, V.	176		
Richou, M.	209		
Ridruejo, A.	159, 332		
Riofrío, P.	315		